

Universidad Pública de Navarra



Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial, Informática
y de Telecomunicación

~~XXXXXX~~ Tesis [&] | æ

Desarrollo de sensores basados en guía de onda plana y fibra óptica.

Autor: Omar Fuentes Lorenzo

Directores: Dr. Jesús María Corres Sanz
Dr. Ignacio del Villar Fernández

Pamplona, 2022

UNIVERSIDAD PÚBLICA DE NAVARRA

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIERÍA INDUSTRIAL,
INFORMÁTICA Y DE TELECOMUNICACIÓN**

Tesis doctoral: Desarrollo de sensores basados en guía de onda plana y fibra óptica.

Autor: Omar Fuentes Lorenzo

Directores: Dr. Jesús María Corres Sanz
Dr. Ignacio del Villar Fernández

Tribunal nombrado para juzgar la Tesis Doctoral citada:

Presidente: _____

Secretario: _____

Vocal: _____

Revisores externos: _____

Acuerda otorgar la calificación de _____

Pamplona, a los ____ días del mes _____ de _____

Abstract

This thesis shows the study and design of various optical waveguide structures. In the first chapters we work on already known configurations based on single-mode-multimode-single-mode fibers (SMS) and LPFG to which narrowing techniques are applied by chemical attack (etching), achieving the objective of improving parameters such as sensitivity.

In the last chapter, a new sensor structure based on planar waveguides deposited with one or more thin films is presented, with which lossy mode resonances (LMRs) can be generated, a phenomenon for which different aspects were studied, such as: deposition conditions of the thin film(s), sensitivity of the structure, deposition materials and resonance optimization.

Resumen

En este trabajo de tesis se muestra el estudio y diseño de varias estructuras de guías de ondas ópticas. En los primeros capítulos se trabaja sobre configuraciones ya conocidas basadas en fibras monomodo – multimodo – monomodo (SMS) y LPFG a las que se les aplican técnicas de estrechamiento mediante ataque químico (*etching*) logrando el objetivo de mejorar parámetros como la sensibilidad.

En el último capítulo se presenta una nueva estructura sensora basada en guías de ondas planas depositada con una o varias películas delgadas, con las que se pueden generar lossy mode resonances (LMRs), un fenómeno para el que se diferentes aspectos como: condiciones de deposición de la o las películas delgadas, sensibilidad de la estructura, materiales de deposición y optimización de la resonancia.

Contenidos

Capítulo 1. Introducción.	1
1.1 Sensores basados en interferometría.	2
1.2 Sensores basados en redes de difracción ópticas.	3
1.3 Sensores basados en resonancias de modos de pérdidas.	4
1.4 Bibliografía.	5
Capítulo 2. Sensores basados en estructuras ópticas monomodo - multimodo - monomodo (SMS).	8
2.1 Propagación de la Luz en estructuras SMS.....	8
2.2 Influencia de la longitud (L) y el diámetro (D) del segmento MMF en la sensibilidad de la estructura SMS.	10
2.3 Simulación numérica	10
2.4 Estrechamiento de la fibra mediante ataque químico.....	11
2.5 Sensores basados en estructura SMS.....	12
2.5.1 Sensor de nivel.	13
2.5.1.1 Resultados experimentales.	13
2.5.1.2 Modo de la banda de autoimagen.	14
2.5.1.3 Modo de espectro periódico.	15
2.5.1.4 Sensibilidad cruzada.	18
2.5.2 Sensor de Vacío.	19
2.5.2.1 Proceso de Fabricación.	19
2.5.2.2 Resultados Experimentales.	22
2.5.2.3 Medición de la presión de vacío.	23
2.5.2.4 Dispositivo D1.....	23
2.5.2.5 Dispositivo D2.....	24
2.5.2.6 Comparación entre los sensores D1 y D2.	25
2.6 Conclusiones.....	26
2.7 Bibliografía.....	27
Capítulo 3. Sensores basados en redes de difracción de período largo (LPFG).	30
3.1 Redes de difracción de período largo.	30
3.2 Simulación numérica.	31
3.3 Mejora de la sensibilidad de una LPFG de baja longitud de onda de corte mediante etching del cladding.	32
3.4 Sensor de tensión optimizado.	40
3.4.1 Proceso de fabricación.	40
3.4.2 Resultados experimentales.	43
3.5 Conclusiones.	48

3.6 Bibliografía	49
Capítulo 4. Sensores basados en LMR sobre guías de ondas planas.	53
4.1 Generación de un Lossy Mode Resonance (LMR).	53
4.1.1 Polarización vertical y horizontal para la separación de los modos TE y TM.	56
4.1.2 Generación de un LMR sobre guía de onda plana.	56
4.2 Sensores basados en LMR.	58
4.2.1 Sensor de humedad relativa (HR).	59
4.2.1.1 Proceso de fabricación.	59
4.2.1.2 Resultados experimentales.	61
4.2.2 Sensor de índice de refracción.	64
4.2.2.1 Caracterización del primer y segundo LMR.	65
4.2.2.2 Resultados experimentales.	67
4.2.2.3 Optimización de la sensibilidad con el primer LMR.	67
4.2.3 Caracterización de diferentes materiales en la generación de un LMR.	70
4.2.3.1 Resultados experimentales.	70
4.3 Sensor de múltiples parámetros.	76
4.3.1 Sensor simultaneo de Temperatura y Humedad.	77
4.3.1.1 Proceso de fabricación.	77
4.3.1.2 Generación del espectro con doble resonancias.	78
4.3.1.3 Resultados experimentales.	81
4.3.2 Sensor simultaneo de Temperatura e Índice de Refracción.	83
4.3.2.1 Proceso de fabricación.	83
4.3.2.2 Resultados experimentales.	85
4.3.2.3 Medición simultanea de índice de refracción y temperatura.	86
4.3.2.4 Calibración del sensor.	88
4.4 Mejora de la amplitud de la resonancia de un LMR en una configuración de reflexión en una fibra D-shaped mediante limpieza láser.	89
4.5 Conclusiones.	95
4.6 Bibliografía.	96
Capítulo 5. Conclusions and future research lines.	102
Apéndice I. Contribuciones científicas	105

Capítulo 1. Introducción.

El guiado de la luz en una guía onda curvada, principio que posibilitó más tarde el desarrollo de la fibra óptica, fue demostrado, de manera independiente, por Jean-Daniel Colladon y Jacques Babinet en París en los comienzos de la década de 1840 [1].

Un siglo más tarde, en 1966, los investigadores Charles K. Kao y George Hockham, afirmaron que se podía disponer de fibras de vidrio de una transparencia mayor y propusieron el uso de estas y de la luz en la transmisión de mensajes telefónicos. Estos demostraban que las pérdidas existentes en las fibras ópticas disponibles en ese momento eran causadas por impurezas más que por efectos físicos fundamentales como la dispersión, y que las fibras con bajas pérdidas podrían fabricarse utilizando vidrio de alta pureza [2][3]. Estas ideas se fueron desarrollando y así mejoró la calidad de la fibra óptica al pasar de 20 dB/km de pérdidas hasta menos de 0.5 dB/km. Hoy, la fibra óptica se ha convertido en el medio guiado más utilizado, principalmente gracias al enorme ancho de banda que presenta frente a otros medios de comunicación guiada como el par trenzado y el cable coaxial.

Aunque las comunicaciones son, indiscutiblemente, la principal aplicación de la fibra óptica; el campo de los sensores basados en estas está adquiriendo una mayor relevancia cada día. De hecho, es la plataforma ideal y natural en términos de integración de este tipo de sensores en los sistemas de comunicación.

La razón para esto es que la fibra óptica transmite luz y la luz puede modularse mediante parámetros que afectan a la señal transmitida, como la tensión, la temperatura o el índice de refracción del medio circundante. Una técnica muy extendida es mediante la deposición de distintos materiales sensibles que permitan modular la luz a través de la fibra óptica en función de casi cualquier parámetro (es decir, cualquier variable física, química o biológica).

Los sensores de fibra óptica pueden ser clasificados fundamentalmente en dos grandes campos: en base a cómo se modula la luz, que los divide en sensores intrínsecos o extrínsecos; y en base a la detección distribuida a lo largo de toda la fibra, como es el caso de los sensores basados en Raman, Brillouin o Rayleigh scattering, o la detección puntual, como es el caso de los interferómetros o las redes de difracción sobre fibra óptica. En ambos casos, es importante considerar las ventajas y desventajas de la fibra óptica. Los principales puntos positivos de la fibra óptica son [4][5]:

- Ligereza y pequeño tamaño (su diámetro suele rondar los 100 μm).
- Bajas pérdidas, que permiten la medición a largas distancias.
- Inmunidad a la interferencia electromagnética y de radiofrecuencia.

- No se requiere alimentación eléctrica para guiar la luz, por lo que los sensores resultantes son pasivos, lo cual es muy relevante en entornos con riesgo de explosión.
- Alto ancho de banda, que permite la multiplexación y la detección de múltiples parámetros.
- Detección distribuida en líneas de comunicación de fibra óptica: posibilita múltiples mediciones a lo largo de la propia fibra.

Es bueno insistir en algunas de las ventajas anteriores. En primer lugar, tenemos una capacidad que es exclusiva de la fibra óptica, como es la posibilidad de realizar mediciones en distancias de hasta varias decenas de kilómetros, debido a sus bajas pérdidas.

Una segunda ventaja de las mencionadas anteriormente es su pequeño diámetro, que permite empotrarla en túneles, puentes o construcciones de hormigón, [6], [7], y una vez instalada, el costo inicial se compensa con una monitorización continua de variables como tensión, temperatura o vibración, operación que puede durar años y que no afecta a la fibra óptica en la que está insertada. Además de esto, la mejora de las técnicas de nanodeposición [8], [9], han permitido que los sensores de fibra óptica también se utilicen en el ámbito de la medición de parámetros químicos y biológicos [10]–[22]. Otro campo importante es la monitorización de la salud humana, en otras palabras, las ciencias de la biomecánica [23]–[25].

Sin embargo, también existen retos importantes [5], que se van resolviendo progresivamente a medida que la tecnología madura:

- Costo.
- Complejidad en los sistemas de interrogación.
- Desconocimiento del usuario final con la tecnología.

Otras dificultades presentadas por los sensores de fibras ópticas son la fragilidad de estos, la necesidad de empalmes y, para algunos tipos de sensores, la necesidad de empleo sistemas de polarización.

Entre el amplio rango de sensores de fibra óptica, hay tres estructuras que se adaptan a todas estas aplicaciones: los interferómetros, las estructuras basadas en redes de difracción y las estructuras basadas en resonancias inducidas por *thin film*. Todas ellas se enmarcan dentro de los sensores de fibra óptica basados en detección puntual y se explicarán a continuación.

1.1 Sensores basados en interferometría.

Los interferómetros de fibra óptica se basan en la interferencia entre dos ondas de luz propagadas a través de diferentes caminos ópticos que llegan a un receptor óptico. La luz

resultante incluye contribuciones de luz con diferentes intensidades y características de fase, generando un patrón de interferencia dado por:

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(\varphi) \quad (1.1)$$

donde I_1 e I_2 son las intensidades de ambas ondas de luz, y φ es la fase entre ellas. Dependiendo de su configuración óptica y estructura, es posible clasificarlos en cuatro tipos principales de interferómetros basados en fibra: interferómetros de Fabry-Perot (FPI), interferómetros Mach-Zehnder (MZI), interferómetros de Michelson (MI) e interferómetros de Sagnac, siendo los dos primeros los más utilizados en estructuras sensoras [26].

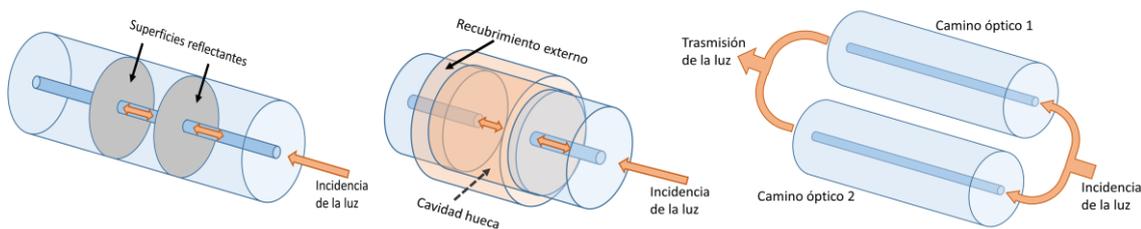


Fig. 1.1: Esquemas de estructuras basadas en interferómetros, a) FPI intrínseco con espejos entre fibra, b) FPI extrínseco con cavidad de aire, c) MZI de dos brazos.

1.2 Sensores basados en redes de difracción ópticas.

Las redes de difracción, grabadas típicamente en el núcleo de una fibra óptica, permiten la generación de resonancias en el espectro óptico en modos de transmisión o reflexión, mediante el acoplamiento de la luz del modo de núcleo a otro modo de copropagación o contrapropagación que puede guiarse en el núcleo o en el revestimiento de la fibra óptica. Sobre esta base, los sensores de redes de difracción de fibra se pueden subdividir en dos grupos según el período de la red de difracción: redes de difracción de período corto, generalmente llamadas *Fiber Bragg Grating* (FBG), y redes de difracción de período largo, llamadas *Long Period Fiber Grating* (LPFG), [27].

Esta clasificación corresponde a la forma en que se acopla la luz entre el modo de núcleo y el otro modo que es responsable de la generación de la resonancia. En las LPFG, hay un acoplamiento entre el modo de núcleo y un modo de *cladding* de copropagación, mientras que, en las FBG, hay un acoplamiento entre el modo de núcleo y un modo de contrapropagación.

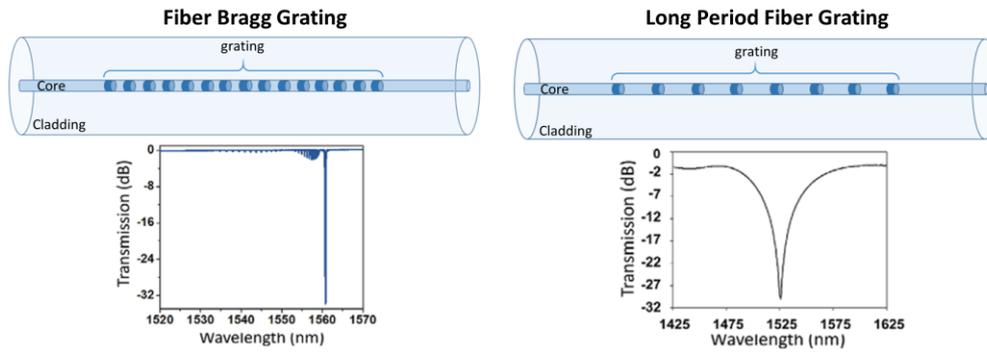


Fig. 1.2: Esquemas de estructuras basadas en redes de difracción y sus espectros, a) Rejillas de corto período, b) Rejillas de largo período.

1.3 Sensores basados en resonancias de modos de pérdidas.

Los sensores basados en resonancias de modos de pérdidas se han convertido, debido a su amplio rango de longitud de onda operativa, respuesta inmediata, simplicidad de implementación y, lo que es más importante, su alta sensibilidad, en el foco de muchas investigaciones. La configuración basada en prismas, conocida como configuración de Kretschmann, ha sido, desde la década de 1960 [28], la plataforma de detección más utilizada para dispositivos comerciales en aplicaciones bioquímicas. Sin embargo, muchas de sus limitaciones, como el tamaño voluminoso o la complejidad, limitan su implementación en instrumentos simples, compactos, portátiles, económicos y aptos para la teledetección.

Entre estas resonancias, podemos encontrar el *Surface Plasmon Resonance (SPR)* generado por el acoplamiento de luz evanescente a un plasmón superficial, que se asocia principalmente a películas delgadas de materiales conductores, como el oro o la plata, con un valor negativo de la parte real de la permitividad dieléctrica. También se pueden obtener resonancias producto del acoplamiento entre a un modo de pérdidas guiado en la película delgada, a partir de un material con una parte real positiva de la permitividad dieléctrica, conocida como *Lossy Mode Resonance (LMR)*, que se obtienen a partir de un rango más amplio de materiales: recubrimientos de óxidos metálicos y materiales poliméricos [29].

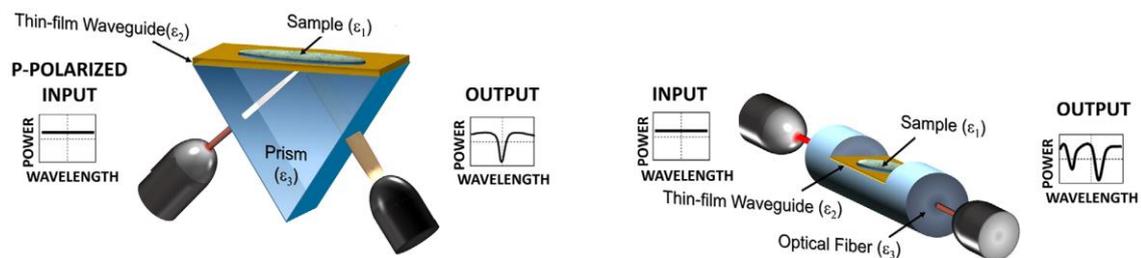


Fig. 1.3: Representación de las configuraciones de Kretschmann (izquierda) y fibra óptica (derecha) utilizadas para la interrogación por resonancia óptica. Reproducido con autorización [30].

En este trabajo se presentan algunas mejoras en términos de sensibilidad de estructuras ya existentes como son las SMS, enmarcada dentro del primer grupo de sensores interferométricos, las LPG, que se sitúan dentro del segundo grupo de sensores basados en redes de difracción, y de un **nuevo tipo de estructura sensora** basada en guías de ondas planas recubiertas con *thin films*, que se sitúa dentro del tercer grupo de sensores basados en resonancias, que dan solución a algunos de los inconvenientes presentes en las fibras ópticas.

A tal efecto, este trabajo se dividió en 4 capítulos:

El Capítulo 2 presenta dos sensores de fibras ópticas utilizando estructuras SMS. Uno para nivel de líquido y otro para presión de vacío. Ambos fueron estrechados mediante *etching*, lo que permitió mejorar su sensibilidad. Además, para el sensor de vacío se utilizó un recubrimiento de PDMS.

En el **Capítulo 3** se presentan otros dos sensores de fibras ópticas basados en LPFG. Uno para la medición de índices de refracción externo y pH, y otro para tensión. Ambos fueron estrechados mediante *etching* y mejorada su sensibilidad.

El **Capítulo 4** presenta una nueva estructura para sensores ópticos basados en LMRs, empleando guías de ondas planas. Esta conserva todas las ventajas propias de las fibras ópticas y presenta mejora respecto a algunos tipos de sensores. Como ejemplo de aplicación se presentan varias plataformas sensoras para humedad, índice de refracción, simultaneo de humedad y temperatura, y temperatura e índices de refracción. También se presenta un mejoramiento de las características de una resonancia LMR en una estructura *D-shaped* en modo de reflexión.

Finalmente, el **capítulo 5** resume los principales resultados a manera de conclusiones que se pueden extraer, así como las líneas futuras de investigación.

1.4 Bibliografía.

- [1] W. K. Johnston, "The Birth of Fiber optics from Light Guiding," *J. Endourol.*, vol. 18, no. 5, pp. 425–426, 2004.
- [2] K. C. Kao and G. A. Hockham, "Dielectric-fibre surface waveguides for optical frequencies," in *Proceedings of the Institution of Electrical Engineers*, 1966, pp. 1151–1158.
- [3] V. Natarajan, "The 2009 Nobel Prize in physics: Honoring Achievements in Optics That Have Changed Modern Life," *Resonance*, vol. 15, no. 8, pp. 723–732, 2010, doi: 10.1007/s12045-010-0081-x.
- [4] C. Elosua *et al.*, "Micro and nanostructured materials for the development of optical fibre sensors," *Sensors (Switzerland)*, vol. 17, no. 10. MDPI AG, Oct. 28, 2017, doi: 10.3390/s17102312.
- [5] G. Rajan, Ed., *Optical Fiber Sensors: Advanced Techniques and Applications*, Taylor and Francis, 2015.

- [6] A. Barrias, J. R. Casas, and S. Villalba, "A review of distributed optical fiber sensors for civil engineering applications," *Sensors (Switzerland)*, vol. 16, no. 5, 2016, doi: 10.3390/s16050748.
- [7] X. W. Ye, Y. H. Su, and J. P. Han, "Structural health monitoring of civil infrastructure using optical fiber sensing technology: A comprehensive review," *Scientific World Journal*, vol. 2014. Hindawi Publishing Corporation, 2014, doi: 10.1155/2014/652329.
- [8] H. S. Nalwa, *Handbook of Thin Films, Volume 1: Deposition and processing of thin films*. Elsevier, 2002.
- [9] K. Sharma, R. Jha, and B. D. Gupta, "Fiber-Optic Sensors Based on Surface Plasmon Resonance: A Comprehensive Review," *IEEE Sens. J.*, vol. 7, no. 8, pp. 1118–1129, 2007, doi: 10.1109/JSEN.2007.897946.
- [10] F. Chiavaioli, F. Baldini, S. Tombelli, C. Trono, and A. Giannetti, "Biosensing with optical fiber gratings," *Nanophotonics*, vol. 6, no. 4, pp. 663–679, 2017, doi: 10.1515/nanoph-2016-0178.
- [11] C. Elosua, I. R. Matias, C. Bariain, and F. J. Arregui, "Volatile Organic Compound Optical Fiber Sensors: A Review," *Sensors*, vol. 6, no. 11, pp. 1440–1465, 2006, doi: 10.3390/s6111440.
- [12] X.-D. Wang and O. S. Wolfbeis, "Fiber-optic chemical sensors and biosensors (2008-2012)," *Anal. Chem.*, vol. 85, no. 2, pp. 487–508, 2013, doi: 10.1021/ac303159b.
- [13] M. S. Luchansky and R. C. Bailey, "High-Q optical sensors for chemical and biological analysis," *Anal. Chem.*, vol. 84, no. 2, pp. 793–821, 2012, doi: 10.1021/ac2029024.
- [14] J. Hodgkinson and R. P. Tatam, "Optical gas sensing: A review," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 24, p. 012004, 2013, doi: 10.1088/0957-0233/24/1/012004.
- [15] E. Benito-Peña, M. G. Valdés, B. Glahn-Martínez, and M. C. Moreno-Bondi, "Fluorescence based fiber optic and planar waveguide biosensors. A review," *Anal. Chim. Acta*, vol. 943, pp. 17–40, 2016, doi: 10.1016/j.aca.2016.08.049.
- [16] B. D. Gupta, S. K. Srivastava, and R. Verma, *Fiber Optic Sensors Based on Plasmonics*. World Scientific Publishing Co, 2015.
- [17] B. D. Gupta, A. M. Shrivastav, and S. P. Usha, "Surface plasmon resonance-based fiber optic sensors utilizing molecular imprinting," *Sensors (Switzerland)*, vol. 16, no. 9, 2016, doi: 10.3390/s16091381.
- [18] M. Pospíšilová, G. Kuncová, and J. Trögl, "Fiber-optic chemical sensors and fiber-optic bio-sensors," *Sensors (Switzerland)*, vol. 15, no. 10, 2015, doi: 10.3390/s151025208.
- [19] C. Caucheteur, T. Guo, and J. Albert, "Review of plasmonic fiber optic biochemical sensors: improving the limit of detection," *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 407, no. 14, pp. 3883–3897, 2015, doi: 10.1007/s00216-014-8411-6.
- [20] A. Urrutia, J. Goicoechea, and F. J. Arregui, "Optical fiber sensors based on nanoparticle-embedded coatings," *J. Sensors*, vol. 2015, p. 805053, 2015, doi: 10.1155/2015/805053.
- [21] P. Vaiano *et al.*, "Lab on Fiber Technology for biological sensing applications," *Laser Photonics Rev.*, vol. 10, no. 6, pp. 922–961, 2016, doi: 10.1002/lpor.201600111.
- [22] D. Wencel, T. Abel, and C. McDonagh, "Optical chemical pH sensors," *Anal. Chem.*, vol. 86, no. 1, pp. 15–29, 2014, doi: 10.1021/ac4035168.
- [23] P. Roriz, L. Carvalho, O. Frazão, J. L. Santos, and J. A. Simões, "From conventional sensors to fibre optic sensors for strain and force measurements in biomechanics applications: A

- review," *J. Biomech.*, vol. 47, no. 6, 2014, doi: 10.1016/j.jbiomech.2014.01.054.
- [24] P. Roriz, O. Frazão, A. B. Lobo-Ribeiro, J. L. Santos, and J. A. Simões, "Review of fiber-optic pressure sensors for biomedical and biomechanical applications," *J. Biomed. Opt.*, vol. 18, no. 5, 2013, doi: 10.1117/1.JBO.18.5.050903.
- [25] E. Al-Fakih, N. A. A. Osman, and F. R. M. Adikan, "The use of fiber bragg grating sensors in biomechanics and rehabilitation applications: The state-of-the-art and ongoing research topics," *Sensors (Switzerland)*, vol. 12, no. 10, 2012, doi: 10.3390/s121012890.
- [26] B. H. Lee *et al.*, "Interferometric fiber optic sensors," *Sensors*, vol. 12, no. 3, pp. 2467–2486, 2012, doi: 10.3390/s120302467.
- [27] T. Erdogan, "Cladding-mode resonances in short- and long-period fiber grating filters," *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 14, no. 8, p. 1760, 1997, doi: 10.1364/josaa.14.001760.
- [28] E. Kretschmann and H. Raether, "Radiative Decay of Non Radiative Surface Plasmons Excited by Light," *Zeitschrift für Naturforschung - Section A Journal of Physical Sciences*, vol. 23, no. 12. Verlag der Zeitschrift für Naturforschung, pp. 2135–2136, Dec. 01, 1968, doi: 10.1515/zna-1968-1247.
- [29] I. Del Villar *et al.*, "Design rules for lossy mode resonance based sensors," *Appl. Opt.*, vol. 51, no. 19, pp. 4298–4307, Jul. 2012, doi: 10.1364/AO.51.004298.
- [30] I. Del Villar *et al.*, "Optical sensors based on lossy-mode resonances," *Sensors and Actuators, B: Chemical*, vol. 240. Elsevier B.V., pp. 174–185, Mar. 01, 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.08.126.

Capítulo 2. Sensores basados en estructuras ópticas monomodo - multimodo - monomodo (SMS).

2.1 Propagación de la Luz en estructuras SMS.

Una estructura SMS puede ser utilizada en diferentes aplicaciones como comunicaciones ópticas y sensores. En comunicaciones ópticas se han diseñado dispositivos utilizados como filtros de longitud de onda [1], [2], mientras que en el campo de los sensores ópticos ha sido más amplia su utilización, a través de dispositivos capaces de medir magnitudes como desplazamiento, deformación, presión, temperatura o índice de refracción [2]–[7].

Una estructura SMS basada en fibra óptica, está formada por dos latiguillos de fibra monomodo (SMF) estándar (125 μm de revestimiento y 8 μm de núcleo) empalmados a ambos lados de una fibra sin núcleo multimodo (MMF) (125 μm de revestimiento) de longitud variable (L), según se muestra en la Fig. 2.1, siendo el diámetro total (D) de la estructura de 125 micrómetros.

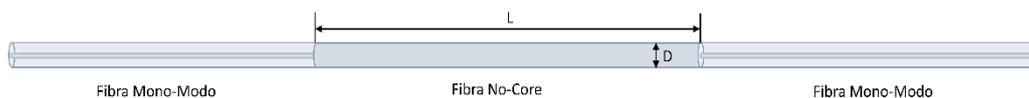


Fig. 2.1: Esquema de una estructura SMS (SMF-MMF-SMF) básica.

El principio físico de la interferometría aquí generada es que la luz transmitida a través de la fibra SMF, donde solamente existe un modo, se acopla a varios modos en el segmento MMF para luego volverse a acoplar al modo fundamental del SMF de salida [7]. Debido al fenómeno de interferometría multimodal (MMI), se obtienen bandas de transmisión y atenuación en el espectro óptico, las cuales puede ser constructivas o destructivas. Una de estas bandas, donde las pérdidas en transmisión son mínimas, se denomina banda de autoimagen y su longitud de onda central se puede determinar y controlar mediante una sencilla expresión que se encuentra estrechamente ligada a las dimensiones del segmento MMF [7], [8], tal y como se mostrará a continuación.

En la Fig. 2.2, se muestran los resultados experimentales de variar la longitud del segmento MMF para valores de longitud de 10, 20, 30, 40, 50 y 58 mm. También se puede observar las diferentes bandas de transmisión y atenuación en el espectro óptico, causadas por interferometría multimodal (MMI).

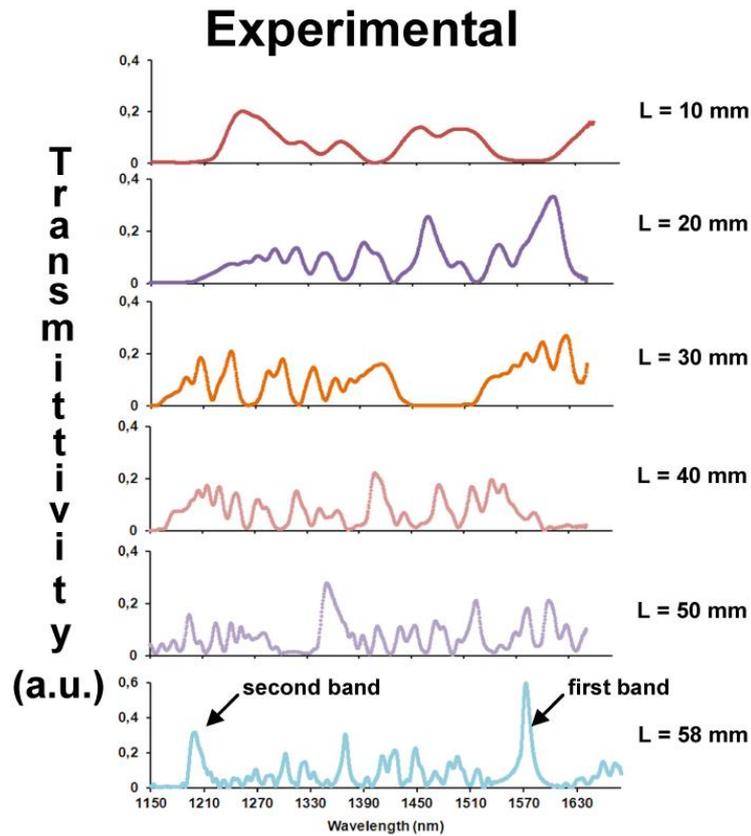


Fig. 2.2: Resultados experimentales al variar la longitud del segmento MMF, para valores de longitud de 10, 20, 30, 40, 50 y 58 mm. (Tomado de [9]).

En el primer caso, el de una MMI constructiva, esta puede ser causada por una interferencia fraccionada constructiva [9]. En el último espectro obtenido (58 mm) se puede observar, a una longitud de onda de 1570 nm, la banda de autoimagen, la cual es una banda de transmisión más alta que en el resto de casos.

En este sentido, utilizando 2.1, se puede obtener el valor aproximado de la longitud de la sección MMF adecuada para posicionar la banda de autoimagen en una longitud de onda específica:

$$\lambda = \frac{4D^2n}{L} \quad (2.1)$$

donde D y n son el diámetro de MMF y el índice de refracción de la fibra, respectivamente, L es la longitud del segmento MMF, y λ es la longitud de onda operativa a la cual se va a posicionar la autoimagen. Si por ejemplo, se diera el caso de que quisiéramos obtener una autoimagen a una longitud de onda de trabajo de 1550 nm, tendríamos, para ello, una D de 125 μm , y un índice de refracción de la sílice igual a $n = 1.444$ [10], con lo cual se puede determinar la longitud del segmento MMF que deseamos.

A partir de la ecuación 2.1, se puede observar que, además de la longitud del segmento L , el diámetro D es otro parámetro que influye en la posición de la autoimagen.

2.2 Influencia de la longitud (L) y el diámetro (D) del segmento MMF en la sensibilidad de la estructura SMS.

Una propiedad interesante en estructuras SMS es que el desplazamiento en longitud de onda de la autoimagen no depende de la longitud de la estructura [11]. Por lo tanto, la longitud del segmento MMF no es un factor influyente en la sensibilidad del dispositivo, aunque sí es determinante para obtener la banda de autoimagen a una longitud de onda concreta en el espectro óptico. Sin embargo, cuando el diámetro se reduce, la sensibilidad se incrementa de acuerdo a un factor que se aproxima a la relación entre el diámetro de la fibras óptica analizadas antes y después del estrechamiento [5], [7], [8], [12].

Estas características permiten a los interferómetros SMS sintonizarlos para que funcionen en dos modos diferentes. Uno de ellos es el ya explicado, el de la autoimagen [13], que produce un máximo en el espectro de transmisión que se puede distinguir de otros máximos producidos por la presencia de interferencia fraccionada constructiva. El segundo modo de funcionamiento permite que se utilice esta estructura como dispositivo sensor tanto en longitud de onda como sensible a la fase, como se verá más adelante en este capítulo. Además, debido a la reducción del diámetro de la sección MMF, el campo evanescente penetra más en el medio circundante, aumentando así la sensibilidad [14]. En [11], [15] se puede encontrar información más detallada sobre cómo los diferentes parámetros pueden afectar a una estructura SMS en términos del espectro óptico transmitido y la sensibilidad.

2.3 Simulación numérica

Para el análisis numérico de las estructuras aquí analizadas se utilizó el software FIMMWAVE. Para el índice de refracción del *cladding* de la fibra óptica, se empleó la ecuación de Sellmeier con los parámetros publicados en [16]. En cuanto al índice de refracción (IR) del núcleo de la fibra, según las especificaciones proporcionadas por Corning, este se obtuvo aumentando el IR del *cladding* en un 0.36%. Durante el capítulo se presentan los resultados simulados y experimentales con el fin de extraer mejores conclusiones sobre el rendimiento del sensor. Estos incluyen las simulaciones de los espectros ópticos obtenidos antes y después del proceso de estrechamiento por ataque químico de la fibra y los espectros de la fibra estrechada recubierta con diferentes índices de refracción externos.

2.4 Estrechamiento de la fibra mediante ataque químico.

Para modificar el diámetro de la estructura, se recurrió a un ataque químico (en lo sucesivo *etching*) utilizando una disolución de ácido fluorhídrico (HF) al 40%. El diámetro exterior original de las fibras utilizadas es de 125 μm , tanto para la SMF como la MMF. El tramo de fibra sin núcleo utilizado como sensor se sumerge en la disolución ácida mientras es monitorizado constantemente utilizando el esquema de la Fig. 2.5. El tiempo y diámetro final dependerá de la longitud de onda a la que se desee posicionar la banda de transmisión de la autoimagen. El espectro se irá desplazando hacia menores longitudes de onda en la medida en que su diámetro vaya disminuyendo y a su vez irá tomando forma periódica hasta desaparecer completamente la interferometría para diámetros muy finos, debido a la reducción de los modos existentes.

Como se comentó en el apartado anterior, la sensibilidad de la estructura SMS aumenta conforme se reduce su diámetro [17]. En consecuencia, para una reducción del diámetro de 125 μm a 30 μm , se espera que la sensibilidad aumente aproximadamente en un factor de 4.2.

La Fig. 2.3 a) corresponde a los espectros obtenidos de manera experimental antes, cuando la sección MMF posee un diámetro de 125 μm , y después de finalizado el proceso de *etching*, cuando el diámetro es de 30 μm y el espectro es el que se muestra en la Fig. 2.3 b), correspondiendo a las simulaciones realizadas para estos mismos diámetros de la estructura. Se puede observar la similitud de los espectros experimentales y simulados en ambos casos.

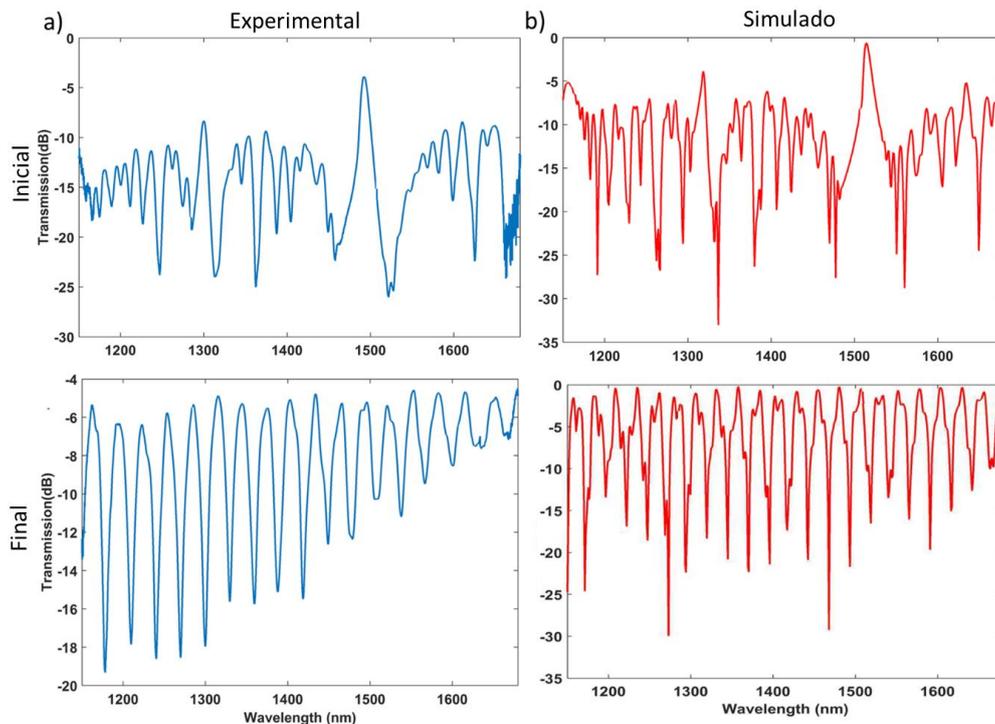


Fig. 2.3: Espectros de la estructura SMS antes y después de *etching*, a) resultados experimentales, b) resultados de la simulación.

A partir de la Fig. 2.4 a) y b) se puede observar la evolución del espectro mientras se lleva a cabo el proceso de *etching*: las bandas de atenuación sufren un corrimiento hacia el azul y comienzan a aparecer más bandas a partir de longitudes de onda mayores, las cuales también están sujetas a un corrimiento hacia el azul. Estas bandas de atenuación comienzan a separarse y finalmente comienzan a perder amplitud, estableciéndose una forma periódica. En la Fig. 2.4 c) se muestran los diámetros inicial y final de la fibra, así como el cuello en la zona de estrechamiento.

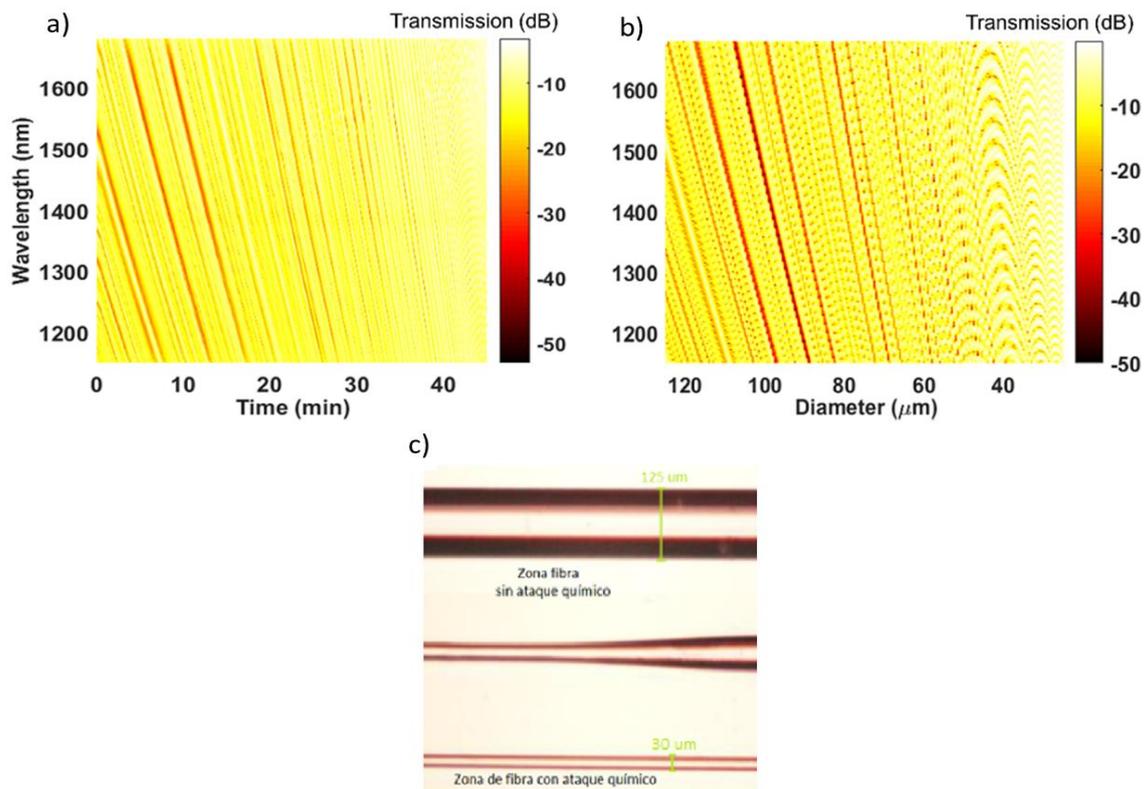


Fig. 2.4: Evolución del espectro de la estructura SMS durante el proceso de *etching*, a) resultados experimentales, b) resultados simulados, c) imagen del microscopio con los diámetros inicial y final.

2.5 Sensores basados en estructura SMS.

La configuración para caracterizar este tipo de estructura se muestra en la Fig. 2.5. Esta consiste en una fuente de luz blanca que genera un espectro entre 1100 nm y 1700 nm y un analizador de espectro óptico (OSA), conectado a un PC, que es capaz de cubrir el espectro desde 800 nm a 1700 nm, lo cual permite obtener la forma del espectro en función de la longitud del segmento MMF [18], y un registrador de datos al cual se encuentra conectado el sensor de referencia a utilizar en cada medición.

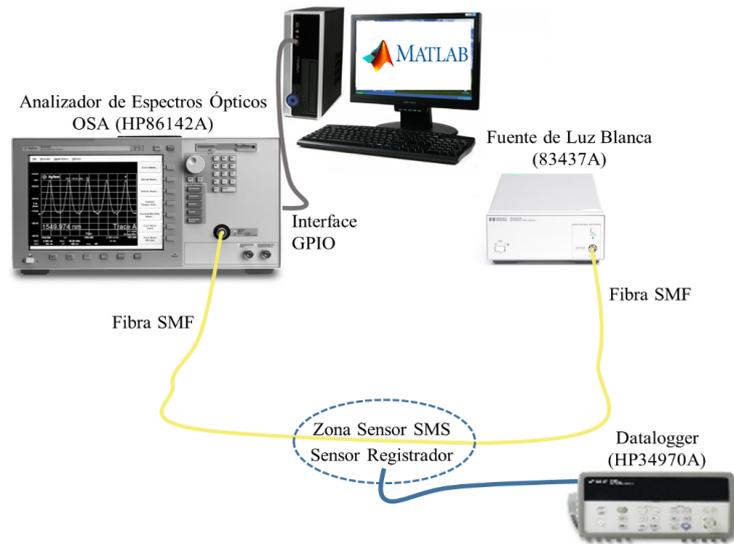


Fig. 2.5: Configuración general empleada en la caracterización de los sensores desarrollados.

2.5.1 Sensor de nivel.

Entre las diferentes formas de abordar el diseño de los sensores de nivel, las estructuras ópticas, las capacitivas y las ultrasónicas son actualmente las más empleadas [19]–[21], ya que garantizan dispositivos simples, fáciles de manejar y rentables.

Los enfoques ópticos más recientes para los sensores de nivel de líquido sugieren una medición indirecta mediante el estudio del efecto de la presión en el dispositivo [22], o una medición directa mediante el análisis del cambio de longitud de onda cuando parte del dispositivo se introduce en líquido [23], [24]. Entre estos últimos se enmarca este apartado al presentar un sensor basado en un interferómetro multimodal (MMI) mediante una estructura de fibra óptica monomodo-multimodo-monomodo(SMS).

La novedad aquí presentada aquí consiste en obtener un mejor rendimiento de la estructura SMS en términos de sensibilidad y resolución, mediante el proceso de estrechamiento de la guía de onda original basada en SMS.

2.5.2.1 Resultados experimentales.

Dado que la fibra SMS es un interferómetro, la inmersión progresiva del dispositivo en un líquido conducirá a un cambio en la longitud de onda del espectro óptico [17].

Como se muestra en la Fig. 2.6, el cambio del nivel se realizó sumergiendo progresivamente el sensor en el líquido utilizando para ello un robot lineal de eje vertical al que se le programó una secuencia de bajada y subida. El espectro de salida del sensor se controló continuamente para cada nivel de líquido y se caracterizó a diferentes temperaturas de líquido utilizando un

calentador y un registrador HP 34970, lo que permitió analizar la sensibilidad cruzada del sensor a los cambios de temperatura.

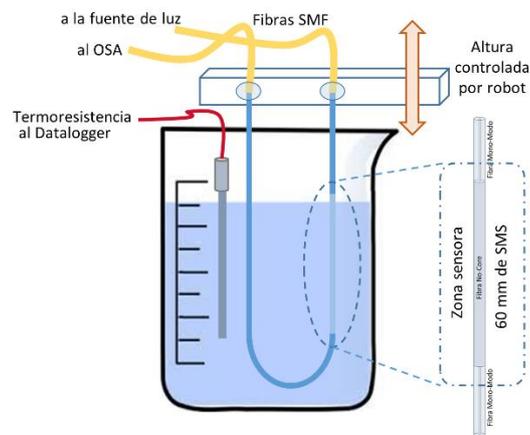


Fig. 2.6: Montaje experimental utilizado para la caracterización del sensor de nivel utilizando la estructura SMS.

2.5.2.2 Modo de la banda de autoimagen.

Para un primer experimento, se tomó la estructura con su diámetro original de $125\ \mu\text{m}$, y se sumergió en un recipiente con agua en pasos de $10\ \text{mm}$. En la Fig. 2.7 a) se muestra el desplazamiento de la longitud de onda del espectro óptico en función del nivel de líquido en milímetros; mientras que en la Fig. 2.7 b) se muestra el seguimiento a la longitud de onda central de la banda de imagen propia durante el proceso de inmersión en función del tiempo. La sensibilidad mostrada por el dispositivo en este primer caso resultó ser de $0.15\ \text{nm/mm}$, muy similar a los $0.17\ \text{nm/mm}$ alcanzados en [25].

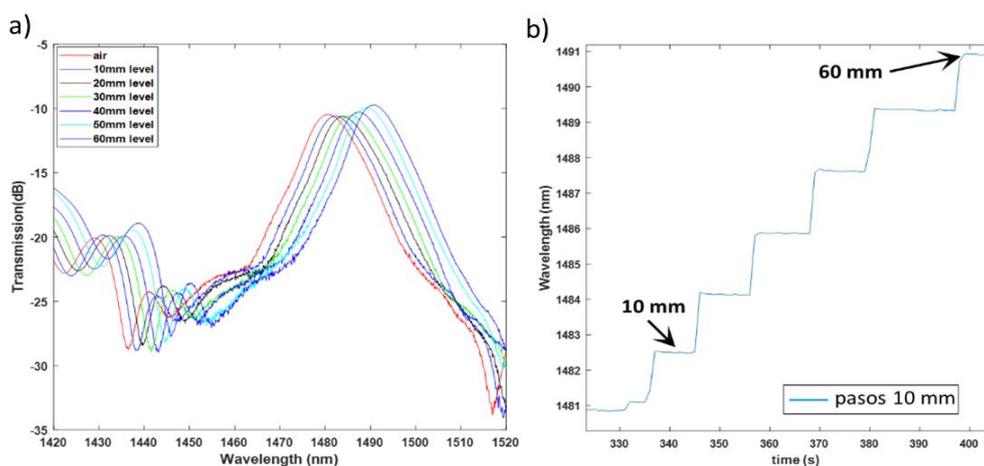


Fig. 2.7: Espectro óptico de la estructura SMS sensora antes del etching, a) desplazamiento del espectro en función de los cambios de nivel, b) seguimiento del máximo de la autoimagen.

El desplazamiento de longitud de onda al rojo puede entenderse si consideramos que el índice efectivo de los modos guiados en la sección MMF es modificado por el medio externo [11]. En

el sensor de nivel, el índice de refracción del medio circundante aumenta cuando el dispositivo se sumerge en líquido y la diferencia entre los índices efectivos de modos guiados en la fibra aumenta, algo que se puede observar en [18],[26].

2.5.2.3 Modo de espectro periódico.

Después de caracterizar la banda de autoimagen como una función del nivel del líquido, el mismo dispositivo se sometió a un estrechamiento por ataque químico (*etching*), según el método descrito en la sección 1.3, hasta el momento en que apareció un espectro casi periódico (35 minutos). El diámetro final de la estructura SMS fue de 50 μm . En aras de la comparación entre los dos espectros, antes y después del *etching*, se eligió un pico de atenuación ubicado a 1490 nm, una longitud de onda similar al pico máximo de la autoimagen a 1481 nm en la Fig. 2.7. La razón para seleccionar un mínimo en lugar del máximo después del estrechamiento fue que el pico de este primero era más estrecho que el máximo, lo cual es importante en términos de precisión en la determinación del cambio de longitud de onda en función del nivel de líquido. El sensor se analizó de la misma manera después del *etching* (Fig. 2.8), obteniéndose en este caso una sensibilidad de 0.41 nm/mm.

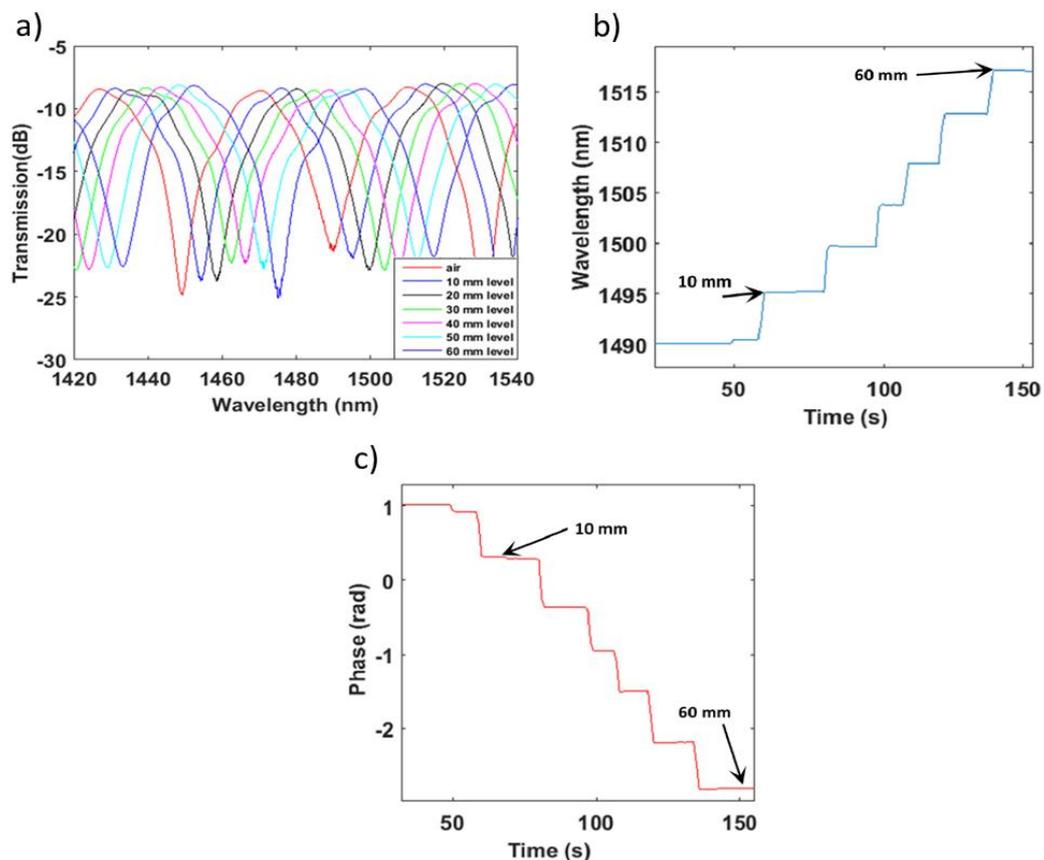


Fig. 2.8: Espectro óptico de la estructura SMS sensora después del *etching*, a) desplazamiento del espectro en función de los cambios de nivel, b) seguimiento del mínimo a 1490 nm en función de la longitud de onda c) seguimiento del mínimo en función de la fase.

Además, conviene destacar que la relación entre el diámetro inicial y final después del *etching* (de 125 μm a 50 μm) es de 2.5, mientras que la relación entre la sensibilidad antes y después fue de 2.77 (se presentó un aumento de la sensibilidad de 0.15 nm/mm a 0.41 nm/mm). Este hecho se corresponde con un aumento de la sensibilidad proporcional a la reducción del diámetro [15], como ya se había expresado con anterioridad.

Dada la forma periódica del espectro óptico obtenido después del *etching*, fue posible analizar, no solo el desplazamiento de longitud de onda, sino también el desplazamiento de fase en función del tiempo (Fig. 2.8 b) y c). En cuanto al desplazamiento de fase, se alcanzó una sensibilidad de 0.0615 rad/mm. Esto demuestra la capacidad de este sensor para ser monitorizado con un interrogador de fase, lo cual lo hace muy interesante en términos de reducción de costos.

Este seguimiento de cambio de fase fue posible porque la Transformada Rápida de Fourier (Fast Fourier Transform - FFT) correspondiente al sensor antes del estrechamiento Fig. 2.9 a) presenta una forma diferente en comparación con la FFT después del *etching* Fig. 2.9 b). En esta figura se puede observar que para el espectro de la banda de autoimagen (Fig. 2.7 a), no se puede apreciar una frecuencia fundamental (Fig. 2.9 a). Esto se debe a que dicho espectro no es sinusoidal. Sin embargo, para el caso del espectro periódico (Fig. 2.8 a), se muestra la frecuencia fundamental correspondiente al período del espectro óptico Fig. 2.9 b).

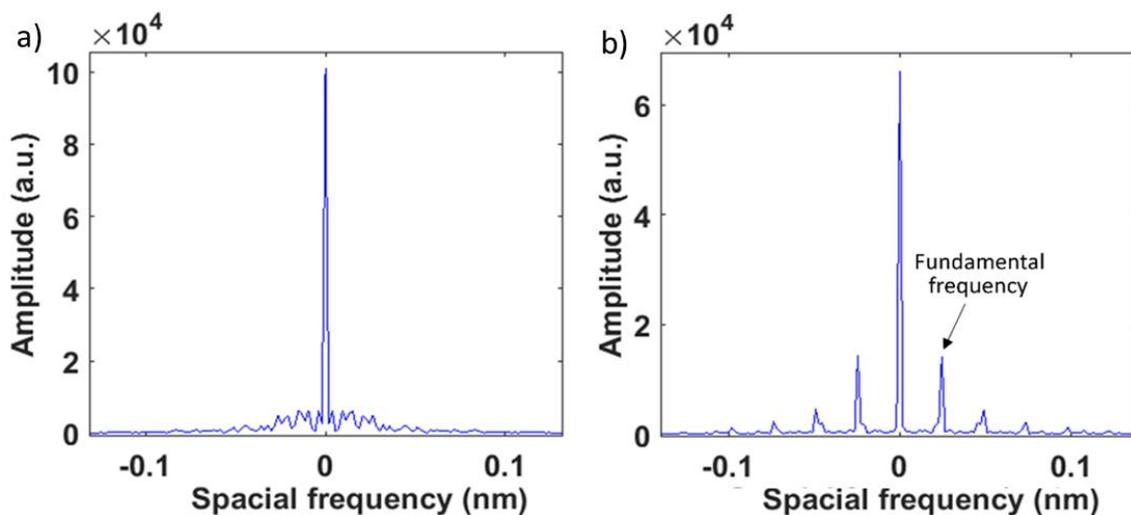


Fig. 2.9: Transformada Rápida de Fourier para los espectros antes y después del *etching*, a) FFT resultante del espectro de la autoimagen, b) FFT resultante del espectro periódico con la frecuencia fundamental.

Basándonos en los resultados obtenidos, se decidió efectuar otro experimento sumergiendo el último sensor después del estrechamiento en líquido, pero aplicando pasos más precisos de 5 mm y realizando un seguimiento del desplazamiento tanto en longitud de onda como en fase

(Fig. 2.10). En este caso, además, fue analizada tanto la inmersión como la extracción del líquido, mostrando que el sensor es capaz de recuperar su estado inicial.

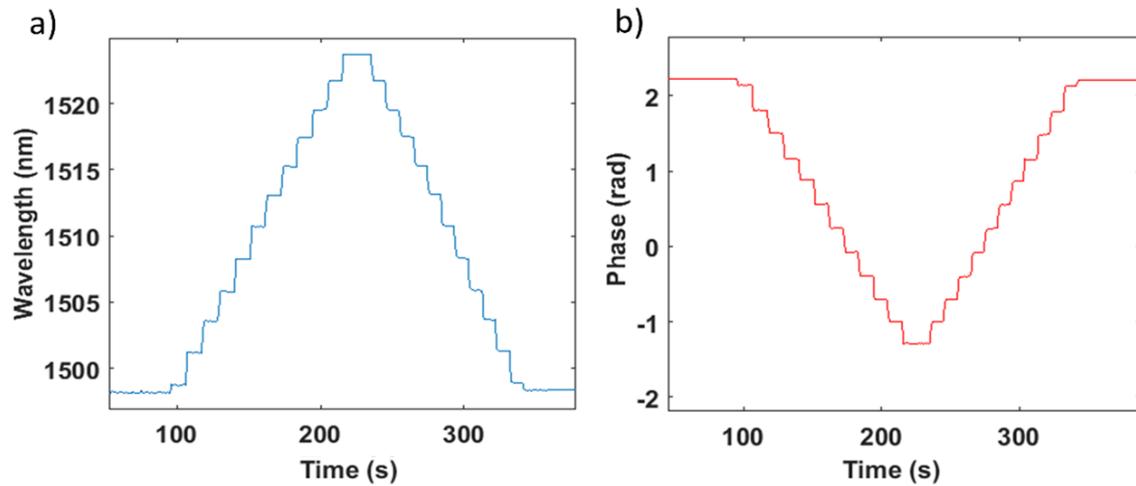


Fig. 2.10: Transformada Rápida de Fourier para los espectros antes y después del etching, a) FFT resultante del espectro de la autoimagen, b) FFT resultante del espectro periódico con la frecuencia fundamental.

Es importante mencionar que, con un segmento MMF de mayor longitud, el período del espectro podría reducirse a tal punto que el desplazamiento de fase exceda el período de la señal. Sin embargo, en vista de que el aumento o disminución del líquido es progresivo, los algoritmos de detección de discontinuidades podrán corregir el problema cuando el desplazamiento de fase sea superior a 2π . Además, hay que tener en cuenta el problema de que al aumentar la longitud del dispositivo se producirá un incremento de las pérdidas en el espectro de transmisión.

Finalmente, a modo de comparación, se muestra el cambio de longitud de onda central en función del nivel de líquido del sensor antes y después del *etching* (Fig. 2.11 a). Además, para el caso de *etching*, se muestra un zoom con pasos de 1 mm en la Fig. 2.11 b).

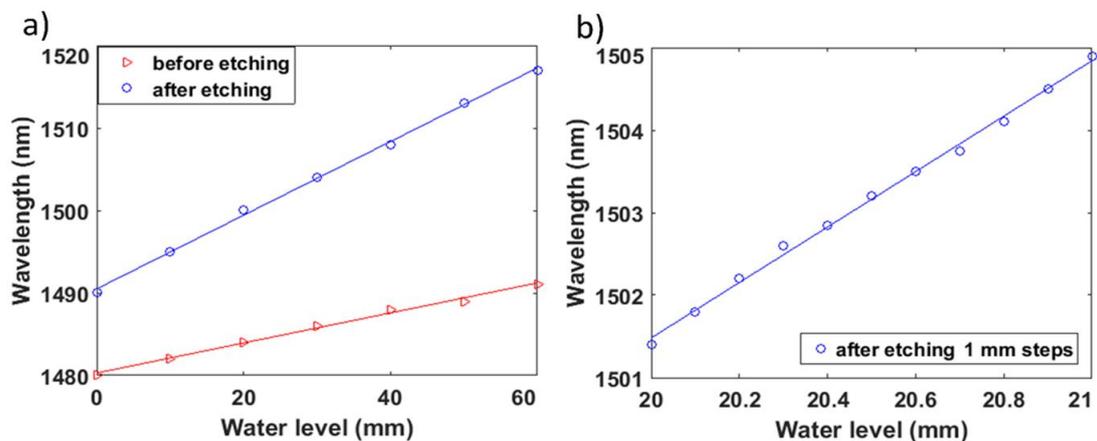


Fig. 2.11: Respuesta del sensor a los cambios de nivel, a) comparación entre el sensor antes (color rojo) y después (color azul) del etching, b) desplazamiento frente a cambios de nivel de 1mm.

2.5.2.4 Sensibilidad cruzada.

Para analizar la sensibilidad cruzada del sensor de nivel respecto a la temperatura e índice de refracción del medio, se le realizaron dos pruebas, las cuales se muestran en la Fig. 2.12. En estos casos solo se analiza el cambio de longitud de onda. No obstante, el rendimiento en función de la fase sería similar.

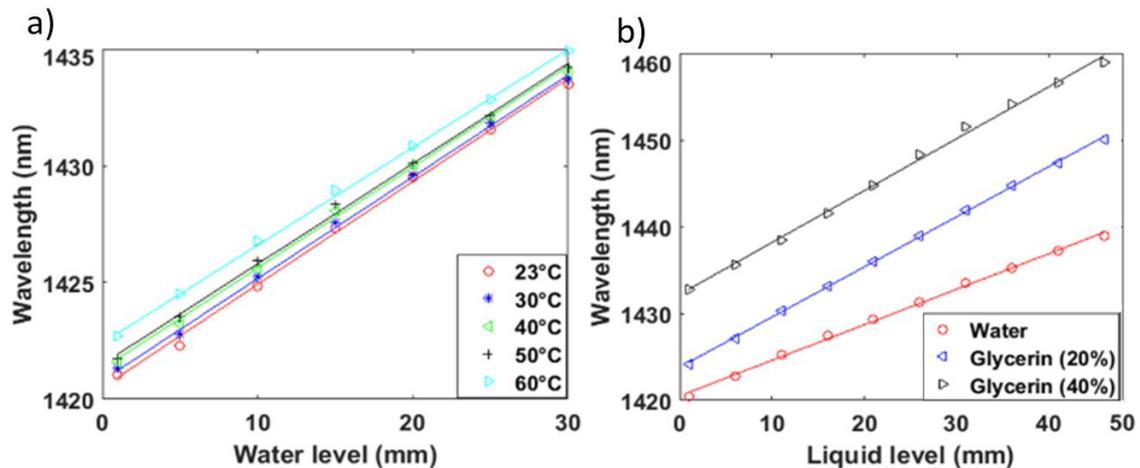


Fig. 2.12: Resultado de las pruebas de referencias cruzadas, a) desplazamiento frente a variaciones de temperatura, b) desplazamiento frente a cambios de índice de refracción.

Para la primera prueba se incrementó la temperatura del agua en un rango de entre 23°C y 60°C en pasos de 10°C. La pendiente del sensor en función del nivel de líquido fue constante y la variación con respecto a la temperatura fue de 36 pm/°C, como se muestra en la Fig. 2.12 a). Este comportamiento, independiente del nivel de líquido, indica que la sensibilidad se debe principalmente a la dilatación del sensor. En este sentido, es importante indicar que el sensor fue pegado a un soporte plástico, con un coeficiente de dilatación mayor que la sílice, lo que sugiere que con un material con una menor dilatación la sensibilidad cruzada a la temperatura podría reducirse.

En cuanto a la sensibilidad cruzada con el índice de refracción Fig. 2.12 b), el sensor se sumergió en diferentes soluciones de glicerol en agua (0%, 20% y 40% respectivamente), correspondiéndose con índices de refracción 1.333, 1.352 y 1.382. Dado que la variación máxima de agua a glicerol 40% es 21 nm, se puede decir que la sensibilidad al índice de refracción en el rango de índice de refracción 1.333-1.382 es 344.2 nm/unidad de índice de refracción (nm/RIU). Esta sensibilidad indica la posibilidad de que la variación del índice de refracción del agua en función de la temperatura pueda desempeñar un papel en el cambio de longitud de onda observado en la Fig. 2.12 a) en función de la temperatura. Sin embargo, el índice de refracción del agua disminuye a medida que aumenta la temperatura [27], lo que debería conducir a un

cambio de longitud de onda hacia el azul en función de la temperatura, contrario al efecto observado en la Fig. 2.12 b). Además, al seleccionar un material diferente para el soporte de plástico que mantiene la fibra recta, podría ser posible contrarrestar ambos efectos y reducir la sensibilidad a la temperatura.

2.5.2 Sensor de Vacío.

Un alto número de aplicaciones industriales, sanitarias y científicas requieren del control de las condiciones de vacío para funcionar correctamente [28]. Este tipo de dispositivo electrónico suele tener un uso limitado en entornos hostiles, donde las ventajas de los sensores de fibra óptica, en particular su inmunidad a los campos electromagnéticos y su tamaño, los hacen más ventajosos. En este sentido se han desarrollado una variedad de estructuras de fibra óptica, entre las que se pueden encontrar los interferómetros de Fabry-Pèrot [29] y las Redes de Bragg de Fibra (FBG) [30], [31].

En este capítulo se presentan dos transductores ópticos (D1 y D2) para mediciones de presión de vacío utilizando una estructura SMS, ya conocida. Después de efectuarle un *etching* se les adiciona una capa de recubrimiento de polidimetilsiloxano (PDMS), material que se comporta de manera sensible a varios parámetros como la deformación [3], [13], [32], [33], la temperatura [7], y el índice de refracción [34].

Debido a las propiedades elásticas del PDMS, la presión de vacío actúa de manera tal que produce una expansión del material como resultado del aire atrapado en la capa, modificando así su índice de refracción y, en menor medida, induciendo deformaciones en la fibra.

Por otro lado, la capacidad de deformación del recubrimiento bajo condiciones de presión y, por tanto, la sensibilidad del sensor, puede verse afectado por el empleo de diferentes copolímeros de PDMS, debido a los cambios de sus propiedades elásticas, la temperatura de secado o la adición de un disolvente como el tolueno después de la etapa de mezcla [35].

2.5.2.1 Proceso de Fabricación.

Se fabricaron y probaron dos dispositivos diferentes. La diferencia entre los dispositivos D1 y D2 radicó en sus diferentes longitudes de SMS, los diámetros finales de las fibras y el PDMS utilizado como recubrimiento. El primer sensor fabricado (D1) poseía una longitud de 15 mm, mientras que el segundo (D2) tenía una longitud de 6 mm. Después de fabricados se sometieron a un proceso de *etching* hasta reducir sus diámetros a 30 μm y 20 μm respectivamente. Este proceso fue monitorizado constantemente, lo que facilitó detenerlo en el momento en el cual el espectro óptico se volvió periódico, ya que este comportamiento facilita un posterior análisis en fase.

Posteriormente, la estructura resultante se unió a un soporte y se le agregó la capa de PDMS. Los espectros experimentales se muestran en la Fig. 2.13 a).

Se utilizaron dos marcas diferentes de PDMS, cada una con una resistencia a la tracción diferente: Sylgard 184 [36] y RTV-615 [37]. Ambos PDMS se prepararon de igual forma, mezclando la base de elastómero con el agente de curado en una proporción de 10:1. Después de esto, la mezcla se disolvió en tolueno en una proporción de 2:1, para obtener una solución con menor viscosidad, lo que permite proporcionar un mayor control en una posterior etapa sobre el espesor y la forma del revestimiento obtenido por inmersión. Tanto el proceso de inmersión como el de retirada se realizaron de forma manual y lo más lento posible considerando suficiente una inmersión por cada sensor fabricado.

Debido a la adición de una capa de un índice de refracción más alto que el agua (según el fabricante el índice de refracción del Sylgard 184 tiene un valor de 1.403 [36], mientras que el del RTV615 es de 1.406 [36]), el espectro se desplaza hacia el rojo, como se puede observar en la Fig. 2.13.

Inmediatamente después del recubrimiento se procedió al curado, sometiendo el dispositivo a una temperatura de 100°C y presión atmosférica durante una hora, hasta lograr el completo secado de esta. El espesor final del recubrimiento obtenido estuvo entre 5 y 16 μm . Al ser este igual o superior a los 5 μm , se pueden considerar como un medio infinito, debido a que la capa obtenida es mayor que la profundidad de penetración del campo evanescente Fig. 2.14.

Como se puede observar en la Fig. 2.13 a), el espectro final del dispositivo de 15 mm de longitud muestra un pico de 6,5 dB y un *Full Width at Half Maximum* (FWHM) de 10 nm, con lo indica un factor de calidad (Q) de 0.65, mientras que el dispositivo de 6 mm de longitud, tiene una profundidad de 14 dB y un FWHM de 13 nm, lo que da un mejor factor Q de 1.07. Además, el rango espectral libre (FSR) del dispositivo más corto, 90 nm, es mayor que el del dispositivo más largo, 30 nm, lo que facilita la medición.

Ambas estructuras sensoras fueron simuladas (Fig. 2.13 b). El dispositivo con una sección MMF más larga (15 mm) y un diámetro mayor tiene un espectro con picos más definidos y un mejor factor Q y FSR, mientras que el dispositivo más pequeño (6 mm) tiene un espectro casi sinusoidal.

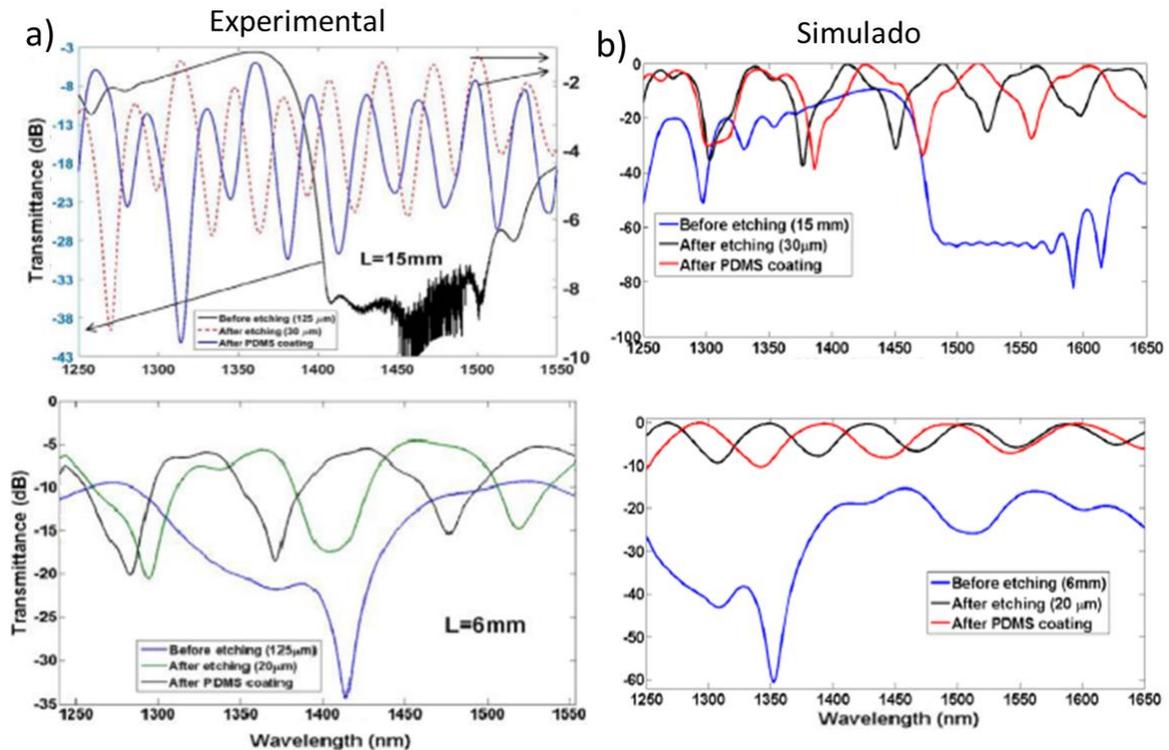


Fig. 2.13: Espectros de las estructuras SMS para vacío D1 de 15 mm y D2 de 6 mm de longitud a) experimental b) simulados.

Como se puede observar en la Fig. 2.13 b), el espectro simulado para el dispositivo con una longitud de 15 mm muestra un pico máximo de 30 dB de amplitud (en comparación con 10 dB en el caso experimental), un *FWHM* de 2 nm (10 nm para el caso real) y una *FSR* de 86 nm (30 nm experimentalmente). Por otro lado, se pueden encontrar diferencias importantes con respecto a los datos experimentales, específicamente en la amplitud y los valores de *FSR*. Estas diferencias se pueden atribuir al índice de refracción del PDMS simulado, que puede tener un pequeño coeficiente de extinción que no se ha tenido en cuenta. También es importante señalar que en los resultados simulados se asumió que el espesor de la capa de PDMS era uniforme, aunque en realidad no era así.

El dispositivo de 6 mm de longitud muestra una mejor concordancia entre los resultados experimentales y simulados. Aquí, la amplitud fue de 10 dB frente a los 14 dB obtenidos experimentalmente, la *FWHM* fue de 28 nm (en comparación con 13 nm) y la *FSR* fue de 100 nm (mientras que experimentalmente fue de 90 nm). Esta mejor concordancia entre los datos experimentales y simulados se puede atribuir al recubrimiento más homogéneo debido a la menor longitud del dispositivo y a las diferencias en las propiedades del material, como su viscosidad (3500 cPs para Sylgard; 4000 cPs para RTV615) y resistencia a la tracción (71 frente a 65 kg/cm²).

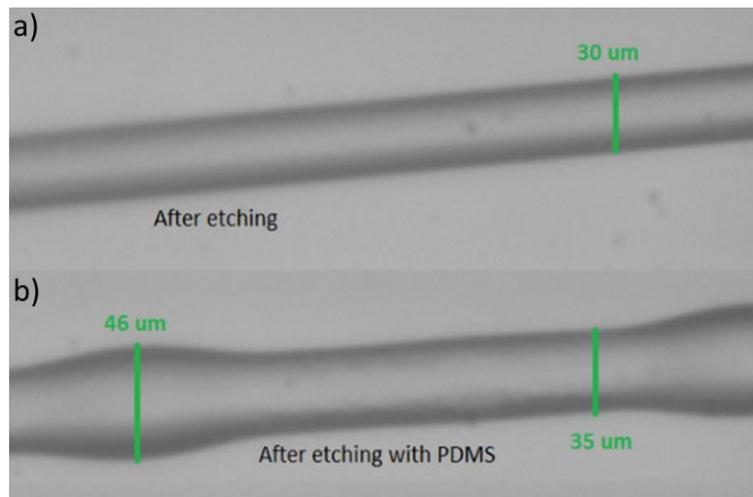


Fig. 2.14: Imagen del microscopio de la estructura SMS, a) diámetro de la fibra después del etching, b) diámetro de la fibra después del recubrimiento con PDMS.

Debido a la viscosidad del PDMS, se generan un grupo de elevaciones casi periódicas en la superficie de la fibra (ver Fig. 2.14 b), aunque este aspecto es irrelevante debido a que el espesor de la capa obtenida se puede considerar como un medio infinito al ser de un mínimo de $5 \mu\text{m}$. En este sentido, su uniformidad puede ser mejorada utilizando tolueno como disolvente. Sin embargo, proporciones más altas de disolvente pueden tener influencia sobre la sensibilidad.

2.5.2.2 Resultados Experimentales.

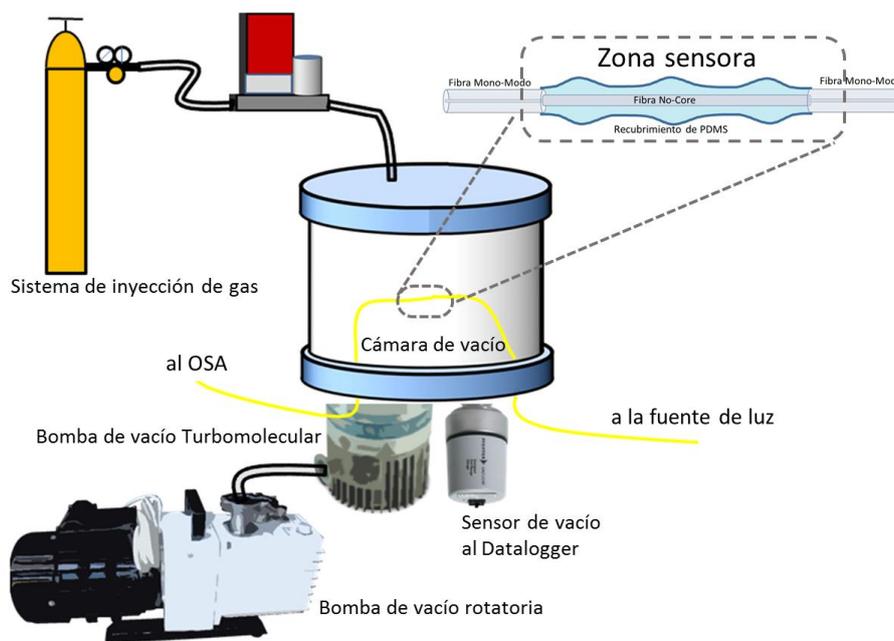


Fig. 2.15: Montaje experimental utilizado en las pruebas del sensor de vacío.

El equipo experimental utilizado para la caracterización de este dispositivo (que se muestra en la Fig. 2.15) fue una configuración en transmisión, que constaba de una fuente de luz y un analizador de espectro óptico.

El sensor se colocó dentro de una cámara de vacío preparada con conexiones para fibra óptica. Dicha cámara posee dos bombas, una rotatoria para bajas presiones y otra turbomolecular para presiones de vacío más altas. La presión se registró utilizando un dispositivo Pfeiffer PKR251, que consta de un sensor Pirani del tipo logarítmico.

2.5.2.3 Medición de la presión de vacío

El procedimiento utilizado para caracterizar los sensores de presión fue el siguiente. Se pone en marcha la bomba de vacío rotativa, y luego es necesario esperar hasta que la presión descienda a 3×10^{-1} mbar. Posteriormente se enciende la bomba turbomolecular hasta lograr que la presión de vacío alcance casi 1×10^{-3} mbar. Para volver a la presión atmosférica, las bombas de vacío se apagan en orden inverso y se utiliza un flujo de gas para finalmente recuperar el estado inicial. Para mediciones ópticas más rápidas, se redujo el rango del espectro óptico y las mediciones se realizaron alrededor de los 1310 nm.

2.5.2.4 Dispositivo D1

En la Fig. 2.16 se muestra la respuesta dinámica del sensor de vacío de fibra óptica a medida que cambia la presión. Los cambios en la longitud de onda del interferómetro siguen los cambios en la presión registrada por el sensor comercial. A partir de un análisis de esta figura, se puede observar que este sensor tiene una buena reversibilidad y una alta estabilidad. También se puede ver que hay un pico cuando se enciende la bomba rotativa, que también está presente para el sensor comercial. Finalmente, está claro que el alcance de este sensor es menor que el del sensor comercial.

Debido al hecho de que modificar la presión de vacío en la cámara no es un proceso inmediato, sumado a que el sensor comercial tiene un comportamiento logarítmico, no fue posible calcular el tiempo de respuesta exacto del sensor de fibra desarrollado, por lo que se realizó una comparación de los tiempos de respuesta de ambos sensores utilizando sus respectivas pendientes y sus rangos dinámicos.

Se puede observar en la Fig. 2.16 a) que el sensor de fibra óptica tiene una pendiente de 0.04 nm/s y un incremento de 3.1 nm, mientras que el medidor Pirani tiene una pendiente de 0.0183 mbar/s y un incremento de 2.2477 mbar. Los datos anteriores conducen a una velocidad relativa de 0.0129 s^{-1} y 0.0082 s^{-1} para el sensor de fibra óptica y el medidor Pirani respectivamente, lo que significa que el sensor de fibra óptica es un 50% más rápido que el medidor Pirani.

En la Fig. 2.16 b), se muestra el cambio de longitud de onda en función de la presión de vacío. Se puede observar que la longitud de onda de la resonancia se desplaza hacia el azul a medida que disminuye la presión. Se obtiene una mayor sensibilidad en el rango de 0.3 a 0.01 mbar, donde el dispositivo muestra un comportamiento lineal con una sensibilidad de 11.43 nm/mbar o 2.1744 nm/log(mbar). A presiones mayores o menores, la capa de PDMS no sufre la misma deformación y cambios en el índice de refracción, por lo que la sensibilidad se reduce.

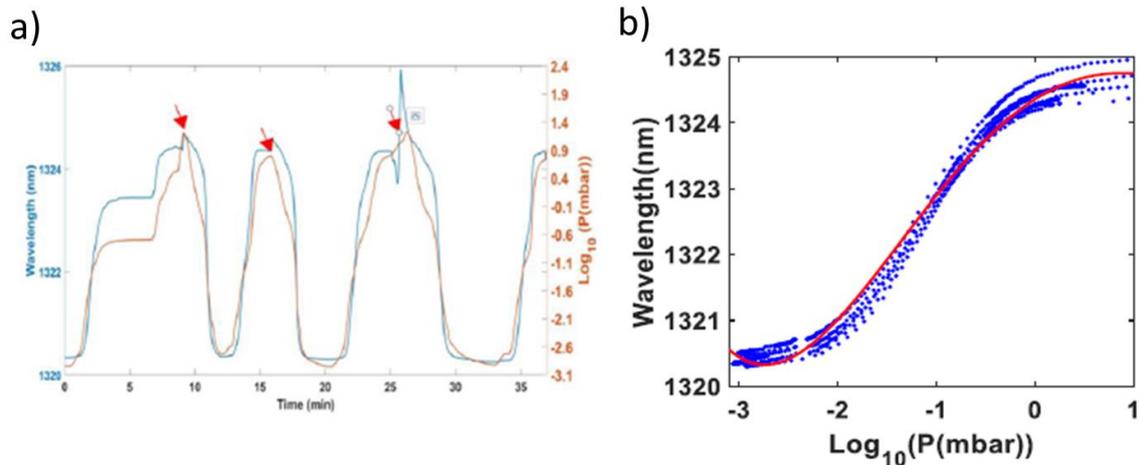


Fig. 2.16: Gráfico de la respuesta de D1 frente a cambios de presión de vacío, a) respuesta lineal, b) desplazamiento de longitud de onda en función de la presión de vacío (la línea roja es el ajuste de polinomio de cuarto grado).

2.5.2.5 Dispositivo D2

En el dispositivo final, D2, el diámetro del segmento de MMF fue posible reducirlo hasta las 20 μm , sabiendo que es un factor que permite aumentar la sensibilidad. La respuesta dinámica de este otro dispositivo se muestra en la Fig. 2.17. Al igual que el sensor anterior (D1), este muestra una buena reversibilidad.

De forma similar a la empleada para el sensor D1, se calculó el tiempo de respuesta del dispositivo D2 y se realizó una comparación con el dispositivo anterior. Se muestra que el sensor D2 tiene una respuesta dos veces más rápida que D1. Además, se puede ver que este dispositivo posee un rango dinámico mayor. El desplazamiento en longitud de onda alcanza valores de 12 nm, dando sensibilidades de 35 nm/mbar o 5.5723 nm/log(mbar). Estos valores se pueden extraer de la pendiente máxima de la curva de la Fig. 2.17 a), que se puede utilizar para caracterizar este dispositivo. Al igual que para D1, el rango de presión es limitado.

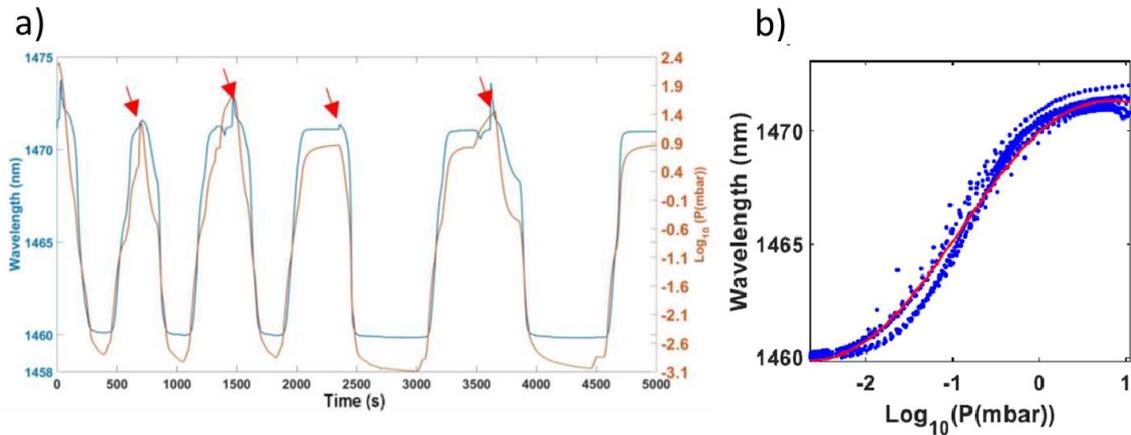


Fig. 2.17: Gráfico de la respuesta de D2 frente a cambios de presión de vacío, a) respuesta lineal, b) desplazamiento de longitud de onda en función de la presión de vacío (la línea roja es el ajuste de polinomio de cuarto grado).

2.5.2.6 Comparación entre los sensores D1 y D2.

En la Fig. 2.18 se muestran los gráficos comparativos donde se representan los resultados de la caracterización de los dispositivos D1 y D2. En la Fig. 2.18 a) se puede observar que la sensibilidad del dispositivo D1 (rojo) es casi tres veces menor que la del sensor D2 (azul), siendo este último el de un diámetro menor con un factor de mejora de aproximadamente 1.5 veces.

Dado que la sensibilidad de estos dispositivos cambia de forma lineal con el logaritmo decimal de la presión, se puede calcular la sensibilidad experimental, que viene siendo de 2.17 nm/log(mbar) para el dispositivo D1 y de 5.57 nm/log(mbar) para el dispositivo D2, considerando solamente la respuesta en la zona lineal del gráfico, como se muestra en la Fig. 2.18 b).

El desplazamiento en longitud de onda obtenido para el sensor D1 (30 μm , 15 mm y PDMS SYLGARD184) fue de unos 4 nm, mientras que para el dispositivo D2 (20 μm , 6 mm y PDMS RTV615) este desplazamiento fue de 11 nm.

En conclusión, podemos observar que en general se presenta una mejora del sensor D2 con respecto al D1 de un factor cercano a 3, valor que es mayor al esperado en función de la reducción del diámetro: 1.5 obtenido de dividir 30 entre 20 μm . Estos resultados inducen a pensar que existen otros factores además de la reducción de diámetro que permiten incrementar la sensibilidad de este sensor; siendo probable que entre estos se encuentren las propiedades mecánicas del material depositado.

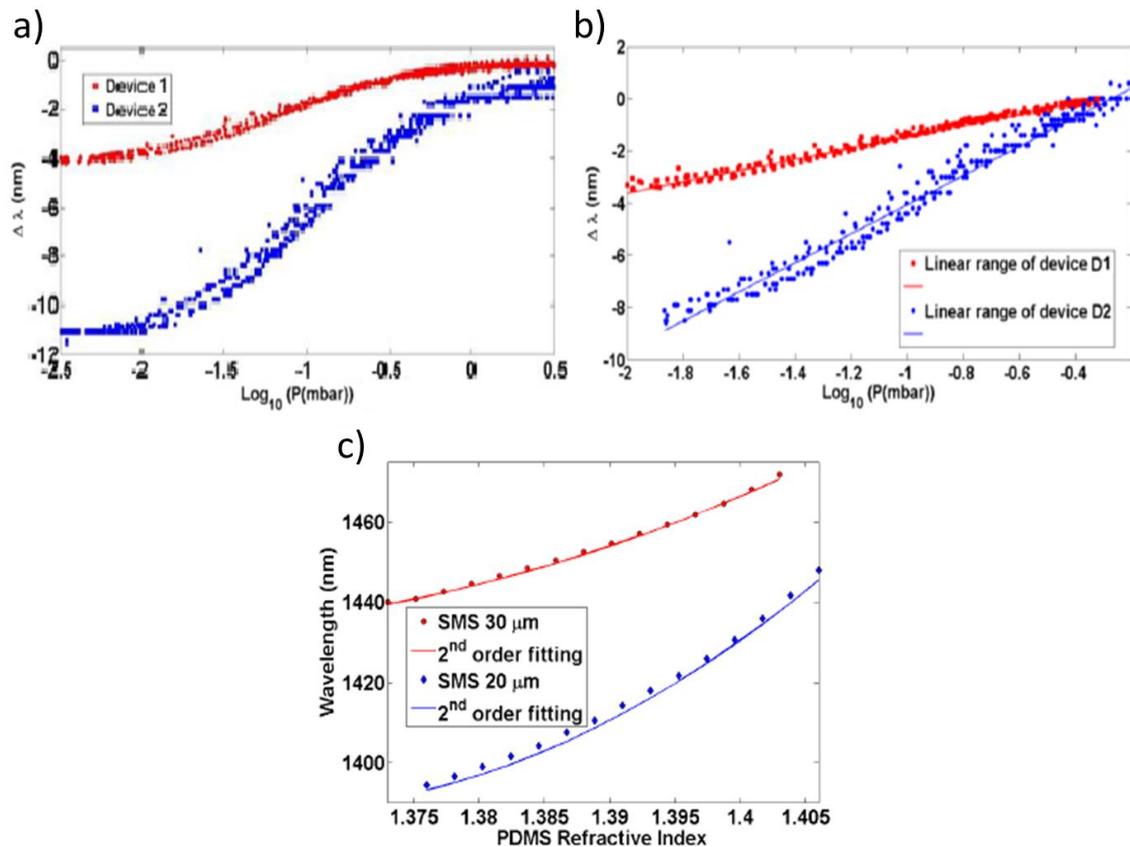


Fig. 2.18: Comparación de los resultados de la caracterización de D1 (rojo) y D2 (azul), a) desplazamiento de longitud de onda respecto a la presión de vacío, b) desplazamiento de longitud de onda limitado al rango lineal, c) Desplazamientos de longitud de onda teóricos para diferentes índices de refracción.

2.6 Conclusiones.

Se desarrollaron cuatro dispositivos sensores de fibra óptica utilizando una estructura de interferómetro modal SMS estrechado. Esta estructura fue elegida por su simplicidad de fabricación y por su sensibilidad a los cambios en la deformación y el índice de refracción.

El proceso de estrechamiento mediante ataque químico de una estructura SMS, ha sido monitorizado constantemente y se han podido observar dos modos de operación en el espectro óptico. El primer modo, antes del estrechamiento, es el denominado “banda de autoimagen”, mientras que el segundo es un “espectro periódico”. Este último modo de funcionamiento se obtiene una vez finalizado el *etching*. En consecuencia, con el espectro periódico, se obtienen dos ventajas al mismo tiempo: un aumento de la sensibilidad gracias a la reducción del diámetro y la posibilidad de rastrear el sensor tanto en longitud de onda como en fase. Como ejemplo del rendimiento para el segundo modo de funcionamiento, se han analizado varios sensores con diámetros de entre 50 μm y 20 μm .

En todos los casos se produce una mejora de la sensibilidad proporcional a la reducción del diámetro. Esto sugiere la posibilidad de obtener dispositivos más sensibles reduciendo

suavemente su diámetro. Además de esto, se ha demostrado que el cambio de fase de la frecuencia fundamental sigue la misma tendencia que el cambio de longitud de onda para el caso del sensor de nivel.

Para los sensores de presión de vacío presentados se puede concluir que las propiedades elásticas del PDMS utilizado influyen en la sensibilidad de los dispositivos, su rango de medición y el tiempo de respuesta. Por otro lado, el uso de tolueno en mayores proporciones o el recubrimiento del PDMS por otros métodos puede mejorar el control del espesor y las propiedades morfológicas del recubrimiento.

2.7 Bibliografía.

- [1] W. S. Mohammed, P. W. E. Smith, and X. Gu, "All-fiber multimode interference bandpass filter," *Opt. Lett.*, vol. 31, no. 17, p. 2547, Sep. 2006, doi: 10.1364/ol.31.002547.
- [2] J. E. Antonio-Lopez, A. Castillo-Guzman, D. A. May-Arrijoja, R. Selvas-Aguilar, and P. LiKamWa, "Tunable multimode-interference bandpass fiber filter," *Opt. Lett.*, vol. 35, no. 3, p. 324, Feb. 2010, doi: 10.1364/ol.35.000324.
- [3] A. Mehta, W. Mohammed, and E. G. Johnson, "Multimode interference-based fiber-optic displacement sensor," *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 15, no. 8, pp. 1129–1131, Aug. 2003, doi: 10.1109/LPT.2003.815338.
- [4] Q. Wu, Y. Semenova, A. M. Hatta, P. Wang, and G. Farrell, "Single-mode-multimode-single-mode fiber structures for simultaneous measurement of strain and temperature," *Microw. Opt. Technol. Lett.*, vol. 53, no. 9, pp. 2181–2185, Sep. 2011, doi: 10.1002/mop.26205.
- [5] Q. Wu, Y. Semenova, P. Wang, and G. Farrell, "High sensitivity SMS fiber structure based refractometer – analysis and experiment," *Opt. Express*, vol. 19, no. 9, p. 7937, Apr. 2011, doi: 10.1364/oe.19.007937.
- [6] V. I. Ruiz-Pérez, M. A. Basurto-Pensado, P. LiKamWa, J. J. Sánchez-Mondragón, and D. A. May-Arrijoja, "Fiber optic pressure sensor using multimode interference," in *Journal of Physics: Conference Series*, Jan. 2011, vol. 274, no. 1, p. 012025, doi: 10.1088/1742-6596/274/1/012025.
- [7] S. Silva *et al.*, "Ultrahigh-sensitivity temperature fiber sensor based on multimode interference," *Appl. Opt.*, vol. 51, no. 16, pp. 3236–3242, Jun. 2012, doi: 10.1364/AO.51.003236.
- [8] L. B. Soldano and E. C. M. Pennings, "Optical Multi-Mode Interference Devices Based on Self-Imaging: Principles and Applications," *J. Light. Technol.*, vol. 13, no. 4, pp. 615–627, 1995, doi: 10.1109/50.372474.
- [9] C. R. Biazoli, S. Silva, M. A. R. Franco, O. Frazão, and C. M. B. Cordeiro, "Multimode interference tapered fiber refractive index sensors," *Appl. Opt.*, vol. 51, no. 24, pp. 5941–5945, Aug. 2012, doi: 10.1364/AO.51.005941.
- [10] G. Agrawal, *Nonlinear Fiber Optics*. Elsevier Inc., 2006.
- [11] I. Del Villar, A. B. Socorro, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Optimization of sensors based on multimode interference in single-mode-multimode-single-mode

- structure," *J. Light. Technol.*, vol. 31, no. 22, pp. 3460–3468, 2013, doi: 10.1109/JLT.2013.2283943.
- [12] I. Del Villar, J. Goni, A. Vicente, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Etched and Nanocoated Single-Mode Multimode Single-Mode (SMS) Fibers for Detection of Wind Turbine Gearbox Oil Degradation," *J. Light. Technol.*, vol. 37, no. 18, pp. 4665–4673, Sep. 2019, doi: 10.1109/JLT.2019.2915966.
- [13] Q. Wu, Y. Semenova, P. Wang, A. M. Hatta, and G. Farrell, "Experimental demonstration of a simple displacement sensor based on a bent single-mode-multimode-single-mode fiber structure," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 22, no. 2, p. 25203, Jan. 2011, doi: 10.1088/0957-0233/22/2/025203.
- [14] A. B. Socorro *et al.*, "Fiber-Optic Immunosensor Based on an Etched SMS Structure," *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 23, no. 2, pp. 314–321, Mar. 2017, doi: 10.1109/JSTQE.2016.2633819.
- [15] I. Del Villar, A. B. Socorro, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Refractometric sensors based on multimode interference in a thin-film coated single-mode–multimode–single-mode structure with reflection configuration," *Appl. Opt.*, vol. 53, no. 18, p. 3913, Jun. 2014, doi: 10.1364/ao.53.003913.
- [16] I. H. Malitson, "Interspecimen Comparison of the Refractive Index of Fused Silica," *JOSA, Vol. 55, Issue 10, pp. 1205-1209*, vol. 55, no. 10, pp. 1205–1209, Oct. 1965, doi: 10.1364/JOSA.55.001205.
- [17] A. B. Socorro, I. Del Villar, I. R. Matias, J. M. Corres, J. F. Botero-Cadavid, and Y. Cardona-Maya, "Wavelength and Phase Detection Based SMS Fiber Sensors Optimized With Etching and Nanodeposition," *J. Light. Technol. Vol. 35, Issue 17, pp. 3743-3749*, vol. 35, no. 17, pp. 3743–3749, Sep. 2017, Accessed: Apr. 08, 2021. [Online]. Available: <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?uri=jlt-35-17-3743>.
- [18] A. B. Socorro, I. Del Villar, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Mode transition in complex refractive index coated single-mode–multimode–single-mode structure," *Opt. Express*, vol. 21, no. 10, p. 12668, May 2013, doi: 10.1364/oe.21.012668.
- [19] B. Kumar, G. Rajita, and N. Mandal, "A Review on Capacitive-Type Sensor for Measurement of Height of Liquid Level," *Meas. Control*, vol. 47, no. 7, pp. 219–224, Sep. 2014, doi: 10.1177/0020294014546943.
- [20] B. Zhang *et al.*, "A liquid level measurement technique outside a sealed metal container based on ultrasonic impedance and echo energy," *Sensors (Switzerland)*, vol. 17, no. 1, Jan. 2017, doi: 10.3390/s17010185.
- [21] H. K. Singh, S. K. Chakroborty, H. Talukdar, N. M. Singh, and T. Bezboruah, "A New Non-Intrusive optical technique to measure transparent liquid level and volume," *IEEE Sens. J.*, vol. 11, no. 2, pp. 391–398, 2011, doi: 10.1109/JSEN.2010.2068543.
- [22] D. Sengupta and P. Kishore, "Continuous liquid level monitoring sensor system using fiber Bragg grating," *Opt. Eng.*, vol. 53, no. 1, p. 017102, Jan. 2014, doi: 10.1117/1.OE.53.1.017102.
- [23] S. Khaliq, S. W. James, and R. P. Tatam, "Fiber-optic liquid-level sensor using a long-period grating," *Opt. Lett.*, vol. 26, no. 16, p. 1224, Aug. 2001, doi: 10.1364/ol.26.001224.
- [24] X. Liu, X. Zhang, Y. Liu, Z. Liu, and W. Peng, "Multi-point fiber-optic refractive index sensor by using coreless fibers," *Opt. Commun.*, vol. 365, pp. 168–172, Apr. 2016, doi: 10.1016/j.optcom.2015.10.071.

- [25] J. E. Antonio-Lopez, J. J. Sanchez-Mondragon, P. LiKamWa, and D. A. May-Arriola, "Fiber-optic sensor for liquid level measurement," *Opt. Lett.*, vol. 36, no. 17, p. 3425, Sep. 2011, doi: 10.1364/ol.36.003425.
- [26] I. Del Villar, J. L. Cruz, A. B. Socorro, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Sensitivity optimization with cladding-etched long period fiber gratings at the dispersion turning point," *Opt. Express*, vol. 24, no. 16, p. 17680, Aug. 2016, doi: 10.1364/oe.24.017680.
- [27] A. N. Bashkatov and E. A. Genina, "Water refractive index in dependence on temperature and wavelength: a simple approximation," *Opt.* 2003, pp. 393–395, doi: 10.1117/12.518857.
- [28] P. Roriz, O. Frazão, A. B. Lobo-Ribeiro, J. L. Santos, and J. A. Simões, "Review of fiber-optic pressure sensors for biomedical and biomechanical applications," *J. Biomed. Opt.*, vol. 18, no. 5, p. 050903, May 2013, doi: 10.1117/1.jbo.18.5.050903.
- [29] K. Totsu, Y. Haga, and M. Esashi, "Vacuum sealed ultra miniature fiber-optic pressure sensor using white light interferometry," in *TRANSDUCERS 2003 - 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Digest of Technical Papers*, 2003, vol. 1, pp. 931–934, doi: 10.1109/SENSOR.2003.1215628.
- [30] F. Urban, J. Kadlec, R. Vlach, and R. Kuchta, "Design of a pressure sensor based on optical fiber Bragg grating lateral deformation," *Sensors*, vol. 10, no. 12, pp. 11212–11225, Dec. 2010, doi: 10.3390/s101211212.
- [31] B. McMillen, C. Jewart, M. Buric, K. P. Chen, Y. Lin, and W. Xu, "Fiber Bragg grating vacuum sensors," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, no. 23, pp. 1–3, Dec. 2005, doi: 10.1063/1.2140082.
- [32] R. M. André, C. R. Biazoli, S. O. Silva, M. B. Marques, C. M. B. Cordeiro, and O. Frazão, "Multimode interference in tapered single mode-multimode-single mode fiber structures for strain sensing applications," in *OFS2012 22nd International Conference on Optical Fiber Sensors*, Oct. 2012, vol. 8421, pp. 84213B-84213B–4, doi: 10.1117/12.975167.
- [33] A. M. Hatta, Y. Semenova, Q. Wu, and G. Farrell, "Strain sensor based on a pair of single-mode-multimode-single-mode fiber structures in a ratiometric power measurement scheme," *Appl. Opt.*, vol. 49, no. 3, pp. 536–541, Jan. 2010, doi: 10.1364/AO.49.000536.
- [34] Y. Cardona-Maya, I. Del Villar, A. B. Socorro, J. M. Corres, I. R. Matias, and J. F. Botero-Cadavid, "Wavelength and Phase Detection Based SMS Fiber Sensors Optimized with Etching and Nanodeposition," *J. Light. Technol.*, vol. 35, no. 17, pp. 3743–3749, Sep. 2017, doi: 10.1109/JLT.2017.2719923.
- [35] M. Kim, Y. Huang, K. Choi, and C. H. Hidrovo, "The improved resistance of PDMS to pressure-induced deformation and chemical solvent swelling for microfluidic devices," *Microelectron. Eng.*, vol. 124, pp. 66–75, Jul. 2014, doi: 10.1016/j.mee.2014.04.041.
- [36] The Dow Chemical Company, "SYLGARD™ 184 Silicone Elastomer APPLICATIONS," *Silicone Elastomer Tech. Data Sheet*, no. 11, p. 4, 2017.
- [37] T. D. Sheet, K. Features, and T. P. Properties, "RTV615," vol. 10333, pp. 1–6.

Capítulo 3. Sensores basados en redes de difracción de período largo (LPFG).

3.1 Redes de difracción de período largo.

Las redes de difracción de período largo en fibra, en inglés *long period fiber grating* (LPFG), se han vuelto cada vez más populares en el ámbito de los sensores [1]–[4]. Su principio de funcionamiento consiste en el acoplamiento de luz transmitida por el modo guiado en el núcleo de una fibra monomodo a modos copropagantes guiados por el *cladding* [5]–[7]. Cada uno de estos acoplamientos produce como resultado una resonancia en el espectro en transmisión. El que cada resonancia esté determinada por un modo del *cladding*, hace que las LPG no sean solo sensibles a la tensión y la temperatura como las FBG, sino también al medio externo, por ejemplo, al índice de refracción del medio circundante. Para garantizar que se produzca un acoplamiento de copropagación a los modos del *cladding*, el período debe ser típicamente superior a 100 μm (para una FBG se utilizan periodos de propagación más cortos, en torno a 1 μm).

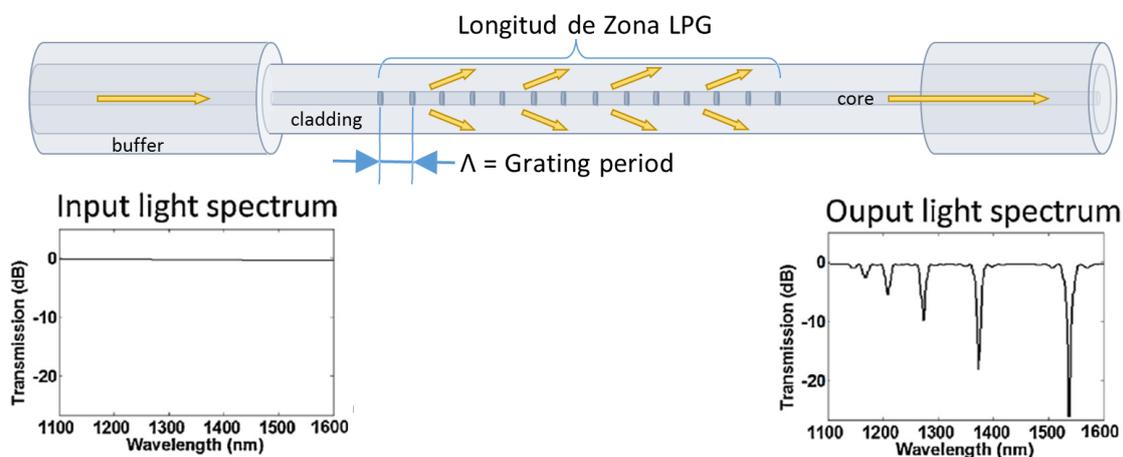


Fig. 3.1: Esquema de una LPFG, indicando sus parámetros y espectros característicos.

Los cambios inducidos en el índice efectivo de los modos del *cladding* por perturbación del índice de refracción del medio circundante conducen a cambios de longitud de onda de las bandas de atenuación creadas en el espectro óptico debido al acoplamiento entre el modo del núcleo y los modos del *cladding* (Fig. 3.1). Esto se ha aprovechado ampliamente en el diseño de sensores químicos y biológicos; por ejemplo, un antígeno, anticuerpo o cualquier especie química que se deposite en la superficie del sensor, afecta al medio que rodea la fibra óptica y, en consecuencia, produce desplazamientos en las bandas de atenuación [1][7][8].

En los sensores químicos y de índice de refracción basados en LPFGs, se pueden combinar tres fenómenos con el objetivo de mejorar la sensibilidad (es decir, mayores cambios de longitud de

onda en función del parámetro a detectar): el *mode transition* [9]–[11], el *dispersion turning point* (DTP) [12], [13] y la reducción del diámetro del *cladding* [14], [15]. La combinación de estos tres efectos permite alcanzar sensibilidades comparables o incluso superiores a las de los sensores de resonancia de plasmón superficial (SPR) [16], [17], lo que posiciona a las LPFGs como una de las plataformas más prometedoras en el campo de los sensores ópticos.

Con un diseño optimizado, teóricamente se pueden alcanzar sensibilidades superiores a 143.000 nm/unidad de índice de refracción (RIU) al considerar el desplazamiento de longitud de onda de las resonancias duales creadas en la región DTP [11]. Sin embargo, la implementación práctica de este diseño es difícil y requiere un alto grado de precisión en el control del diámetro de la fibra óptica y el espesor del nanocoating que debe depositarse sobre la fibra. A pesar de estos desafíos, se han alcanzado de forma experimental sensibilidades de hasta 40.000 nm/RIU para una sola banda en la región DTP [12].

En una reciente publicación, se demostró que, sin la necesidad de un nanocoating, era posible alcanzar una sensibilidad superior a 8000 nm/RIU combinando la reducción del diámetro del *cladding* con un ajuste en el DTP (considerando el desplazamiento de longitud de onda de las resonancias duales creadas en la región DTP) [18].

3.2 Simulación numérica.

Con el fin de comprender mejor los resultados experimentales, se realizaron un grupo de simulaciones utilizando para ello FIMMWAVE. Para emular la técnica punto por punto utilizada en el grabado del *grating* se utilizó una onda cuadrada con una amplitud pico a pico de 0.001 de variación con respecto al índice de refracción del núcleo. Para el cálculo de los modos se empleó el método de diferencias finitas (FDM), ya que es el más preciso disponible para una guía de ondas cilíndrica.

La simulación realizada abarca hasta el último modo que genera una resonancia en el espectro que se monitoriza. De esta forma, para los primeros sensores presentados, se simuló desde el modo LP_{0,1} hasta el modo LP_{0,19}, mientras que, en los segundos, el modo más alto que genera resonancia en el espectro de la zona de telecomunicaciones fue el LP_{0,12}. Estos valores obedecen al caso de una fibra de diámetro 125 μm, es decir, antes de que fuera estrechada.

Por otro lado, la longitud de onda de resonancia de cada banda de atenuación está relacionada con el período de red de difracción según la conocida expresión de adaptación de fase [7]:

$$\lambda = [n_{\text{core}}(\lambda) - n_{\text{clad}}^i(\lambda)] \Lambda \quad (3.1)$$

donde $n_{co}(\lambda)$ es el índice de refracción efectivo del modo de propagación del núcleo a la longitud de onda λ , $n_{clad}^i(\lambda)$ es el índice de refracción efectivo del i -ésimo modo de *cladding* y Λ es el período de la LPFG.

Sin embargo, se puede conseguir una mayor precisión en la estimación de la longitud de onda de resonancia mediante la condición de adaptación de fase modificada [27]:

$$\lambda = \left[n_{core}(\lambda) + \frac{s_0}{k_0} \zeta_{core} - \left(n_{clad}^i(\lambda) + \frac{s_0}{k_0} \zeta_{clad}^i \right) \right] \Lambda \quad (3.2)$$

donde las variables adicionales s_0 , k_0 , ζ_{core} y ζ_{clad}^i son el primer componente de Fourier del perfil de la red, el número de onda del espacio libre, el coeficiente de auto acoplamiento del modo del núcleo y el coeficiente de auto acoplamiento del modo del *cladding*, respectivamente. Estos parámetros permiten mejorar la precisión de la ecuación a la hora de predecir la posición de las bandas de atenuación en el espectro de transmisión [27].

3.3 Mejora de la sensibilidad de una LPFG de baja longitud de onda de corte mediante *etching* del *cladding*.

En este apartado se explora el uso de una LPFG fabricada en una fibra óptica PS750 de Fibercore, con una baja longitud de onda de corte (610-750 nm según el fabricante), lo que permite la operación en longitudes de onda donde el costo de las fuentes de luz y los analizadores de espectro óptico se reduce significativamente. Además, a priori es más interesante este rango si el dispositivo se va a emplear como biosensor (uno de los dominios más desafiantes y donde los sensores de fibra óptica están encontrando un uso cada vez mayor), pues nos alejamos de la zona del infrarrojo, donde pueden empezar a aparecer efectos térmicos.

La configuración experimental utilizada se muestra en la Fig. 3.2. Esta consiste en una fuente de luz de amplio espectro (tungsteno-halógeno) que se conecta a una fibra óptica fotosensible dopada con boro y la luz de salida se monitoriza mediante un espectrómetro en el VIS-NIR.

Se analizaron dos LPFGs diferentes, con períodos de red de difracción de 109 μm una y 118 μm la otra. Estas fueron fabricadas en la Universidad de Cranfield como parte de la colaboración con el Centro de Ingeniería Fotónica liderado por los profesores Stephen James y Ralph P. Tatam.



Fig. 3.2: Configuración experimental utilizada para realizar el etching y las mediciones.

La razón para explorar dos períodos es que, según lo planteado en [19], el período requerido para acceder al DTP depende del orden del modo del *cladding* al que se acopla la luz y, en consecuencia, la longitud de onda a la que se observa el DTP depende de este y, por tanto, del período. Como se verá más adelante, en las fibras ópticas utilizadas en estos experimentos, una LPFG con un período de $109 \mu\text{m}$ permite el acoplamiento al modo del *cladding* $\text{LP}_{0,19}$ en el DTP, mientras que una LPFG con un período de $118 \mu\text{m}$ facilita el acoplamiento al modo $\text{LP}_{0,18}$ en la DTP. Para estrechar las fibras, se utilizó la técnica del *etching*, ya descrita en el capítulo anterior.

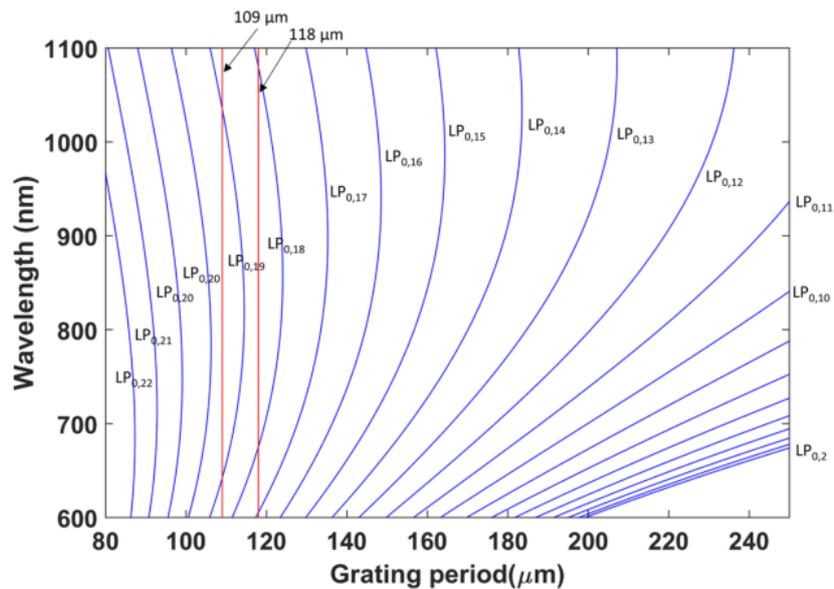


Fig. 3.3: Variación de la longitud de onda de resonancia con el período de la red de difracción. Para un período de $109 \mu\text{m}$, la curva de adaptación de fase $\text{LP}_{0,19}$ se interseca en dos longitudes de onda, mientras que durante un período de $118 \mu\text{m}$ es la curva de adaptación de fase $\text{LP}_{0,18}$ la que interseca en dos longitudes de onda. Esto indica que para ambos períodos el dispositivo opera cerca del DTP.

La selección de los valores 109 μm y 118 μm , se puede comprender mejor a partir de la Fig. 3.3. Los períodos 109 μm y 118 μm cortan las curvas de adaptación de fase en dos longitudes de onda para cada uno de los modos del *cladding* $LP_{0,19}$ y $LP_{0,18}$ respectivamente. De esta manera se pudo analizar el comportamiento para dos órdenes de DTP diferentes.

Primero, se realizó el *etching* a la fibra que contenía la LPFG de 109 μm de período. La Fig. 3.4 a) muestra un mapa de colores que representa la potencia transmitida en función de la longitud de onda y el tiempo de *etching*, mientras que la Fig. 3.4 b) muestra otro mapa de colores con una simulación de la potencia transmitida en función de la longitud de onda y el diámetro del *cladding*. Tanto en los resultados experimentales como en los simulados, las regiones oscuras ilustran el cambio de los DTP para diferentes modos del *cladding* durante el *etching* (desde $LP_{0,19}$ hasta $LP_{0,4}$). El aumento de la pendiente en cada banda muestra que la reducción del diámetro conduce a un aumento de la sensibilidad.

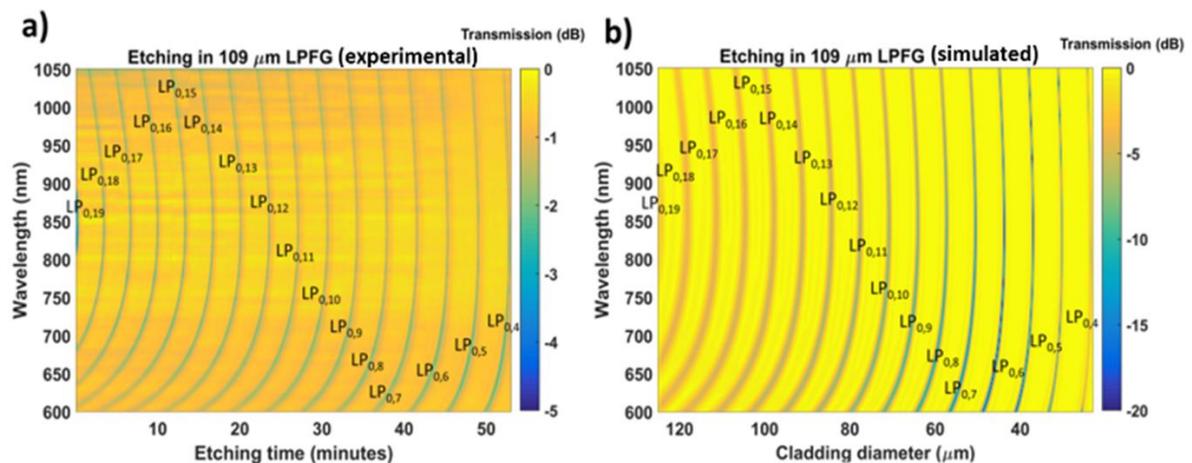


Fig. 3.4: Evolución del espectro de transmisión de una LPFG con un período de 109 μm durante el *etching*: a) experimental (el proceso duró 53 min); b) simulado (basado en el cambio asociado al diámetro de la fibra).

Según las simulaciones realizadas, el diámetro resultante después del *etching* fue de 24 μm . Este valor se obtuvo relacionando la posición de la banda $LP_{0,4}$ tanto en los resultados experimentales como en los simulados (Fig. 3.3). Para corroborar este valor experimentalmente, se realizó el mismo proceso de *etching* a otra fibra óptica durante 50 minutos y se obtuvo un valor similar para el diámetro de la fibra después del *etching*: 25 μm . En la Fig. 3.5 a), se muestra que la relación entre el diámetro original de la fibra de 125 μm y el diámetro final de la fibra después del *etching* es de 5.

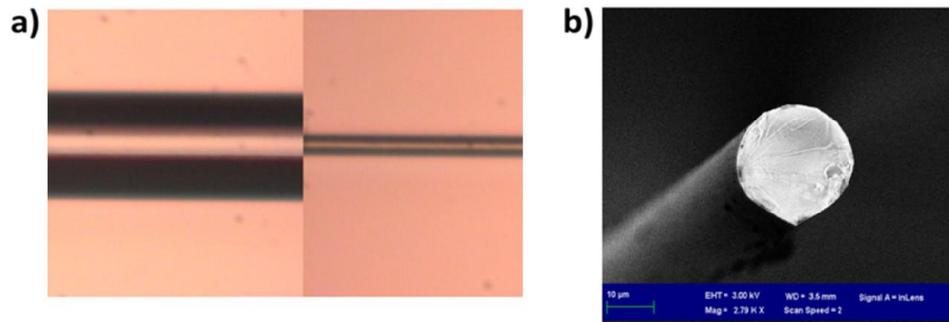


Fig. 3.5: Imagen de microscopio de una fibra de $125\ \mu\text{m}$ con un factor de reducción del diámetro de 5, lo que da como resultado un diámetro final de $25\ \mu\text{m}$; a) antes y después del etching; b) sección transversal de una fibra con etching. Tomado de [20].

Una pregunta importante es por qué la profundidad de las bandas de atenuación aumenta en la simulación (Fig. 3.4 b), mientras que esto no se observó en los datos experimentales (Fig. 3.4 a). La razón se puede encontrar en la forma de la sección transversal de la fibra óptica estrechada, que también se analizó en [20]. La imagen se muestra en la Fig. 3.5 b), para ilustrar la forma de gota de la fibra óptica después del *etching*. Como resultado de esta asimetría, el acoplamiento a los modos de *cladding* se reduce en los experimentos. Este efecto de reducción de la calidad de las bandas de atenuación también se ha observado en LPFGs que operan en la banda de telecomunicaciones [21].

La sensibilidad de la LPFG después del *etching* a los índices de refracción circundantes en la región del agua se determinó analizando, como se muestra en la Fig. 3.6, los cambios de longitud de onda de las bandas de atenuación en dos soluciones diferentes: agua (1.333) y glicerol en agua (1.339). El cambio de longitud de onda de cada banda de resonancia fue de 8 nm, obteniéndose una sensibilidad de cada banda de $1333\ \text{nm}/\text{RIU}$.

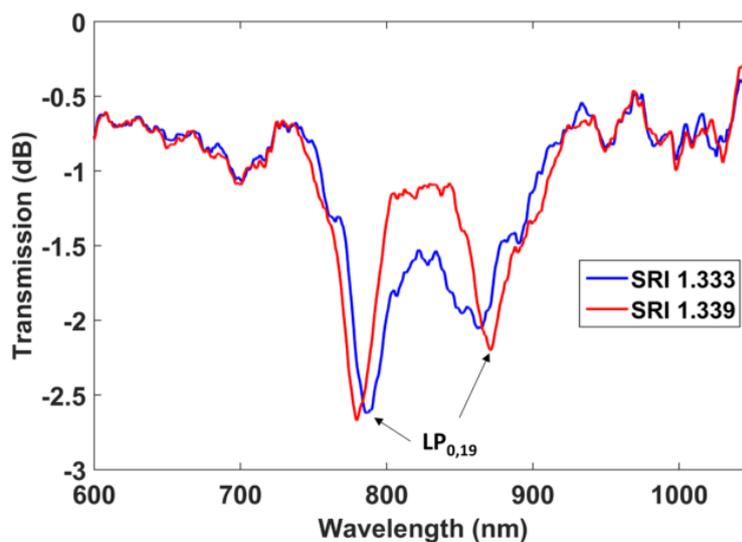


Fig. 3.6: Espectro de transmisión de la LPFG de período $109\ \mu\text{m}$ después del etching sumergida en soluciones de índices de refracción 1.333 y 1.339.

Sin embargo, algunos autores definen la sensibilidad como la relación entre dos parámetros: el aumento o la disminución de la separación entre la banda izquierda y derecha en la región DTP y la variación del índice de refracción circundante [22], [23].

Usando esta parametrización, la sensibilidad obtenida es de 2667 nm/RIU, la cual es mayor que las obtenidas en LPFGs sintonizadas con DTP en el rango espectral de telecomunicaciones sin reducción del *cladding* (1309 nm/RIU en [22], 1847 nm/RIU en [23], y 944 nm/RIU en [24]), y es un tercio del valor de 8374 nm/RIU obtenido con LPFGs sintonizadas con DTP en el rango espectral de telecomunicaciones con reducción del *cladding* [18]. En todos los casos, la comparación se ha realizado en la región del índice de refracción del agua, que es utilizada en muchas aplicaciones sensoras.

La menor sensibilidad en el último caso se puede explicar porque esta se reduce cuando se trabaja a longitudes de onda más cortas. Sin embargo, es un valor notable considerando el rango de longitud de onda donde opera el dispositivo con la ventaja de usar fuentes ópticas y analizadores de espectro menos costosos. Además, para estas LPFGs existe un mayor número de bandas dentro del espectro, lo que permite ajustar el proceso de *etching* para un mayor número de diámetros diferentes, aumentando la precisión al controlar la sensibilidad, ya que esta depende del diámetro de la fibra.

Después de analizar la LPFG con un período de 109 μm , se utilizó la LPFG con un período de 118 μm , a la cual se le realizó también un *etching* (Fig. 3.7).

El DTP inicialmente observado correspondió a un modo de orden inferior: $LP_{0,18}$. Sin embargo, después someter a *etching* durante 51.5 min, se obtuvo un DTP que corresponde al acoplamiento a $LP_{0,4}$, el mismo modo de *cladding* obtenido con la LPFG de período de 109 μm .

Al contrastar las simulaciones con los resultados experimentales, fue posible calcular el diámetro de la fibra óptica después del grabado: 24.7 μm , similar al diámetro obtenido con el grabado de la LPFG de 109 μm .

Es importante resaltar que el estrechamiento se realizó en dos pasos, con el fin de probar si el proceso puede continuar si el punto de operación no está correctamente sintonizado. Esto se puede observar en la Fig. 3.7 a), donde en el minuto 34, hay un cambio de señal debido a la extracción del sensor de la cubeta y la posterior limpieza e inmersión en la nueva solución de HF. En la Fig. 3.8, se presentan los espectros de transmisión de la LPFG de período de 118 μm , registrados antes y después del *etching*. Estos corresponden a la inmersión en aire (índice de refracción 1) y en glicerol en soluciones acuosas con diferentes índices de refracción: 1.333, 1.3501, 1.3595, 1.3911, 1.4077 y 1.4278.

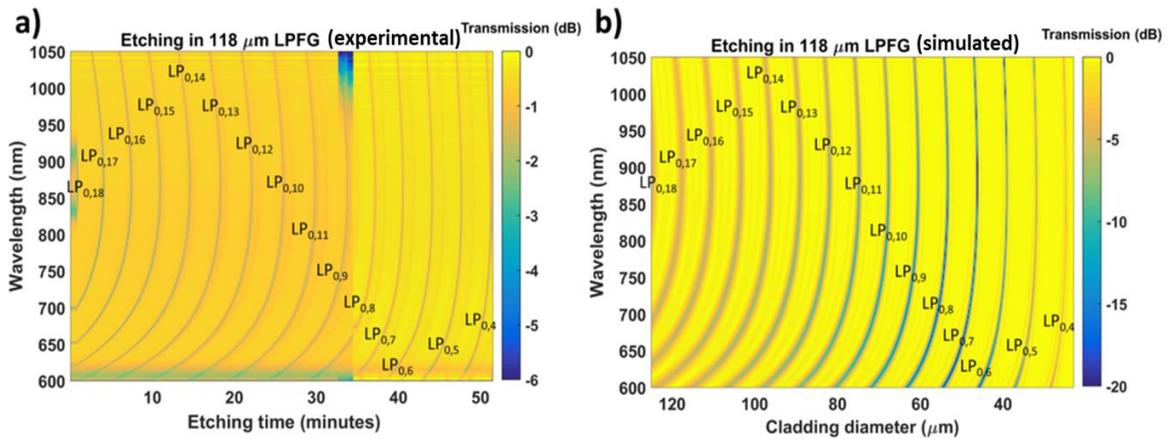


Fig. 3.7: Evolución del espectro de transmisión de una LPFG con un período de 118 μm durante el etching: a) experimental (el proceso duró 51.5 min); b) simulado (basado en el cambio asociado al diámetro de la fibra).

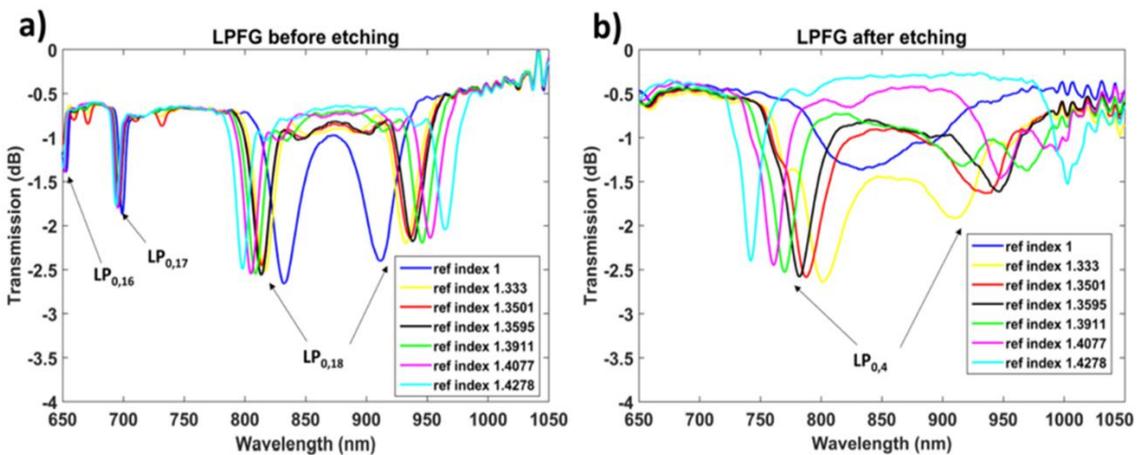


Fig. 3.8: Espectros de transmisión para una LPFG de 118 μm sumergido en diferentes índices de refracción a) LPFG antes del etching; b) LPFG después del etching.

En la Fig. 3.9, se comparan los cambios de longitud de onda de las bandas DTP izquierda y derecha antes y después del *etching*. La sensibilidad inicial fue de 319 nm/RIU en la banda izquierda y 508.9 nm/RIU en la banda derecha, mientras que la sensibilidad después del *etching* fue de 1058.7 nm/RIU en la banda izquierda y de 1552.7 nm/RIU en la banda derecha. En consecuencia, se puede decir que la sensibilidad se mejoró en un factor de más de 3 después del grabado, para una sensibilidad general de 2611.4 nm/RIU, considerando la separación de dos bandas.

El rango del índice de refracción analizado (1.333 – 1.4278) estaba más cerca del índice de refracción de la sílice que el rango analizado en la Fig. 3.6 (1.333 – 1.339). Sin embargo, el valor obtenido es similar. Otra diferencia existente es que las bandas de atenuación están más próximas entre sí (menos de 100 nm en la Fig. 3.6 y más de 100 nm en la Fig. 3.8 b).

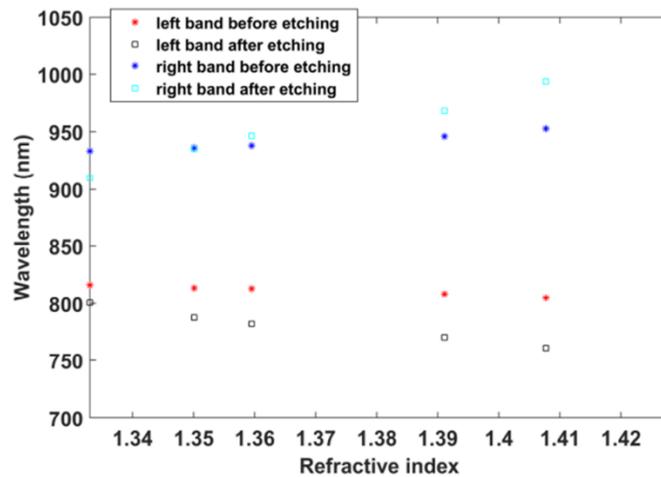


Fig. 3.9: Desplazamiento en longitud de onda de las bandas de atenuación izquierda y derecha antes y después del *etching* en la LPFG de 118 μm .

Otra observación a tener en cuenta es la posición del DTP, que en la Fig. 3.8 b), está centrada en 850 nm, mientras que en la Fig. 3.6, está centrada en 820 nm. Las diferentes longitudes de onda son el resultado de operar con diferentes períodos de red de difracción. Las características de dispersión de los modos en la fibra de longitud de onda de corte baja utilizada aquí permiten un fácil acceso a una serie de DTPs de diferente orden, lo que no es el caso de las LPFGs que operan a longitudes de onda más largas, como las analizadas en [19].

Dos LPFGs con un período de 109 μm , una antes del *etching* y otra después del *etching*, se recubrieron mediante el proceso *layer by layer* para formar sensores de pH [25]. El recubrimiento constó de 6 bicapas compuestas por polielectrolitos alternos de poli (clorhidrato de alilamina) (PAH) y poli (ácido acrílico) (PAA), ambos en una concentración de 10mM y ajustados a pH 4.5 [26].

La decisión de utilizar la LPFG con el período de 109 μm , se basó en dos consideraciones. La primera es que, la banda de resonancia del DTP se centra en una longitud de onda más corta para la LPFG con un período de 109 μm (820 nm en comparación con 850 nm para el LPFG de 118 μm). Según [16], utilizando una combinación de período de red de difracción, estrechamiento y deposición de una película delgada, es difícil controlar las longitudes de onda centrales exactas de las bandas de atenuación. En consecuencia, con un DTP centrado en 850 nm hay más posibilidades de que la banda a longitud de onda más alta se mueva a longitudes de onda superiores a los 1000 nm, fuera ya del rango del espectrómetro (en la Fig. 3.10 se aprecia cómo nos acercamos bastante a ese punto).

Una segunda razón para seleccionar un período de 109 μm es que, como se muestra en la Fig. 3.7, se observó una DTP más durante el proceso de *etching*. En consecuencia, el número de diámetros que se pueden seleccionar para operar en el DTP aumenta en uno.

En la Fig. 3.10 a), se presentan los espectros de transmisión de la LPFG sin *etching* correspondientes a cuatro valores de pH y, como se muestra en la Fig. 3.10 b), se analizaron los mismos valores de pH para la LPFG después del *etching*. Esta vez, el diámetro se estrechó hasta permitir el acceso al LP_{0,10} del DTP. La razón es que, debido a la combinación del fenómeno de transición de modo y la reducción del diámetro, la sensibilidad es tan alta que es difícil ajustar la posición de las bandas de atenuación después del *etching* para que se encuentren dentro del rango de longitud de onda monitorizado con el espectrómetro.

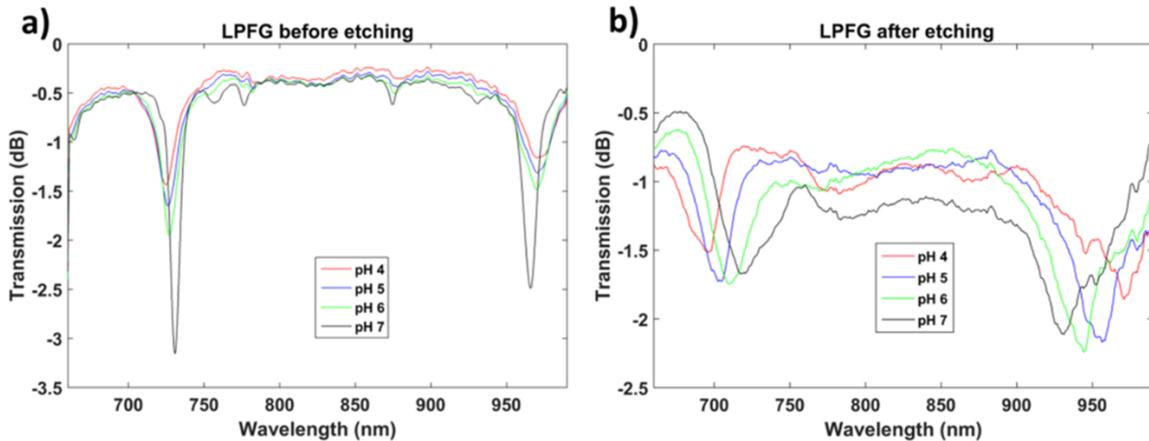


Fig. 3.10: Espectros de transmisión de una LPFG revestida con poli (clorhidrato de alilamina)/poli (ácido acrílico) (PAH/PAA): a) sin *etching* del cladding; b) con *etching* del cladding.

En la Fig. 3.11, los cambios de longitud de onda inducidos por el pH de las bandas de atenuación de los sensores antes y después del *etching*, se comparan con la banda de longitud de onda inferior del DTP. El valor representado es el promedio durante 5 minutos de inmersión en cada pH. El cambio de longitud de onda para la LPFG sin *etching* fue de 2.185 nm/unidad de pH, mientras que, para la LPFG con *etching*, se obtuvo un cambio de longitud de onda de 8.738 nm/unidad de pH, lo que implica una mejora por un factor de 4.

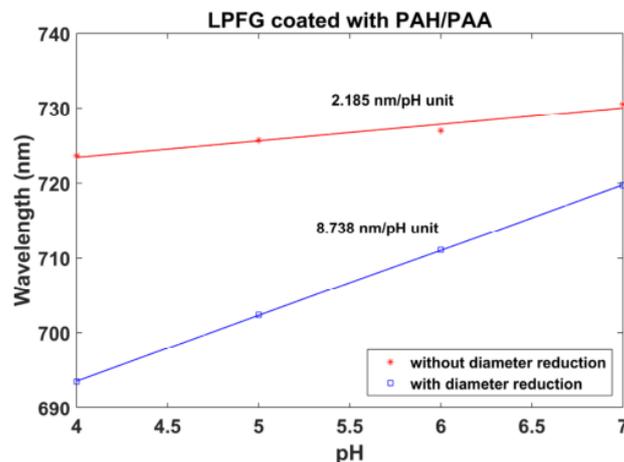


Fig. 3.11: Desplazamiento en longitud de onda de la banda izquierda para dos LPFGs recubiertas de PAH/PAA: una sin *etching* del cladding (rojo) y la otra con *etching* del cladding (azul).

Como inconveniente, se observó que el factor Q de las bandas de resonancia se reduce después del etching. No está claro si esto es resultado de la reducción del diámetro, o efecto de la deposición del nanocoating y la proximidad a la región de transición de modo, que se ha demostrado previamente que influye en el factor Q [9]–[11]. Con respecto a la deposición de la película delgada, se ha utilizado el mismo espesor de nanocoating para ambas LPFGs, y las bandas de atenuación tienen longitudes de onda centrales similares. En consecuencia, la deposición de la película delgada debería afectar al factor Q de las bandas de ambas LPFGs por igual.

De acuerdo con las simulaciones, los factores Q obtenidos para las LPFGs con diámetros pequeños son altos (en las Fig. 3.4 b) y 3.7 b), las resonancias mostradas son muy profundas); por lo que el problema podría estar relacionado con la sección transversal no circular de la fibra, indicada en la Fig. 3.5 b) y discutido anteriormente. Un mejor sistema que facilite un *etching* más uniforme podría ser una solución a este problema.

3.4 Sensor de tensión optimizado.

En este apartado del trabajo, el enfoque se centra en la combinación de dos fenómenos: el DTP y el estrechamiento del *cladding*. Combinando ambos efectos se demostrará que, al contrario de lo que ocurre con la sensibilidad al índice de refracción circundante (SRI) [18], el acoplamiento a modos del *cladding* de orden inferior no permite alcanzar una mejor sensibilidad. Sin embargo, para cada modo del *cladding*, la sensibilidad mejora cuando se acerca al DTP.

Además, otra forma de mejorar la sensibilidad es aplicar tensión en una región más larga que la que ha sido estrechada. Para este caso, la sensibilidad a la deformación aumenta especialmente para los modos de orden inferior (es decir, diámetro más pequeño) en comparación con los modos de orden superior.

3.4.1 Proceso de fabricación.

En este caso, las LPFGs utilizadas fueron fabricadas en el Instituto de Física Aplicada “Nello Carrara” de Florencia (Italia), como parte de un proyecto de colaboración con el Dr. Francesco Chiavaioli. Las LPFGs se sometieron a un proceso de *etching* que fue monitorizado utilizando una configuración en transmisión. Se inyectó luz en la fibra proveniente de una fuente de banda ancha SLED y la salida de la fibra se conectó a un analizador de espectro óptico (OSA), lo que permitió observar la evolución de las bandas de atenuación y, por lo tanto, detener el proceso en la posición deseada.

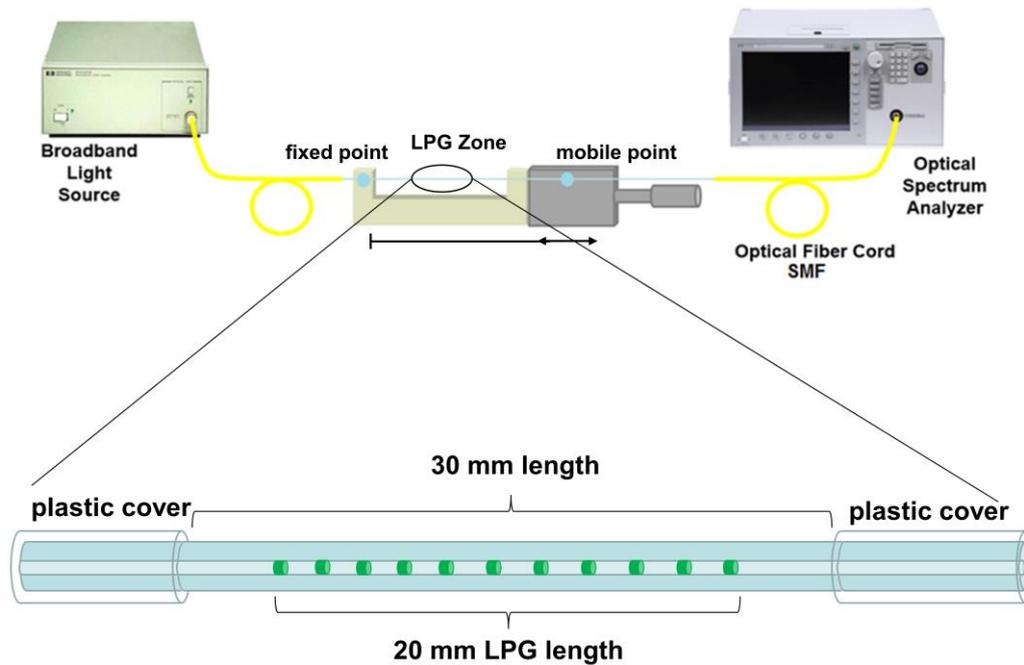


Fig. 3.12: Configuración experimental utilizada para realizar el etching y las mediciones.

La longitud de la fibra atacada por el ácido fue de 30 mm, suficiente para incluir la porción de la red de difracción de 19 mm de largo. Para garantizar un *etching* adecuado, la fibra también se fijó a un soporte de plástico exterior y a un punto móvil en un microposicionador, lo que aseguró que la fibra se mantuviera recta, evitando la distorsión inducida en el espectro de transmisión por el estiramiento de la fibra (Fig. 3.12). La región no sumergida en la cubeta tenía 197 mm de largo, para una longitud total de la fibra bajo tensión de 227 mm.

Cuando las bandas de atenuación se colocaron en una longitud de onda específica, la fibra se extrajo de la cubeta y se lavó con agua inmediatamente. El proceso puede repetirse tantas veces como sea necesario para reducir aún más el diámetro del *cladding*, lo que permite obtener bandas de atenuación correspondientes a otros modos del *cladding* [14]. Si se deseara controlar la posición de las bandas de atenuación con más precisión, la LPFG se puede sumergir en una solución de HF más diluida.

Después del proceso de estrechamiento, se debe esperar al menos una hora para asegurarse de que la LPFG esté completamente seca. Una vez seca, la LPFG está lista para realizar mediciones de deformación. Para este propósito, como se indica en la Fig. 3.12, la LPFG se estiró manualmente, utilizando un microposicionador, en pasos de 0.1 mm (el espectro de transmisión del sensor se monitorizó continuamente durante el proceso de estiramiento). Es importante resaltar que el diámetro de la fibra apenas se redujo en la región LPFG sumergida en la cubeta.

Por otro lado, la deformación de la zona bajo tensión se puede obtenerse de acuerdo con esta expresión:

$$\varepsilon_1 = \frac{\frac{\Delta L}{A_1}}{\left(\frac{L_1}{A_1} + \frac{L_2}{A_2}\right)} \quad (3.2)$$

donde ΔL es el aumento de longitud total de la región LPFG bajo tensión, L_1 y L_2 son las longitudes de las porciones de fibra sometidos y no sometidos a *etching* respectivamente, A_1 es la sección transversal de la porción de fibra sometida a *etching* y A_2 es la sección transversal de la porción de fibra no sometida a *etching*.

La Fig. 3.13 a) muestra la dependencia de la longitud de onda de acoplamiento para los modos del *cladding* $LP_{0,2} - LP_{0,12}$ en el período de las LPFGs utilizadas. En este sentido, la mejor opción fue elegir un período de $191 \mu\text{m}$, que corta la curva del modo de *cladding* $LP_{0,11}$ en dos puntos muy cercanos al DTP, donde la sensibilidad es muy alta.

También se demostró experimentalmente que, al reducir el diámetro del *cladding* de la fibra óptica, era posible el acoplamiento a modos del *cladding* de orden inferior en el DTP [14]. Esta idea se confirma en la Fig. 3.13 b), donde para una LPFG con un diámetro de *cladding* de $65.45 \mu\text{m}$ se obtiene un acoplamiento al modo de *cladding* $LP_{0,6}$ en DTP.

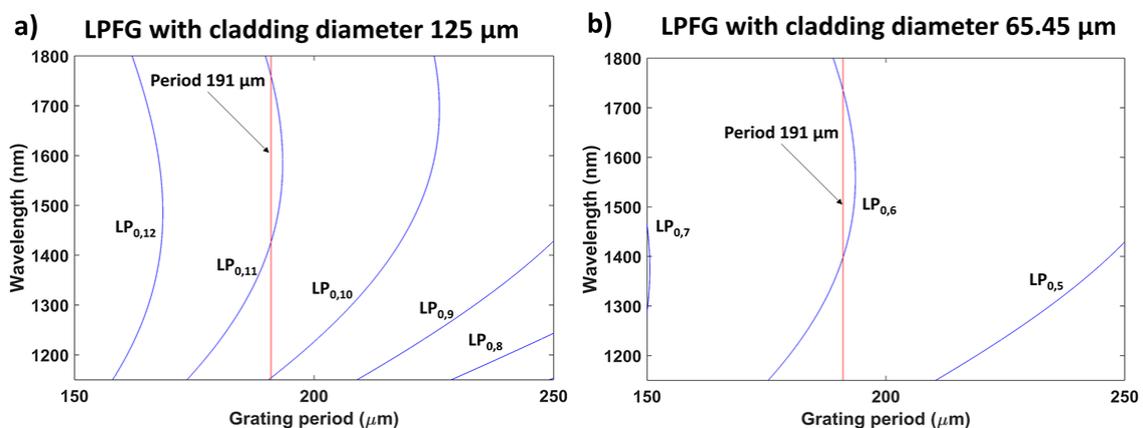


Fig. 3.13: Variación calculada de la longitud de onda de la resonancia: a) Para un diámetro de $125 \mu\text{m}$ (con un período de $191 \mu\text{m}$, la curva de adaptación de fase $LP_{0,11}$ corta en dos longitudes de onda muy cercanas al DTP); b) Para un diámetro de $65.45 \mu\text{m}$ (con un período de $191 \mu\text{m}$, la curva de adaptación de fase $LP_{0,6}$ corta también en dos longitudes de onda muy cerca del DTP).

En la Fig. 3.14, se analizan el efecto de la guía de ondas y la contribución del material con períodos de redes de difracción cercanos a $191 \mu\text{m}$. A tal efecto, se calculó la longitud de onda de acoplamiento para el modo del *cladding* $LP_{0,11}$ en dos condiciones: una en la que el índice de refracción tanto del núcleo de la fibra como del *cladding* se correspondía con una deformación nula aplicada a la LPFG, y otra donde el índice de refracción tanto del núcleo de fibra como del *cladding* era el correspondiente a $3000 \mu\text{e}$ aplicado a la LPFG. El efecto producido es más

evidente cerca del DTP (líneas azul y magenta). Sin embargo, es muy pequeño si se compara con el efecto de aumentar el período de red de difracción en un 0.3%, equivalente a $3000 \mu\epsilon$ en la LPFG (ver las líneas verticales de $191 \mu\text{m}$, $0 \mu\epsilon$ y $191.576 \mu\text{m}$, $3000 \mu\epsilon$).

En la Fig. 3.14 a), para una LPFG con un diámetro de *cladding* de $125 \mu\text{m}$, se observó un cambio de longitud de onda de aproximadamente 10 nm (contribución de la guía de ondas) en comparación con menos de 1 nm inducido por la contribución del material (líneas azul y magenta). En otras palabras, el efecto de la guía de ondas es predominante sobre el efecto del material. El mismo efecto se observó para una LPFG con un diámetro de $65.45 \mu\text{m}$ en la Fig. 3.14 b).

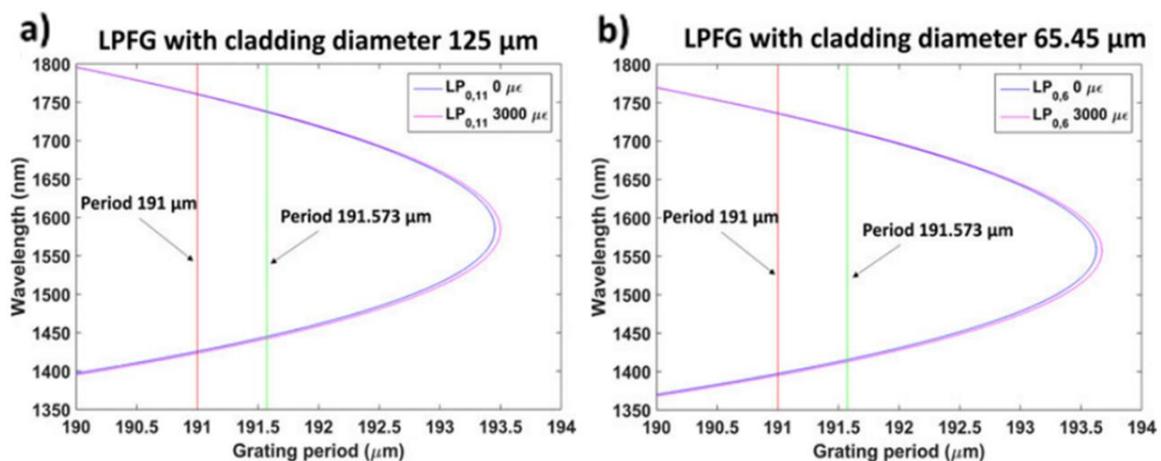


Fig. 3.14: Efecto del material en la variación de la longitud de onda de resonancia (se comparan 0 y $3000 \mu\epsilon$) y efecto de la guía de ondas (un período de $191 \mu\text{m}$ se compara con $191.576 \mu\text{m}$, que es un 0.3% más para representar el efecto de $3000 \mu\epsilon$): a) Para un diámetro de $125 \mu\text{m}$. b) Para un diámetro de $65.45 \mu\text{m}$.

Otra conclusión interesante que se muestra en la anterior figura, es que la forma de la curva de adaptación de fase no cambió. Esto indica que la sensibilidad optimizada a la deformación se logra para cualquier modo siempre que opere en/o cerca del punto DTP. En consecuencia, la regla básica para optimizar la sensibilidad a la deformación debería ser acercarse al punto DTP. Además de esto, es fácil observar que existe un desplazamiento no lineal de la longitud de onda de acoplamiento en función del período de la red de difracción en las proximidades del DTP.

3.4.2 Resultados experimentales.

De acuerdo con el apartado anterior, se exploraron diferentes diámetros de *cladding* (ver Tabla 3.1). El diámetro se estimó relacionando la posición de las bandas de atenuación, después de cada proceso de estrechamiento, con la misma posición obtenida en los espectros de transmisión simulados, y conviene señalar que en [31] se demostró una buena correspondencia entre la estimación del diámetro y el valor experimental del diámetro medido en un microscopio.

Sensor	Mode order	Lambda (nm)	Diameter (μm)
S0	LP _{0,11}	1461	125
S1	LP _{0,11}	1489	124.68
S2	LP _{0,11}	1508	124.56
S3	LP _{0,10}	1317	115.82
S4	LP _{0,10}	1393	113.98
S5	LP _{0,10}	1456	113.10
S6	LP _{0,9}	1392	101.94
S7	LP _{0,9}	1455	101.16
S8	LP _{0,8}	1390	89.90
S9	LP _{0,6}	1462	65.31

Tabla 3.1: Listado de los distintos sensores LPFG de período 191 μm con sus diferentes diámetros de cladding.

El dispositivo S0 era una LPFG sin *etching* (diámetro 125 μm). Esta se sometió a tensión de acuerdo con el método explicado anteriormente (Fig. 3.12). Como resultado, la separación entre las dos bandas de atenuación observadas en el espectro óptico se redujo en función de la deformación (Fig. 3.15 a) experimental), coincidiendo con la Fig. 3.14 a), donde un aumento en el período de la red de difracción conduce a un acercamiento al DTP.

Tras el análisis de lo presentado en [14], [19], la separación de las bandas de atenuación disminuye si se reduce el diámetro de la LPFG, por lo que, posteriormente, realizando un *etching* suave, se fabricó otro sensor S1 con un diámetro estimado de 124.68 μm . El resultado obtenido coincide con lo ya planteado y observado en la Fig. 3.15 b) *experimental*, si se compara con la Fig. 3.15 a) experimental.

Lo mismo ocurrió para el sensor S2 en la Fig. 3.15 b) *experimental*, con un diámetro estimado de 124.56 μm . Los resultados de la simulación de la Fig. 3.15 confirmaron los resultados obtenidos de manera experimental.

El desplazamiento de la longitud de onda central de la banda izquierda en función de la deformación se representa en la Fig. 3.16 para los sensores analizados anteriormente.

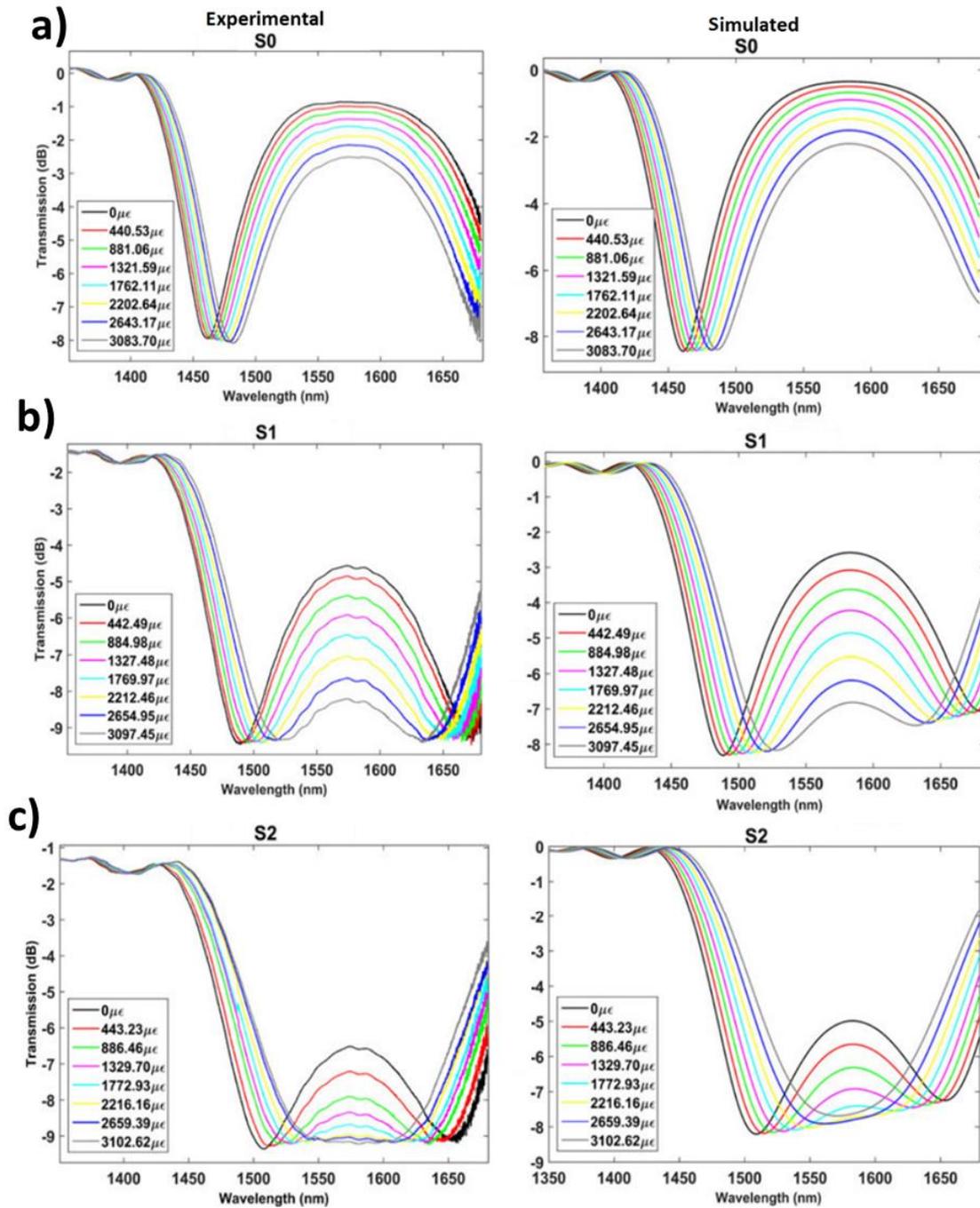


Fig. 3.15: Espectros de transmisión (resultados experimentales y simulados) para: a) S0; b) S1; c) S2.

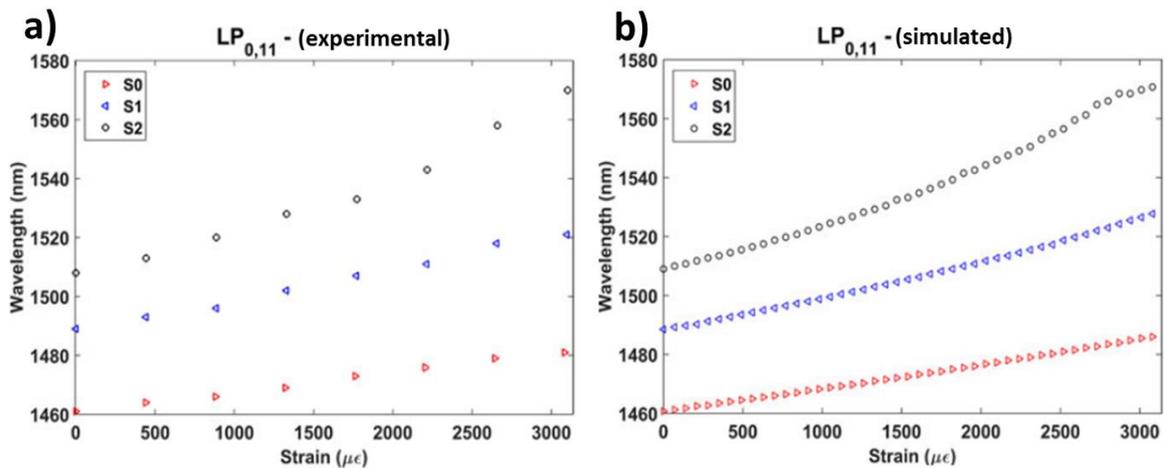


Fig. 3.16: Desplazamiento en longitud de onda de la banda izquierda $LP_{0,11}$ en función de la deformación para los sensores S0, S1 y S2: a) resultados experimentales; b) resultados simulados.

Los resultados simulados y experimentales permitieron obtener varias conclusiones. La sensibilidad a la tensión aumenta si se reduce el diámetro de la fibra (la sensibilidad de S0, S1 y S2 es $6.5 \text{ pm}/\mu\epsilon$, $10.3 \text{ pm}/\mu\epsilon$ y $20 \text{ pm}/\mu\epsilon$, respectivamente, en el rango de 0–3100 $\mu\epsilon$). A modo de comparación tenemos que la sensibilidad en las LPFG optimizadas en [32], osciló entre 0.5 y $2 \text{ pm}/\mu\epsilon$ mientras que en [33], la sensibilidad máxima fue de $2 \text{ pm}/\mu\epsilon$. Esto indica que se mejoró la sensibilidad más alta alcanzada en estos trabajos.

Una segunda conclusión es que, si la separación entre las bandas de atenuación es baja, como es el caso de S2, la relación entre la longitud de onda y la deformación es no lineal, mientras que esta relación es lineal para el sensor S0. Por otro lado, S1 está en el medio entre ambas situaciones. Esto concuerda con lo observado en la Fig. 3.14, donde la curva de adaptación de fase es no lineal en las proximidades del DTP.

Con posterioridad a las mediciones, se realizó otro *etching* durante más tiempo, hasta un diámetro que permitió monitorizar las bandas de atenuación que se debían al acoplamiento al modo de *cladding* $LP_{0,10}$ y se analizaron tres diámetros diferentes: $115.82 \mu\text{m}$, $113.98 \mu\text{m}$ y $113.10 \mu\text{m}$ correspondiente con los sensores S3, S4 y S5.

Los datos simulados y experimentales del desplazamiento de la longitud de onda central de la banda izquierda frente a diferentes valores de deformación se presentan en la Fig. 3.17. En todos los casos, la relación entre la deformación y la longitud de onda fue lineal.

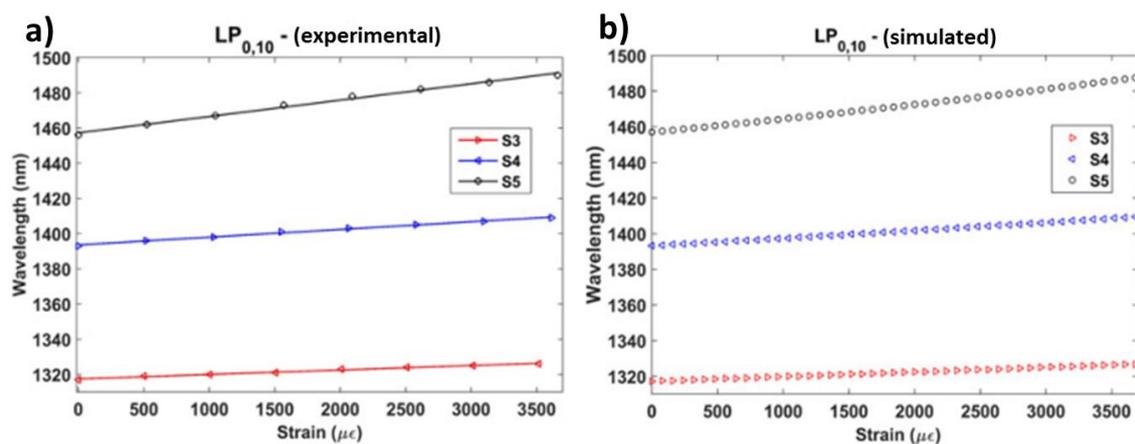


Fig. 3.17: Desplazamiento en longitud de onda de la banda izquierda $LP_{0,10}$ en función de la deformación para los sensores S3, S4 y S5: a) resultados experimentales; b) resultados simulados.

Estos resultados se pueden explicar porque en este caso el funcionamiento de los sensores se encontraba lejos de DTP: el sensor S5 estaba trabajando a la misma longitud de onda que S0, donde se observó un comportamiento lineal, y S3 y S4 estaban trabajando en longitudes de onda más cortas.

Para los resultados experimentales se obtuvo la desviación de la raíz cuadrada media (root mean square deviation - RMSD): 0.348 nm, 0.432 nm y 1.05 nm, junto con las sensibilidades: 2.5 pm/ $\mu\epsilon$, 4.4 pm/ $\mu\epsilon$ y 9.3 pm/ $\mu\epsilon$, en el rango 0-3500 $\mu\epsilon$, para S3, S4 y S5, respectivamente. El RMSD más alto se obtiene para S5, que es el sensor con mayor sensibilidad y más cercano al DTP. Como se muestra en la Fig. 3.16, la sensibilidad aumenta a medida que se reduce el diámetro.

Para obtener más información sobre la influencia del orden de modo, se analizaron otros sensores con diferentes diámetros (S6, S7, S8 y S9); y para una comparación de sus prestaciones se dividieron en dos grupos, lo cual se muestra en la Fig. 3.18.

En la Fig. 3.18 a) se detallan los sensores que trabajan en una longitud de onda cercana al DTP. En estos parece que la sensibilidad es similar. Sin embargo, es difícil extraer una regla general porque en este punto la sensibilidad depende de pequeños cambios en la longitud de onda donde opera.

En la Fig. 3.18 b) se tiene en cuenta a los sensores que operan lejos del DTP, donde los dispositivos no son tan sensibles a pequeñas variaciones en la longitud de onda operativa y es más fácil concluir que su sensibilidad es similar.

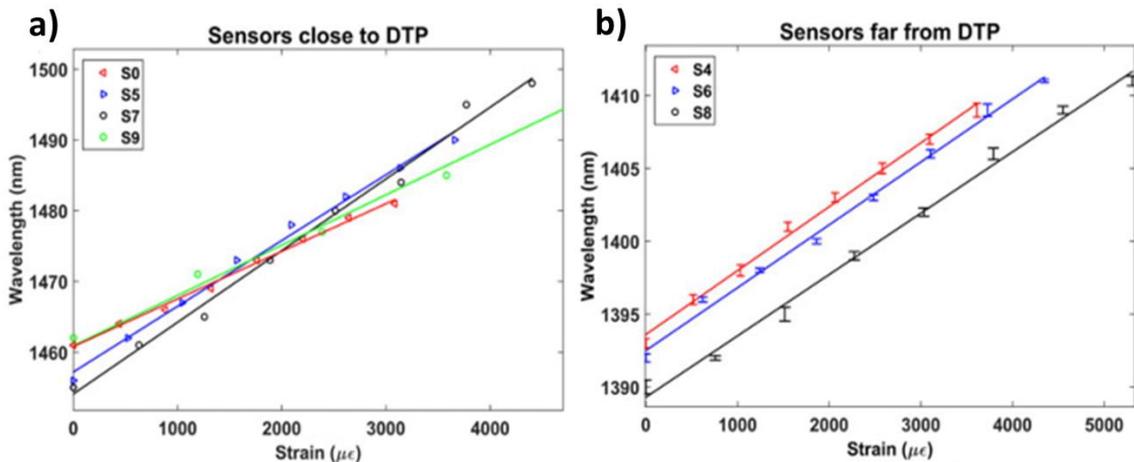


Fig. 3.18: Comportamiento de los sensores LPFGs con diferente diámetro: a) S0, S5, S7 y S9 cerca del DTP y la banda de atenuación acoplada a $LP_{0,11}$, $LP_{0,10}$, $LP_{0,9}$ y $LP_{0,6}$ respectivamente; b) S4, S6 y S8 lejos del DTP y la banda de atenuación acoplada a $LP_{0,10}$, $LP_{0,9}$ y $LP_{0,8}$ respectivamente.

Estos resultados indican que el orden de modo no influyó en la sensibilidad a la tensión del dispositivo. En otras palabras, para cada modo específico, la proximidad al DTP determina la sensibilidad del dispositivo, mientras que el orden del modo no influye en eso. De esta manera, los sensores se pueden clasificar en dos grupos: operando en el punto del DTP y lejos de este.

En consecuencia, un *etching* suave para colocar las bandas de atenuación en el espectro óptico es la mejor manera de controlar la sensibilidad del sensor de deformación basado en LPFGs.

Los resultados presentados hasta ahora analizan la deformación en la región de la red de difracción de la LPFG. Sin embargo, si se analiza la deformación en toda la estructura de la fibra (ver Fig. 3.13), la sensibilidad del dispositivo es mejor para los modos de orden inferior (es decir, diámetro inferior).

Además, dependiendo de la relación entre la longitud de la red de difracción y la longitud completa de la región LPFG bajo tensión, la sensibilidad puede mejorarse aún más, haciendo esta relación lo más baja posible. En los casos analizados en este trabajo, si se considera la deformación de la estructura global, cada deformación de 0.1 mm en una estructura de 227 mm es de $0.44 \mu\epsilon$.

Por consiguiente, la sensibilidad de $4 \text{ pm}/\mu\epsilon$ de S4, S6 y S8, pasa a ser de $5.19 \text{ pm}/\mu\epsilon$, $6.17 \text{ pm}/\mu\epsilon$ y $6.82 \text{ pm}/\mu\epsilon$, respectivamente, para los mismos sensores. Estos valores se calculan dividiendo el cambio de longitud de onda por $0.44 \mu\epsilon$ multiplicado por los siete pasos de deformación de 0,1 mm analizados en la Fig. 3.18 b).

El root mean square deviation (RMSD) de S4, S6 y S8 también se calculó: 0.432 nm, 0.506 nm y 0.642 nm respectivamente. Estos valores indican que no hay cambios significativos porque los tres sensores están colocados a una distancia similar del DTP. Además, se han agregado barras

de error que representan la desviación estándar en cada punto para S4, S6 y S8 (la desviación estándar promedio de los puntos en S4, S6 y S8 fue 0.351, 0.347 y 0.332 nm respectivamente).

3.5 Conclusiones.

Se analizaron los espectros de transmisión de dos LPFGs de longitud de onda de corte bajo en función del diámetro del *cladding*.

Los resultados muestran que la sensibilidad al índice de refracción del medio circundante aumenta a medida que disminuye el diámetro del *cladding*.

En la medida en que el período de la red de difracción se hace más corto, la banda de atenuación inicial presenta más modos de *cladding*. Para una LPFG con un período de 109 μm , la banda inicial correspondía al modo de *cladding* $LP_{0,19}$, mientras que para una LPFG con un período de 118 μm la banda inicial correspondía a $LP_{0,18}$.

El período de la red de difracción también afecta, de modo inverso, al número de bandas de atenuación que se pueden utilizar con fines de detección después de un proceso de *etching*; por tanto, se reduce el número de puntos en los que es posible detener el proceso y monitorizar una resonancia. Esta idea se refuerza con los resultados obtenidos en [14], donde con un período de red de difracción de 210 μm fue posible monitorizar 4 bandas de atenuación al reducir de 80 μm a 32 μm el diámetro de la fibra, mientras que para el período de 118 μm se podían monitorizar 16 bandas de atenuación.

Por otro lado, las redes de período más corto son más adecuadas para alcanzar el DTP a una longitud de onda corta. Además, permiten la observación de muchas bandas de atenuación durante el proceso de *etching*, lo que facilita la capacidad de detener el proceso en un diámetro específico de acuerdo con la sensibilidad que desee el diseñador. Asimismo, las fuentes de luz y los detectores son menos costosos en estas longitudes de onda, lo cual es positivo en términos de fabricación de equipos comerciales.

Sin embargo, los resultados de sensibilidad con LPGs operando en la banda de telecomunicaciones son superiores y cuando se desea trabajar con aplicaciones exigentes compensa el coste adicional que supone este tipo de configuración. De ahí que se optara por esta solución a la hora de aplicar las LPGs a la medida de microdeformaciones. En los resultados que se obtuvieron, se demostró que acercándose con precisión al DTP también es posible aumentar la sensibilidad hasta por un factor de 10, alcanzando una sensibilidad de 20 $\text{pm}/\mu\text{e}$ en el mejor de los casos.

Finalmente, otro fenómeno conocido que podría combinarse con el *dispersion turning point* y la reducción del diámetro del *cladding* es la transición de modo, que según [19], [34] permite aumentar exponencialmente la sensibilidad de las LPFGs.

3.6 Bibliografía.

- [1] X. W. Zhao and Q. Wang, "Mini review: Recent advances in long period fiber grating biological and chemical sensors," *Instrumentation Science and Technology*, vol. 47, no. 2. Taylor and Francis Inc., pp. 140–169, Mar. 04, 2019, doi: 10.1080/10739149.2018.1493499.
- [2] J. M. Corres, I. R. Matias, I. del Villar, and F. J. Arregui, "Design of pH Sensors in Long-Period Fiber Gratings Using Polymeric Nanocoatings," *IEEE Sens. J.*, vol. 7, no. 3, pp. 455–463, Mar. 2007, doi: 10.1109/JSEN.2007.891933.
- [3] A. L. Ricchiuti, D. Barrera, A. Urrutia, J. Goicoechea, F. J. Arregui, and S. Sales, "Continuous Liquid-Level Sensor Based on a Long-Period Grating and Microwave Photonics Filtering Techniques," *IEEE Sens. J.*, vol. 16, no. 6, pp. 1652–1658, Mar. 2016, doi: 10.1109/JSEN.2015.2504131.
- [4] A. Urrutia, J. Goicoechea, A. L. Ricchiuti, D. Barrera, S. Sales, and F. J. Arregui, "Simultaneous measurement of humidity and temperature based on a partially coated optical fiber long period grating," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 227, pp. 135–141, 2016, doi: 10.1016/j.snb.2015.12.031.
- [5] A. M. Vengsarkar, P. J. Lemaire, J. B. Judkins, V. Bhatia, T. Erdogan, and J. E. Sipe, "Long-period fiber gratings as band-rejection filters," *J. Light. Technol.*, vol. 14, no. 1, pp. 58–64, Jan. 1996, doi: 10.1109/50.476137.
- [6] V. Bhatia and A. M. Vengsarkar, "Optical fiber long-period grating sensors," *Opt. Lett.*, vol. 21, no. 9, p. 692, May 1996, doi: 10.1364/ol.21.000692.
- [7] S. W. James and R. P. Tatam, "Optical fibre long-period grating sensors: Characteristics and application," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 14, no. 5, p. R49, Mar. 2003, doi: 10.1088/0957-0233/14/5/201.
- [8] F. Chiavaioli, C. Gouveia, P. Jorge, and F. Baldini, "Towards a Uniform Metrological Assessment of Grating-Based Optical Fiber Sensors: From Refractometers to Biosensors," *Biosensors*, vol. 7, no. 4, p. 23, Jun. 2017, doi: 10.3390/bios7020023.
- [9] N. D. Rees, S. W. James, R. P. Tatam, and G. J. Ashwell, "Optical fiber long-period gratings with Langmuir–Blodgett thin-film overlays," *Opt. Lett.*, vol. 27, no. 9, p. 686, May 2002, doi: 10.1364/ol.27.000686.
- [10] I. Del Villar, M. Achaerandio, I. R. Matías, and F. J. Arregui, "Deposition of overlays by electrostatic self-assembly in long-period fiber gratings," *Opt. Lett.*, vol. 30, no. 7, p. 720, Apr. 2005, doi: 10.1364/ol.30.000720.
- [11] A. Cusano *et al.*, "Mode transition in high refractive index coated long period gratings," *Opt. Express*, vol. 14, no. 1, p. 19, Jan. 2006, doi: 10.1364/opex.14.000019.
- [12] X. Shu, L. Zhang, and I. Bennion, "Sensitivity characteristics of long-period fiber gratings," *J. Light. Technol.*, vol. 20, no. 2, pp. 255–266, Feb. 2002, doi: 10.1109/50.983240.
- [13] Z. Wang, J. R. Heflin, R. H. Stolen, and S. Ramachandran, "Analysis of optical response of long period fiber gratings to nm-thick thin-film coating," *Opt. Express*, vol. 13, no. 8, p. 2808, Apr. 2005, doi: 10.1364/opex.13.002808.

- [14] I. Del Villar, J. L. Cruz, A. B. Socorro, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Sensitivity optimization with cladding-etched long period fiber gratings at the dispersion turning point," *Opt. Express*, vol. 24, no. 16, p. 17680, Aug. 2016, doi: 10.1364/oe.24.017680.
- [15] M. Śmietana, M. Koba, P. Mikulic, and W. J. Bock, "Measurements of reactive ion etching process effect using long-period fiber gratings," *Opt. Express*, vol. 22, no. 5, p. 5986, Mar. 2014, doi: 10.1364/oe.22.005986.
- [16] I. Del Villar, "Ultra-high-sensitivity sensors based on thin-film coated long period gratings with reduced diameter, in transition mode and near the dispersion turning point," *Opt. Express*, vol. 23, no. 7, p. 8389, Apr. 2015, doi: 10.1364/oe.23.008389.
- [17] M. Śmietana, M. Koba, P. Mikulic, and W. J. Bock, "Towards refractive index sensitivity of long-period gratings at level of tens of μm per refractive index unit: fiber cladding etching and nano-coating deposition," *Opt. Express*, vol. 24, no. 11, p. 11897, May 2016, doi: 10.1364/oe.24.011897.
- [18] I. Del Villar, J. L. Cruz, A. B. Socorro, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Sensitivity optimization with cladding-etched long period fiber gratings at the dispersion turning point," *Opt. Express*, vol. 24, no. 16, p. 17680, Aug. 2016, doi: 10.1364/oe.24.017680.
- [19] I. Del Villar, "Ultra-high-sensitivity sensors based on thin-film coated long period gratings with reduced diameter, in transition mode and near the dispersion turning point," *Opt. Express*, vol. 23, no. 7, p. 8389, Apr. 2015, doi: 10.1364/oe.23.008389.
- [20] Y. Cardona-Maya, I. Del Villar, A. B. Socorro, J. M. Corres, I. R. Matias, and J. F. Botero-Cadavid, "Wavelength and Phase Detection Based SMS Fiber Sensors Optimized with Etching and Nanodeposition," *J. Light. Technol.*, vol. 35, no. 17, pp. 3743–3749, Sep. 2017, doi: 10.1109/JLT.2017.2719923.
- [21] I. Del Villar *et al.*, "Monitoring the Etching Process in LPFGs towards Development of Highly Sensitive Sensors," *Proceedings*, vol. 1, no. 4, p. 331, Aug. 2017, doi: 10.3390/proceedings1040331.
- [22] F. Chiavaioli *et al.*, "Towards sensitive label-free immunosensing by means of turn-around point long period fiber gratings," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 60, pp. 305–310, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.bios.2014.04.042.
- [23] P. Biswas, N. Basumallick, S. Bandyopadhyay, K. Dasgupta, A. Ghosh, and S. Bandyopadhyay, "Sensitivity enhancement of turn-around-point long period gratings by tuning initial coupling condition," *IEEE Sens. J.*, vol. 15, no. 2, pp. 1240–1245, Feb. 2015, doi: 10.1109/JSEN.2014.2361166.
- [24] Q.-S. Li *et al.*, "An Ultrasensitive Long-Period Fiber Grating-Based Refractive Index Sensor with Long Wavelengths," *Sensors*, vol. 16, no. 12, p. 2205, Dec. 2016, doi: 10.3390/s16122205.
- [25] G. Decher, "Fuzzy nanoassemblies: Toward layered polymeric multicomposites," *Science*, vol. 277, no. 5330, pp. 1232–1237, Aug. 1997, doi: 10.1126/science.277.5330.1232.
- [26] A. B. Socorro, I. Del Villar, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Sensitivity enhancement in a multimode interference-based SMS fibre structure coated with a thin-film: Theoretical and experimental study," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 190, pp. 363–369, Jan. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2013.08.090.
- [27] E. Anemogiannis, E. N. Glytsis, and T. K. Gaylord, "Transmission characteristics of long-period fiber gratings having arbitrary azimuthal/radial refractive index variations," *J. Light. Technol.*, vol. 21, no. 1, pp. 218–227, Jan. 2003, doi: 10.1109/JLT.2003.808637.

-
- [28] I. Del Villar, I. R. Matias, and F. J. Arregui, "Influence on cladding mode distribution of overlay deposition on long-period fiber gratings," *J. Opt. Soc. Am. A*, vol. 23, no. 3, p. 651, Mar. 2006, doi: 10.1364/josaa.23.000651.
- [29] V. Bhatia, "Temperature-insensitive and strain-insensitive long-period grating sensors for smart structures," *Opt. Eng.*, vol. 36, no. 7, p. 1872, Jul. 1997, doi: 10.1117/1.601379.
- [30] T. A. Birks, P. S. J. Russell, and D. O. Culverhouse, "The acousto-optic effect in single-mode fiber tapers and couplers," *J. Light. Technol.*, vol. 14, no. 11, pp. 2519–2529, 1996, doi: 10.1109/50.548150.
- [31] I. Del Villar *et al.*, "Sensitivity Enhancement in Low Cutoff Wavelength Long-Period Fiber Gratings by Cladding Diameter Reduction," *Sensors*, vol. 17, no. 9, p. 2094, Sep. 2017, doi: 10.3390/s17092094.
- [32] R. Guyard, D. Leduc, C. Lupi, and Y. Lecieux, "Global overview of the sensitivity of long period gratings to strain," *Opt. Laser Technol.*, vol. 79, pp. 62–73, May 2016, doi: 10.1016/j.optlastec.2015.11.019.
- [33] V. Bhatia, "Applications of long-period gratings to single and multi-parameter sensing," *Opt. Express*, vol. 4, no. 11, p. 457, May 1999, doi: 10.1364/oe.4.000457.
- [34] M. Śmietana, M. Koba, P. Mikulic, and W. J. Bock, "Towards refractive index sensitivity of long-period gratings at level of tens of μm per refractive index unit: fiber cladding etching and nano-coating deposition," *Opt. Express*, vol. 24, no. 11, p. 11897, May 2016, doi: 10.1364/oe.24.011897.

Capítulo 4. Sensores basados en LMR sobre guías de ondas planas.

4.1 Generación de un Lossy Mode Resonance (LMR).

En las últimas décadas, se han logrado importantes avances en el dominio de los sensores gracias a la capacidad de depositar películas delgadas (*thin films*). Uno de los principales hitos se logró en 1982 [1] con el desarrollo del primer sensor de resonancia de plasmón superficial o surface plasmon resonance (SPR). Dicho sensor se basó en la utilización de la configuración Kretschmann-Raether [2], que consiste en un prisma óptico sobre el que se deposita una capa delgada de una película metálica. Al hacer incidir luz con diferentes ángulos, se excita un surface plasmon polariton en la interfaz metal-dieléctrico en un rango de ángulos específicos, algo que también se observa en función de la longitud de onda.

Otro fenómeno, el lossy mode resonance (LMR) [3]–[5], puede ser observado utilizando esta misma configuración.

Sin embargo, la generación de un LMR requiere de una *thin film* con propiedades diferentes a las necesarias para la generación de un SPR, lo que hace que entre ambas resonancias (SPR y LMR) existan algunas semejanzas y diferencias importantes.

Como semejanza podemos destacar que los dos se basan en la misma estructura de funcionamiento. Poseen una capa de un *thin film* sobre una guía de ondas, donde la relación entre los índices de refracción del *thin film* con el medio a medir es lo que permite su utilización como sensor [6]. Ambos dependen del espesor del *thin film*, de su índice de refracción, de su coeficiente de extinción, del índice de refracción de la guía de ondas y del medio circundante. También utilizan las variaciones del índice de refracción del medio circundante para detectar variaciones de variables físicas, químicas o biológicas.

En cuanto a las diferencias, son varias las que existen entre estos dos tipos de resonancias. Para la generación de los SPR, el rango de materiales que se puede utilizar se limita al de los metales (oro, plata, aluminio, cobre). En el caso de los LMRs, existe una variedad mucho más amplia de materiales que pueden cumplir con las condiciones para su generación [7], como los óxidos conductores [8], películas poliméricas [9] o los híbridos de polímero/óxido metálico [10]. El precio de estos materiales es relativamente más barato y el acceso a estos materiales es también más fácil. Además, su uso es beneficioso para la producción en masa de sensores basados en LMRs.

En cuanto al material utilizado, los SPR se obtienen cuando la parte real de la permitividad del *thin film* es negativa y de mayor magnitud que la suma de su propia parte imaginaria más la

permitividad del material que rodea el *thin film*, mientras que los LMRs ocurren cuando la parte real de la permitividad del *thin film* es positiva y de mayor magnitud que la suma de su propia parte imaginaria con la permitividad del material que rodea el *thin film* [3], [11].

Por otra parte, los SPRs solamente se pueden excitar con luz polarizada transversal magnética (TM), mientras que los LMRs pueden excitarse con luz polarizada tanto transversal eléctrica (TE) como transversal magnética (TM) [3]. Además, aunque para realizar experimentos en ambos fenómenos solo es necesario una fuente de luz y un analizador de espectro óptico, un controlador de polarización mejora mucho la resolución.

Otra diferencia es que, la posición de la resonancia generada por un LMR en el espectro óptico depende directamente del espesor del recubrimiento, lo que permite un ajuste simple de la longitud de onda [12], no siendo tan fácil establecer esta relación en el caso de los SPR.

También desde el punto de vista del espectro, las diferencias entre SPR y LMR son más notables: los SPR presentan una resonancia, la cual desaparece cuando el espesor del recubrimiento alcanza un cierto valor [13]. En cambio, con los LMRs se puede generar múltiples resonancias (LMR1, LMR2, LMR3...), en un amplio rango del espectro (VIS/NIR). Esta característica puede obtenerse simplemente variando el espesor del recubrimiento y sin necesidad de modificar la geometría de la guía de ondas. Esta propiedad hace que los LMRs sean apropiados para fabricar sensores multi-pico y multi-variables o para diseñar filtros ópticos de longitud de onda múltiple [14].

Otro aspecto diferente es el rango de ángulos de incidencia adecuado para la generación de resonancias. Para la excitación de un LMR se emplean ángulos diferentes a los adecuados para la generación de un SPR. Estos últimos se obtienen de forma óptima para ángulos que oscilan entre 40° y 70° [7], [15], mientras que los LMRs generalmente surgen con un ángulo de incidencia cercano a la rasante, es decir, ángulos que se acercan a 90° [5]. Esto explica por qué la mayor parte del trabajo experimental en LMRs utiliza fibra óptica en lugar de la configuración Kretschmann-Raether [8], [16]–[21], ya que, con esta última configuración, es muy difícil incidir la luz a casi 90°.

En vista de las condiciones anteriores, uno pensaría que no es posible observar simultáneamente ambos fenómenos, SPR y LMR. Sin embargo, existen materiales, como el óxido de indio y estaño (ITO), que presentan diferentes propiedades dependiendo del rango de longitud de onda operativa debido a la dispersión del material. Gracias a esta propiedad, ha sido posible obtener tanto un SPR como un LMR con la configuración de Kretschmann-Raether y comparar sus propiedades [5], [8].

Por otro lado, aunque las fibras ópticas presentan muchas ventajas para su empleo como sensores, también presentan inconvenientes debido a su pequeño diámetro y a que se ven afectadas por curvaturas, se rompen fácilmente y es necesario empalmar el sensor.

En este capítulo, se presentan varios sensores utilizando una guía de ondas plana como alternativa para la fibra óptica y la configuración Kretschmann-Raether.

La generación de un LMR sobre una configuración de guía de ondas plana presenta ciertas ventajas sobre la fibra óptica, a la vez que mantiene todas las características de esta como sensor. La estructura plana se combina con las buenas propiedades de los LMRs, ya demostradas sobre sensores de fibra óptica (una sensibilidad extremadamente alta mediante el uso de materiales con un alto índice de refracción y la posibilidad de sintonizar la resonancia en cualquier posición del espectro óptico), con la simplicidad y robustez de una configuración basada en estructuras tan simples como son los portaobjetos de vidrio, lo que permite su uso generalizado en aplicaciones reales como ocurrió en el caso de los SPR.

Unido a esto, dicha geometría simétrica no cilíndrica, permite separar las resonancias TE y TM, lo que da lugar a que estas sean más estrechas, con la ventaja adicional de que el sistema de polarización es mucho más sencillo comparado con el de las fibras, donde se necesita un polarizador en línea y un controlador de polarización [20,21].

En este caso, entre la fuente de luz y la guía de ondas, se usó un polarizador lineal, que reemplazó a la configuración requerida para los sensores basados en fibra óptica (el controlador de polarización debe sintonizarse en cada experimento, mientras que la polarización aquí utilizada se puede cambiar fácilmente a polarización TE o TM).

Otra ventaja que presenta esta simple estructura es que durante el proceso de deposición es posible controlar la generación de los LMRs, mediante la monitorización de la deposición, lo que podría usarse para controlar el espesor del *thin film* depositado si se conoce el índice de refracción del material.

Además de esto, la configuración sobre guía de ondas plana nos permite generar varias resonancias con la deposición en el mismo lado o en ambos lados de ella; con el mismo material o con diferentes materiales, generando dos o más LMRs. Esto nos permite implementar sensores de dos o más parámetros basados en diferentes resonancias, como se demostrará más adelante, o un sistema microfluídico de múltiples canales con múltiples medidas al mismo tiempo.

Todo lo anterior, unido a la amplia gama de posibilidades en términos de nanoestructurar la guía de ondas plana con tiras, rejillas, nanocables, etc. abre una cantidad casi ilimitada de aplicaciones y diseños que se pueden desarrollar con esta estructura.

4.1.1 Polarización vertical y horizontal para la separación de los modos TE y TM.

Suponiendo que por la guía de ondas se transmite una onda plana, al girar el polarizador es posible controlar la orientación del campo eléctrico. Si la polarización es horizontal (el campo eléctrico E está orientado horizontalmente y el campo magnético H verticalmente), el campo eléctrico es transversal al plano de incidencia (TE) y solo se excitan los modos TE, Fig. 4.1 a). En consecuencia, se obtiene el LMR TE. Sin embargo, si la polarización es vertical (el campo eléctrico E está orientado verticalmente y el campo magnético H horizontalmente), el campo magnético H es transversal al plano de incidencia (TM) y solo se excitan los modos TM. En consecuencia, se obtiene el LMR TM, Fig. 4.1 b). En adelante, a estos los llamaremos LMR_{TE} y LMR_{TM} .

La diferente posición de ambas resonancias obedece a las diferentes condiciones de contorno en la interfaz entre la guía de ondas y del *thin film* y en la interfaz entre el *thin film* y el medio circundante, lo que conduce a los conocidos coeficientes de reflexión de Fresnell, que difieren entre sí dependiendo de si se está abordando el caso TE o TM. Es por ello que la reflectividad global es diferente en ambos casos, como se comprueba en [22].

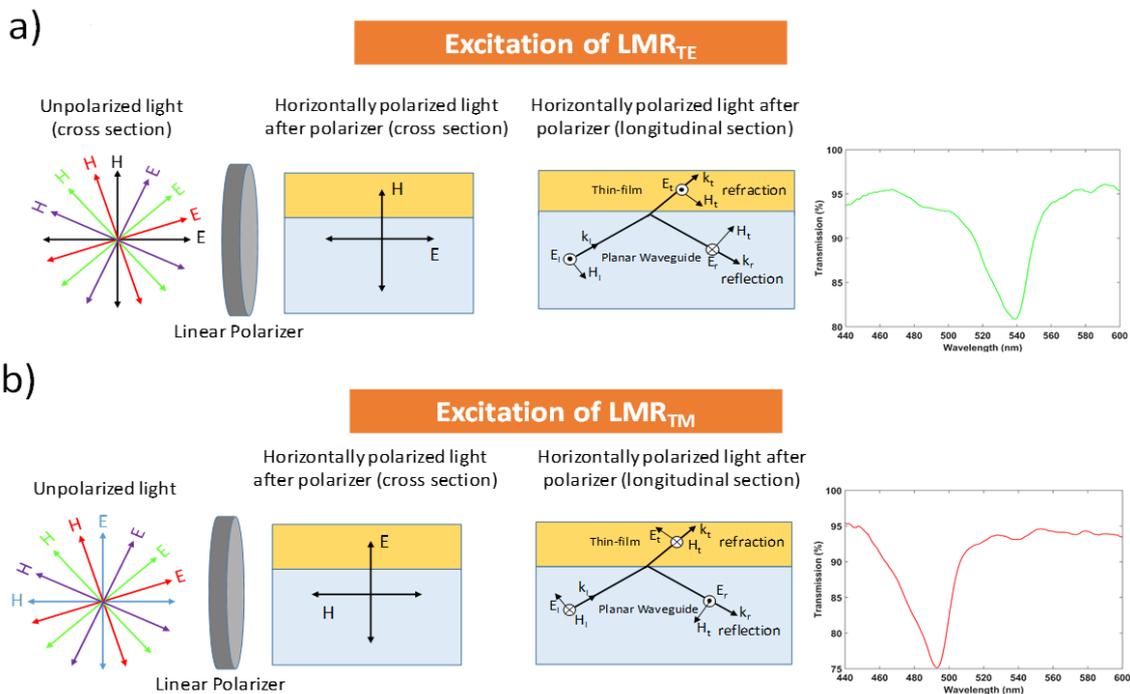


Fig. 4.1: Vista esquemática de la excitación LMR para: a) Luz polarizada horizontalmente (se excita LMR_{TE}); b) Luz polarizada verticalmente (LMR_{TM} está excitado).

4.1.2 Generación de un LMR sobre guía de onda plana.

El vidrio presenta una baja absorbanza en un amplio rango de longitudes de onda[23], lo que permite monitorizar en longitudes entre 400 y 1700 nm, lo que posibilita elegir entre rangos de

longitud onda corta, donde las fuentes ópticas y detectores son menos costosos, y rangos de longitudes de onda de telecomunicaciones, donde el precio de los equipos es mayor.

La Fig. 4.2 a), muestra la simulación teórica en función del espesor del *thin film* y la evolución del espectro óptico en función del tiempo mientras se depositaban dos guías de ondas ópticas diferentes (un portaobjetos de vidrio y un cubreobjetos) con óxido de indio (In_2O_3). En dicha figura se aprecia cómo el primer LMR se subdivide claramente en dos resonancias: LMR TE y LMR TM (LMR_{TE} y LMR_{TM}), mientras que para el segundo LMR estas dos resonancias, correspondientes a ambas polarizaciones, se superponen entre sí. En estas simulaciones se ha hecho un promediado entre los resultados con polarización TE y TM para asemejar el caso experimental en que no se está polarizando la luz.

Es evidente que la profundidad de la resonancia del primer LMR es muy pequeña en comparación con el segundo LMR. Además, a longitudes de onda más largas, las resonancias son casi imperceptibles. Durante el proceso de deposición, el espectro óptico fue monitorizado continuamente mientras se depositaba. Los resultados obtenidos experimentalmente concuerdan con los de la simulación Fig. 4.2 a). Tanto para el cubreobjetos (Fig. 4.2 b), como para el portaobjetos (Fig. 4.2 c), se pueden observar las resonancias TE y TM del primer LMR, que son visibles después de 2 y 4 minutos de deposición, y la segunda resonancia, donde ambas polarizaciones se superponen entre sí (la segunda resonancia es visible después de 14 minutos). Las imágenes de los espesores del *thin film* que en este capítulo fueron tomadas con un microscopio electrónico de barrido por emisión de campo (SEM) modelo UltraPlus FESEM de Carl Zeiss Inc. con un in-lens detector a 3 kV y un diámetro de apertura de 30 μm) y a su vez se caracterizaron con microscopía AFM (Bruker Innova en tapping mode). Otras imágenes fueron tomadas con un microscopio invertido *Leica DMC2900*. Estas medidas permitieron estimar los espesores de los revestimientos utilizados en cada sensor. Además, los recubrimientos también se caracterizaron con un elipsómetro UVISEL 2 de Horiba, con un rango espectral entre 0.6 y 6.5 eV, mediante el que fue posible obtener las curvas de dispersión (índice de refracción y coeficiente de extinción) de los materiales utilizados, tal y como se mostrará más adelante.

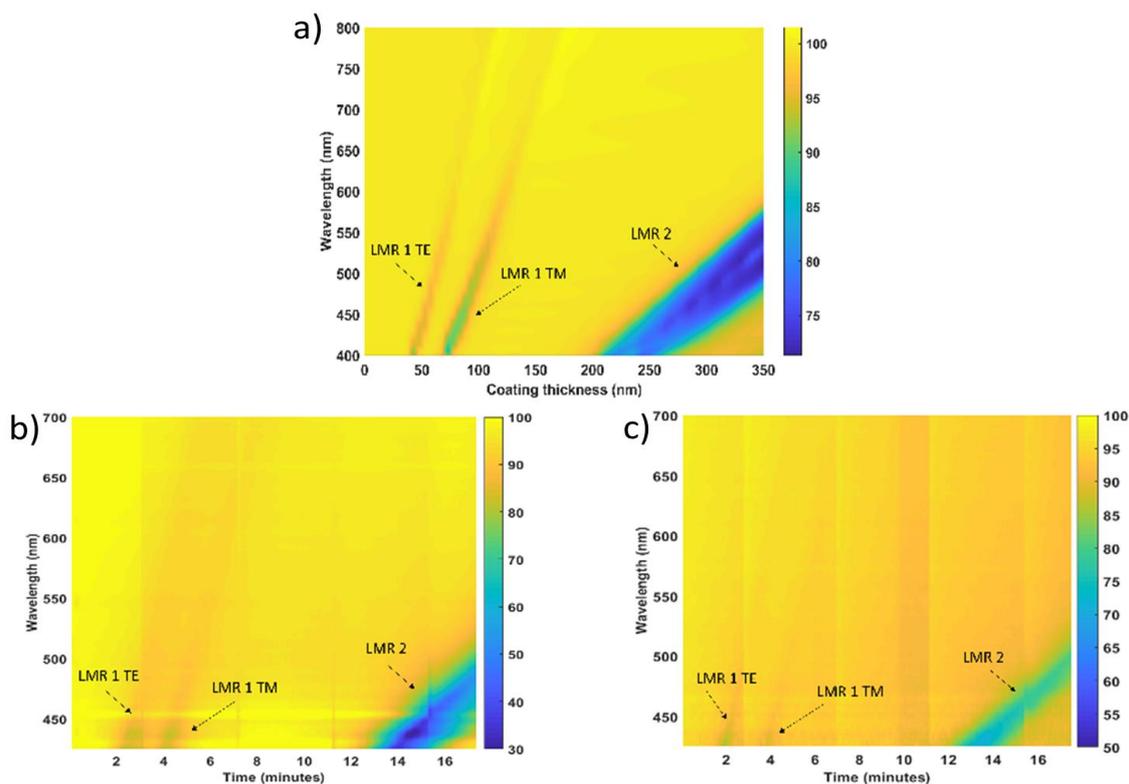


Fig. 4.2: Respuesta espectral del dispositivo óptico, a) simulación teórica en función del espesor del *thin film*, b) cubreobjetos en función del tiempo de deposición; c) portaobjetos de vidrio en función del tiempo de deposición.

4.2 Sensores basados en LMR

La configuración experimental utilizada en este capítulo se describe en la Fig. 4.3. Una fibra óptica multimodo se conecta a una fuente de banda ancha de tungsteno-halógeno. Esta fibra se colocó frente a uno de los laterales de una guía de ondas y la luz de salida fue recogida por otra fibra óptica multimodo, del mismo tipo que la anterior, cuyo extremo se conectó a un espectrómetro (VIS/NIR). Como guías de ondas, se utilizaron portaobjetos de microscopio y cubreobjetos, ambos de vidrio de cal sodada (soda lime silica glass) [23], el material más convencional utilizado para estos aunque existe una amplia gama de materiales. La guía de ondas se colocó sobre polimetilmetacrilato (PMMA), cuya única función consiste en sostener dicha guía de ondas y alinear correctamente las fibras a ambos lados de la misma. El espesor del sustrato de PMMA fue de 5 mm [24].

La configuración utilizada se introdujo en una máquina de pulverización catódica (*sputtering*) para depositar el *thin film*, utilizada en cada caso como sensor en la guía de ondas. Los valores de presión utilizados durante la deposición fueron en todos los casos los mismos, así como la distancia del target a la cual se colocó la guía de ondas.

Durante el proceso de deposición, se utilizó una máscara para evitar que se depositara material en los bordes de la guía de ondas y las puntas de la fibra por donde se guía la luz.

Después de la deposición, y durante la etapa de mediciones, se insertó un polarizador lineal entre la salida de la fibra óptica que proyectaba luz en la guía de ondas y la guía de ondas en sí. Esto permite excitar la guía de ondas con luz polarizada linealmente, lográndose así la separación de los modos TE o TM, haciéndolos más profundos y fáciles de monitorizar cuando el dispositivo se usa como sensor.

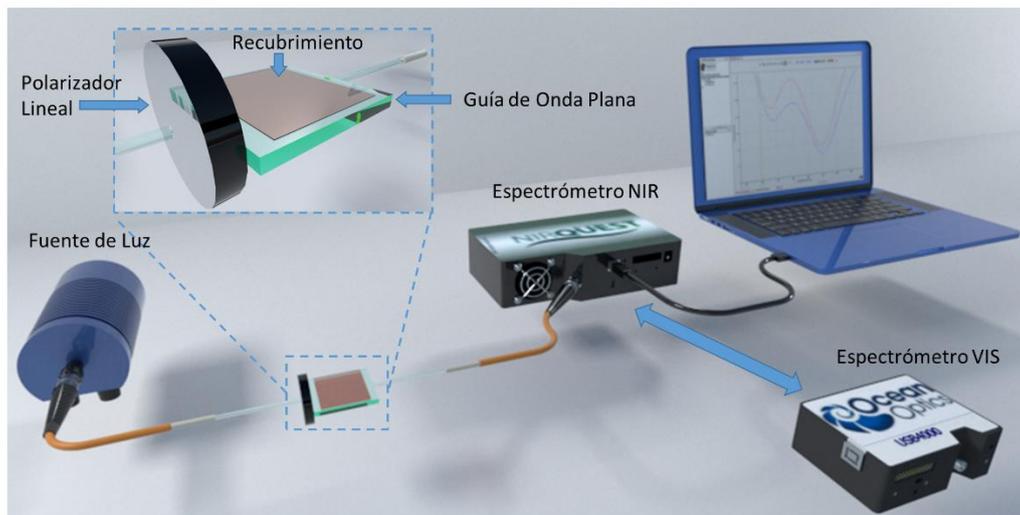


Fig. 4.3: Configuración experimental utilizada donde se muestra una guía de ondas plana (cubreobjetos de microscopio), la posición del polarizador utilizado y el recubrimiento de un material.

4.2.1 Sensor de humedad relativa (HR).

El conocimiento de este parámetro es importante en muchos procesos químicos, físicos o biológicos, siendo crítico en la calidad final de los productos biotecnológicos, farmacéuticos o alimentarios, así como en los lugares donde es necesario preservar la salud y el confort [25]–[27].

4.2.1.1 Proceso de fabricación.

A modo de comparación, se analizaron dos casos: un portaobjetos y un cubreobjetos ambos de vidrio. Este último es más delgado ($150\ \mu\text{m}$) que el portaobjetos ($1.05\ \text{mm}$). El material seleccionado para el nanorecubrimiento fue ITO, un material ampliamente explorado en sensores basados en LMRs [8], [16], que permite comparar su comportamiento frente al estado del arte previo. Con respecto al rango de longitud de onda bajo análisis, se seleccionó el rango VIS/NIR (de 400 a $1000\ \text{nm}$) debido a que las fuentes de luz y los detectores en estos rangos están disponibles a un costo relativamente bajo.

Los resultados presentados aquí muestran que los LMRs se pueden generar con ambos sustratos (portaobjetos de vidrio estándar y cubreobjetos), aunque su rendimiento es ligeramente diferente.

En la Fig. 4.4 a), se muestra una imagen microscópica de la deposición de ITO. El índice de refracción y el coeficiente de extinción del *thin film* del ITO también se caracterizaron con el elipsómetro, Fig. 4.4 b). El espesor estimado del recubrimiento fue de 362.5 nm, lo que concuerda bien con el valor obtenido con el microscopio SEM.

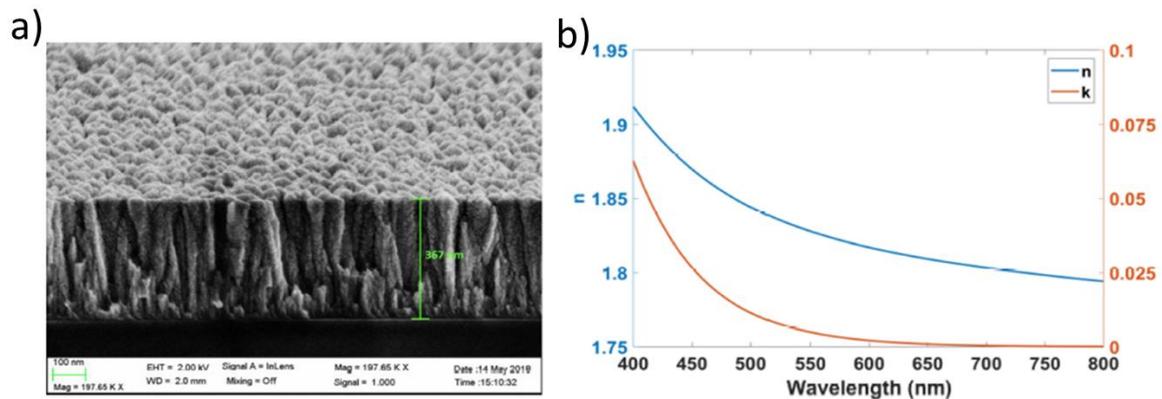


Fig. 4.4: Imagen obtenida con el microscopio SEM que muestra el espesor de la deposición de ITO. Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) del *thin film* de ITO.

Por otro lado, de acuerdo con las reglas de diseño de los sensores basados en LMRs, la sensibilidad más alta se obtiene con el primer LMR [3], [12]. Sin embargo, este es difícil de detectar porque desaparece a medida que se incrementa la deposición y la resonancia se desplaza a longitudes de onda superiores (Fig. 4.3). Esta es la razón por la que se utiliza el segundo LMR como sensor de humedad, aunque tiene una sensibilidad menor [3], [12].

Analizando en función de la intensidad de la señal, se puede encontrar una diferencia importante (Fig. 4.5). La intensidad de las resonancias en el cubreobjetos (46%) es mayor que la del portaobjetos de vidrio (12%), debido a que la guía de ondas es más gruesa (1.05 mm) y, en consecuencia, el campo evanescente es menor, mientras que ocurre lo contrario para el cubreobjetos (150 μm). Este resultado concuerda nuevamente con lo observado con la fibra óptica, donde las fibras ópticas con diámetro reducido presentaron resonancias más profundas que la fibra multimodo estándar [28].

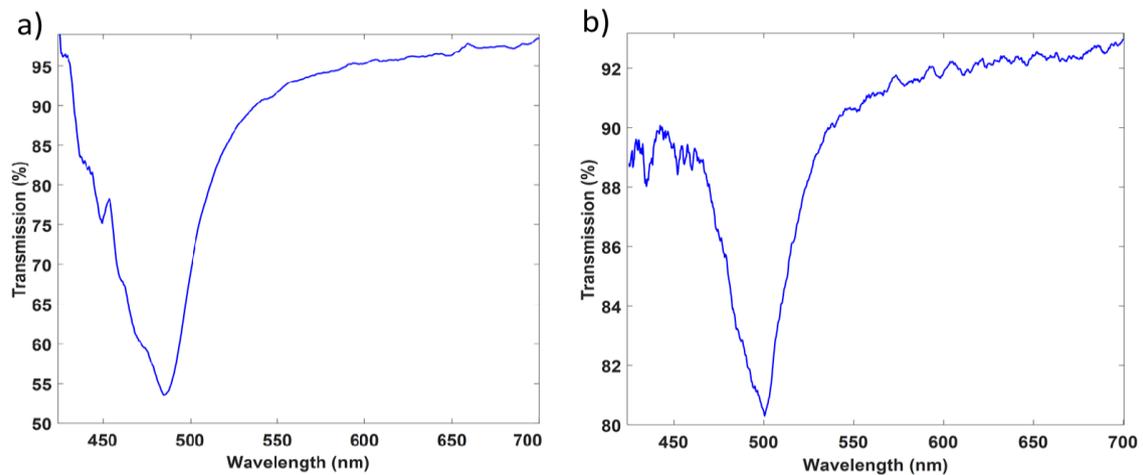


Fig. 4.5: Espectros ópticos del segundo LMR después de 16 minutos de deposición de ITO, a) cubreobjetos, b) portaobjetos de vidrio. El LMR se obtiene aproximadamente a la misma longitud de onda y es más profundo en el caso del cubreobjetos.

4.2.1.2 Resultados experimentales.

Para la caracterización de las guías de ondas se utilizó una cámara climática, donde se realizaron dos tipos de pruebas. Una basada en rampas de 30 a 90% y 90 a 30% de HR (Fig. 4.6) y la otra en escalones de 10%, en el mismo rango (Fig. 4.7).

Para evitar derivas de señal, se aplicó previamente un tratamiento térmico en presencia de una alta humedad relativa antes de caracterizar el sensor, siguiendo un método similar al utilizado en [29]. Los parámetros fueron 85% de HR y una temperatura de 50°C durante 16 horas.

Los resultados muestran un cambio de longitud de onda de 7 nm (sensibilidad 0.116 nm/% de HR) para el cubreobjetos, mientras que para el portaobjetos de vidrio el cambio de longitud de onda es de 5 nm (sensibilidad 0.083 nm/% de HR).

Además, el cubreobjetos permite un mejor seguimiento de la evolución de la señal gracias a su resonancia más profunda. Este efecto es más evidente en la Fig. 4.7, donde la humedad se modifica en pasos y la respuesta a la presencia de ruido es mejor.

Si comparamos estos resultados con sensores de fibra óptica basados en LMRs depositados con ITO (sensibilidad 0.283 nm/% de HR), la sensibilidad es menor, pero hay que señalar que aquí estamos trabajando con el segundo LMR, que típicamente presenta una sensibilidad menor [30].

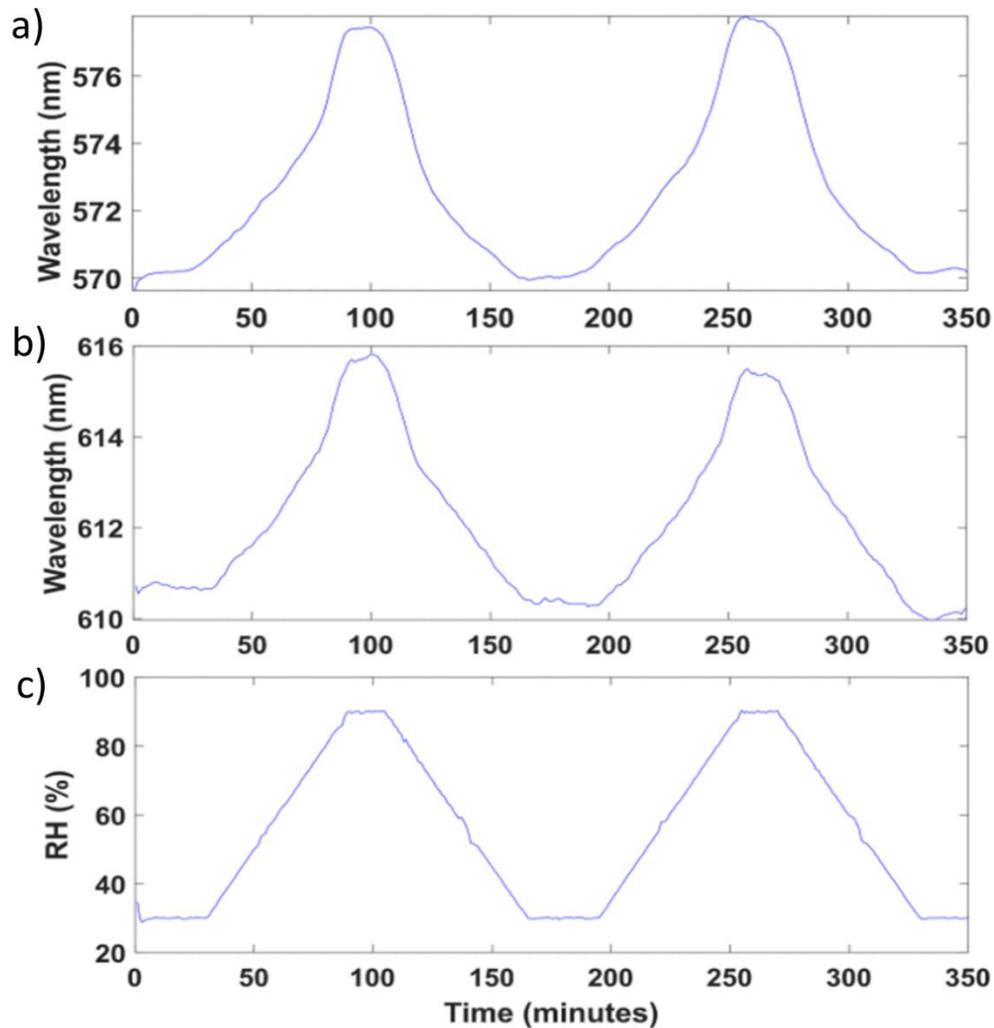


Fig. 4.6: Desplazamiento de longitud de onda en función de la Humedad Relativa (HR) en rampas del 30 al 90%, a) cubreobjetos, b) portaobjetos, c) medida del sensor electrónico.

También se observa que la respuesta de los dos sensores es similar y no lineal, siendo más sensible a alta humedad relativa en comparación con baja humedad relativa. En ambos casos, el rango de humedad relativa se puede dividir en dos regiones (30 a 65% y 65 a 90%). La HR en el rango de 65% a 90% muestra una sensibilidad de 0.212 nm/%, mientras que en el rango de 30% a 65% se obtiene una sensibilidad de 0.0657 nm/% de HR.

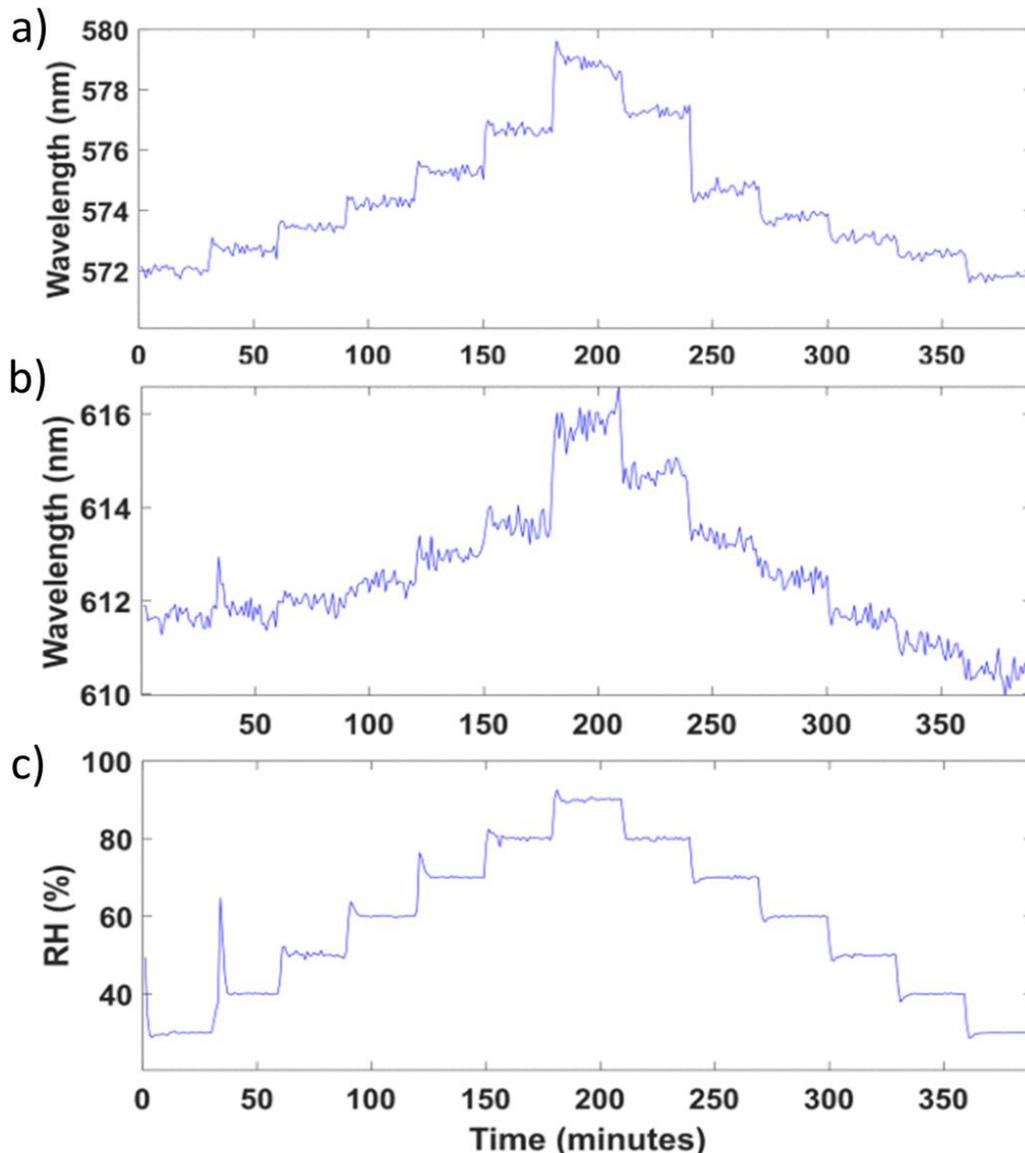


Fig. 4.7: *Desplazamiento de longitud de onda del sensor frente a variaciones de la HR del 30 al 90% en pasos del 10%, a) cubreobjetos, b) portaobjetos c) medida del sensor electrónico.*

En la Fig. 4.8, la sensibilidad cruzada a la temperatura se analizó en un rango de 20°C a 50°C para el portaobjetos de vidrio revestido con ITO. Se observan algunas fluctuaciones al introducir cambios de temperatura, pero en promedio el efecto de la temperatura en este rango analizado es insignificante en comparación con el cambio de longitud de onda observado en función de la humedad.

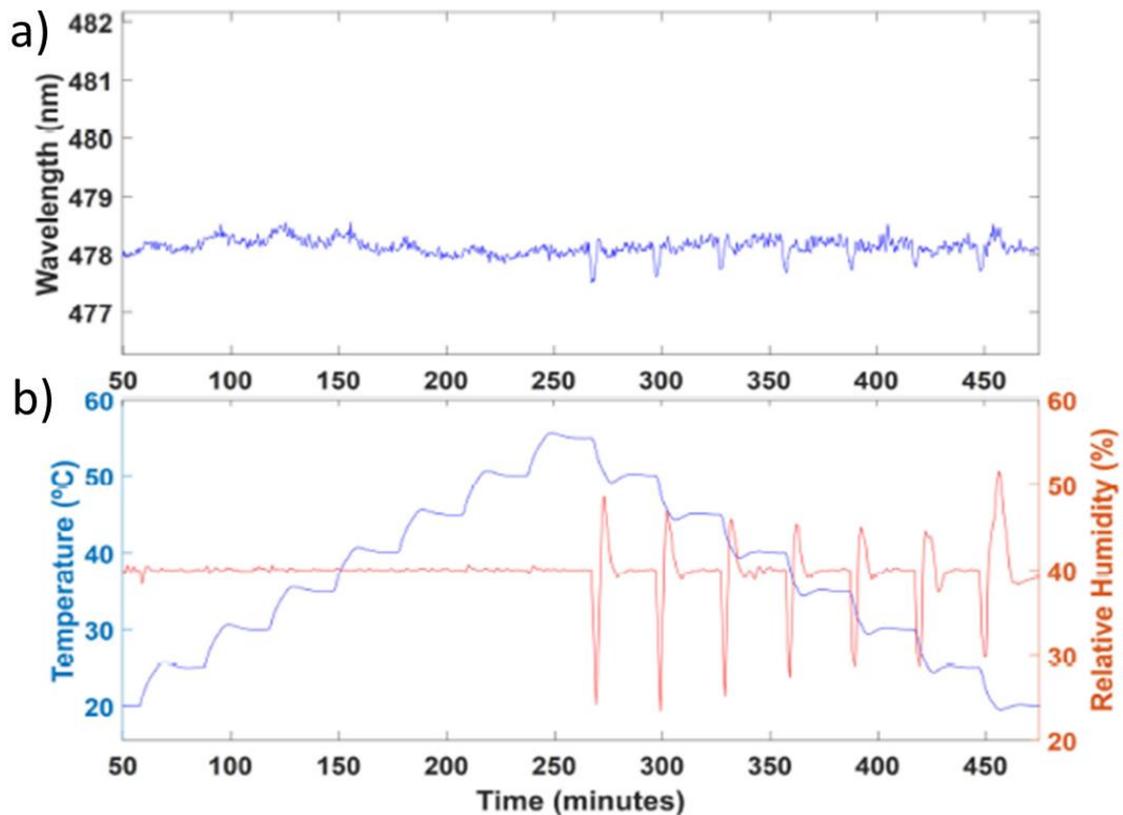


Fig. 4.8: Sensibilidad cruzada de temperatura y humedad del sensor recubierto de ITO, a) longitud de onda central de la resonancia, b) medidas del temperatura y humedad.

Finalmente, en la Fig. 4.9 se analiza la histéresis de los sensores, donde se aprecia una variación máxima de 0.7 nm en ambos dispositivos. Esta se atribuye a las propiedades del ITO utilizado como *thin film* [10].

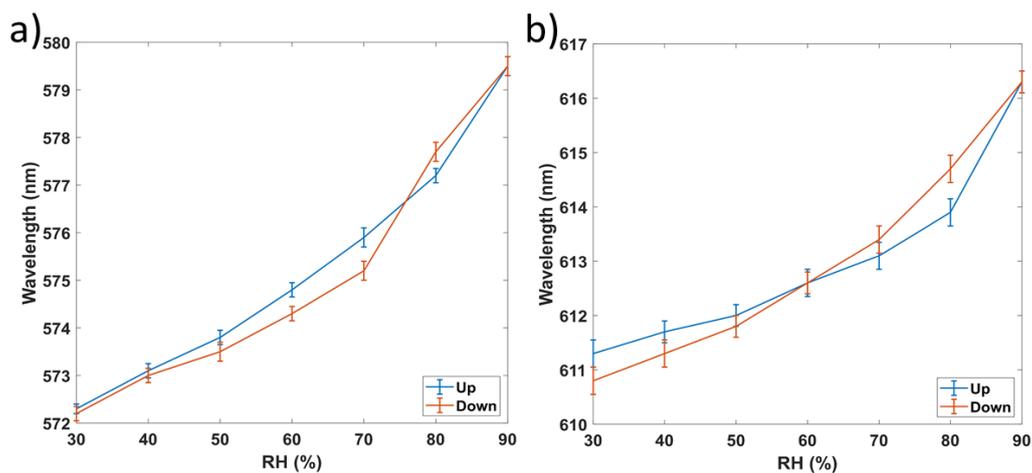


Fig. 4.9: Variación de la longitud de onda central del LMR con la HR, a) cubreobjetos, b) portaobjetos.

4.2.2 Sensor de índice de refracción.

En este apartado se presenta el desarrollo de un sensor de medición de índice de refracción, donde el desplazamiento de longitud de onda y la calidad de las resonancias son similares a los

obtenidos con la configuración de Kretschmann y la fibra óptica, con la ventaja de ser una configuración fácil de manejar que evita la necesidad de los empalmes de fibra óptica. La razón para desarrollar un refractómetro es que el índice de refracción es el parámetro típico para evaluar la sensibilidad y el rendimiento de un dispositivo óptico [31]. Este paso previo se emplea en cualquier tipo de sensor óptico previamente a su utilización como biosensor, sensor químico, sensor ambiental, etc. Además de lo anterior, se demuestra que es posible separar ambas polarizaciones TE y TM después de generado el LMR utilizando esta nueva plataforma.

4.2.2.1 Caracterización del primer y segundo LMR.

Tanto el cubreobjetos como el portaobjetos de vidrio llevaron a la generación del segundo LMR, recubiertos con In_2O_3 de 276 nm de espesor (Fig. 4.10 a) y b)). Un segundo cubreobjetos se depositó hasta obtener el primer LMR, resultando en un espesor del *thin film* de 74 nm, Fig. 4.10 c).

En la Fig. 4.11, se presentan los espectros ópticos al final de la deposición para ambas guías de ondas. En ambos casos, se puede observar una resonancia centrada en 480-500 nm. Sin embargo, después de que se extrajo el sensor de la máquina de *sputtering*, (gráficos negros en la Fig. 4.11), para ambas guías de ondas, se produjo un desplazamiento de la resonancia en longitud de onda hacia el rojo y una reducción en la profundidad de esta, lo que fue causado por el cambio de atmosfera de vacío a aire.

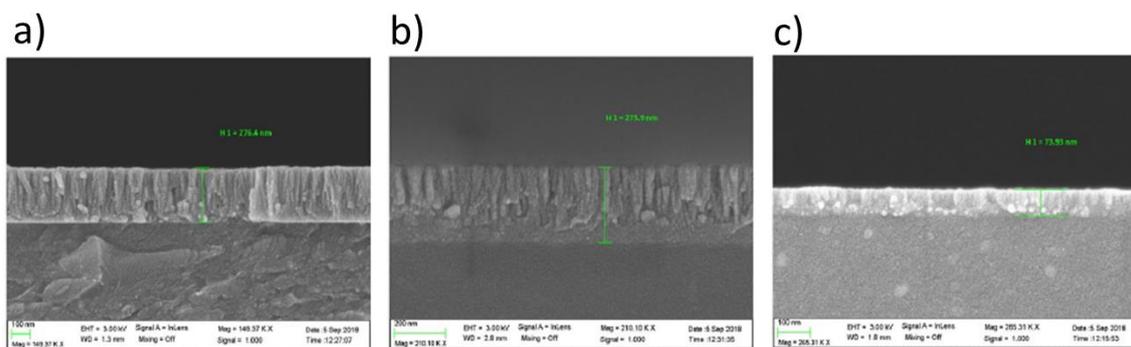


Fig. 4.10: Imagen FESEM de la sección transversal de los *thin film* con In_2O_3 : a) cubreobjetos con 276 nm de espesor (segundo LMR), b) un portaobjetos con 276 nm de espesor (segundo LMR), c) un cubreobjetos con *thin film* de 74 nm (primer LMR).

Una vez depositadas las guías de ondas, se introduce el polarizador lineal en la configuración demostrándose que tanto el LMR_{TE} como el LMR_{TM} se pueden obtener por separado (gráfico verde y rojo en la Fig. 4.11). Este proceso, es más complicado de lograr con una fibra óptica donde se requiere el uso de fibras especiales, como una fibra de tipo D, y la introducción de un polarizador en línea y un controlador de polarización [32], [33].

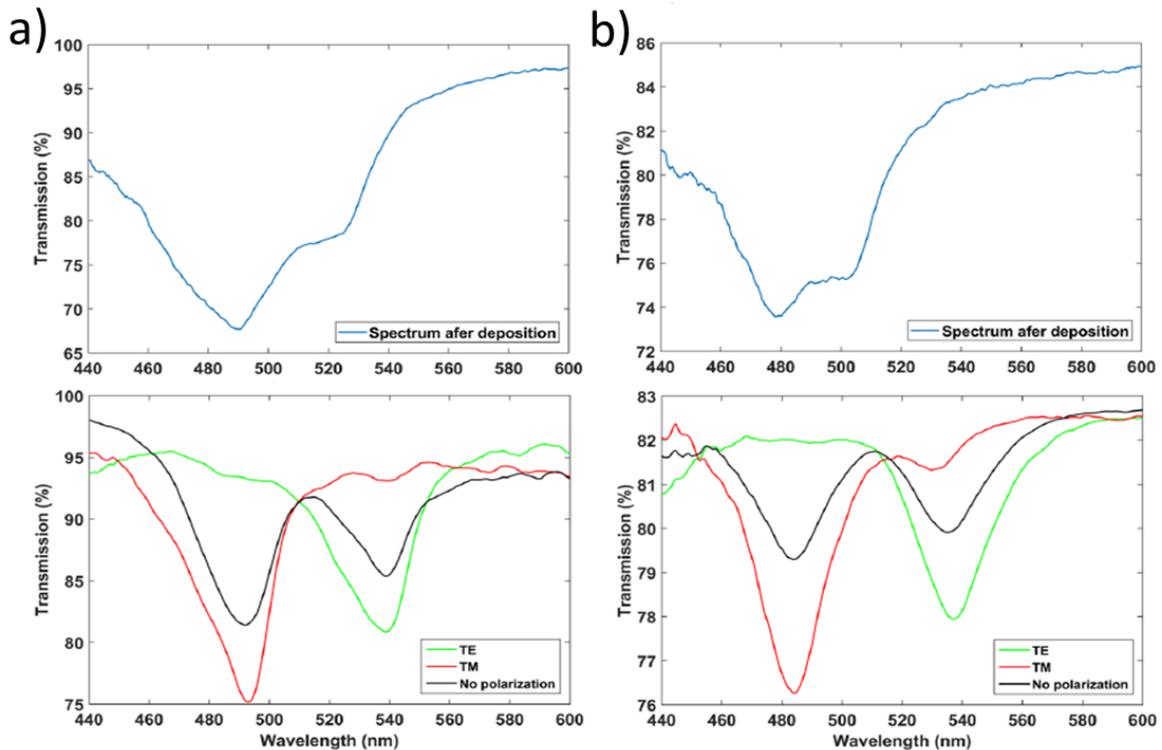


Fig. 4.11: Espectro óptico después de la deposición del thin film de In_2O_3 en guías de ondas planas, a) un cubreobjetos, b) portaobjetos. El gráfico azul muestra el espectro en vacío al final de la deposición, el negro muestra el espectro después de la deposición en el aire y los gráficos verde y rojo corresponden al espectro obtenido con luz polarizada TE y TM, respectivamente.

Como ya ha sido demostrado, el segundo LMR es menos sensible que el primero [3], [12]. Esto se muestra en la Fig. 4.2, donde es fácil observar que el cambio de longitud de onda en función del espesor (la pendiente del desplazamiento de la resonancia durante la deposición) fue más lento para el segundo LMR en comparación con el primer LMR_{TE} y LMR_{TM} . Por esta razón el segundo LMR se utilizó para una caracterización de un rango de índice de refracción circundante (SRI) más amplio sin correr el riesgo de que la resonancia se salga del rango de longitud de onda monitorizado en la configuración experimental. En consecuencia, el espectro óptico se registró en el aire ($\text{SRI} = 1$) y en diferentes soluciones con índices de refracción que van desde 1.333 a 1.508.

Es fácil observar, a partir de la Fig. 4.11, que el cubreobjetos es una mejor opción en términos de visibilidad de las resonancias en comparación con el portaobjetos. Para el primero (Fig. 4.11 a), se observa una disminución de potencia del 15 y 20% para las resonancias TE y TM, respectivamente mientras que para el portaobjetos la profundidad de las resonancias TE y TM es de solo el 4 y 6%, respectivamente (Fig. 4.11 b).

Con el cubreobjetos, que es más fino, se incrementa el campo evanescente de los modos, como ocurre con las fibras ópticas, donde se ha observado que las resonancias son más profundas

cuando se reduce el diámetro de la fibra [28]. Esta es la razón por la que las pérdidas en la región de la resonancia son mayores con un cubreobjetos, es decir, con una guía de ondas más delgada.

4.2.2.2 Resultados experimentales.

Para probar los sensores como refractómetros, se prepararon soluciones de glicerina y se agitaron durante varias horas, obteniéndose diferentes índices de refracción. A estas soluciones se les midieron sus índices de refracción a una longitud de onda de 589 nm con un refractómetro comercial. Los valores obtenidos para el agua y disolución al 6%, 17% y 28% de glicerol en agua se correspondieron con los valores 1.333, 1.341, 1.357 y 1.372, respectivamente. Para obtener un conjunto más amplio de índices de refracción como los representados en las Figs. 4.13 y 4.14, también se utilizaron los siguientes líquidos de índice de refracción de Cargille Serie A y Serie AA: 1.404, 1.432, 1.452, 1.492, 1.500 y 1.508 [34].

Como señal de referencia se utilizó una guía de ondas del mismo tipo no depositada. Posteriormente, se reemplazó por la depositada y se tomó la señal del sensor. Las soluciones utilizadas para las mediciones fueron vertidas sobre el *thin film* depositado en los sensores.

4.2.2.3 Optimización de la sensibilidad con el primer LMR.

Como se indicó anteriormente, la sensibilidad del primer LMR es superior a la del segundo, idea que se basa en el desplazamiento de longitud de onda de las resonancias y en los resultados obtenidos de los LMRs publicados con guías de ondas de fibra óptica [3]. Sin embargo, los resultados presentados en la Fig. 4.2, muestran una dificultad adicional y es que el desplazamiento de longitud de onda es mayor por lo que será difícil monitorizar un rango amplio de índices de refracción como el de las Figs. 4.13 y 4.14.

En este caso solamente se trabajó con el cubreobjetos, sobre la base de lo ya obtenido durante la monitorización, donde la guía de ondas del cubreobjetos es la mejor opción para trabajar con el primer LMR ya que su resonancia es más visible y es más fácil detener el proceso de *sputtering* adecuadamente.

La Fig. 4.12 muestra los resultados correspondientes al primer LMR generado con una guía de ondas de cubreobjetos nanorecubierta. Los LMR_{TM} y LMR_{TE} se obtuvieron en diferentes rangos de longitud de onda, 490–540 nm y 730–780 nm, respectivamente. El resultado más importante es el aumento de sensibilidad obtenido con el primer LMR. En la polarización TE, la sensibilidad en el rango de 1.333–1.357 fue de 929 nm/RIU, lo que significa un aumento de sensibilidad de 7 veces en comparación con la sensibilidad lograda con el segundo LMR_{TE} . Con respecto al primer

LMR_{TM}, su sensibilidad fue de 815 nm/RIU en el rango de 1.333-1.372, lo que significa un aumento de 5 veces en la sensibilidad en comparación con el segundo LMR.

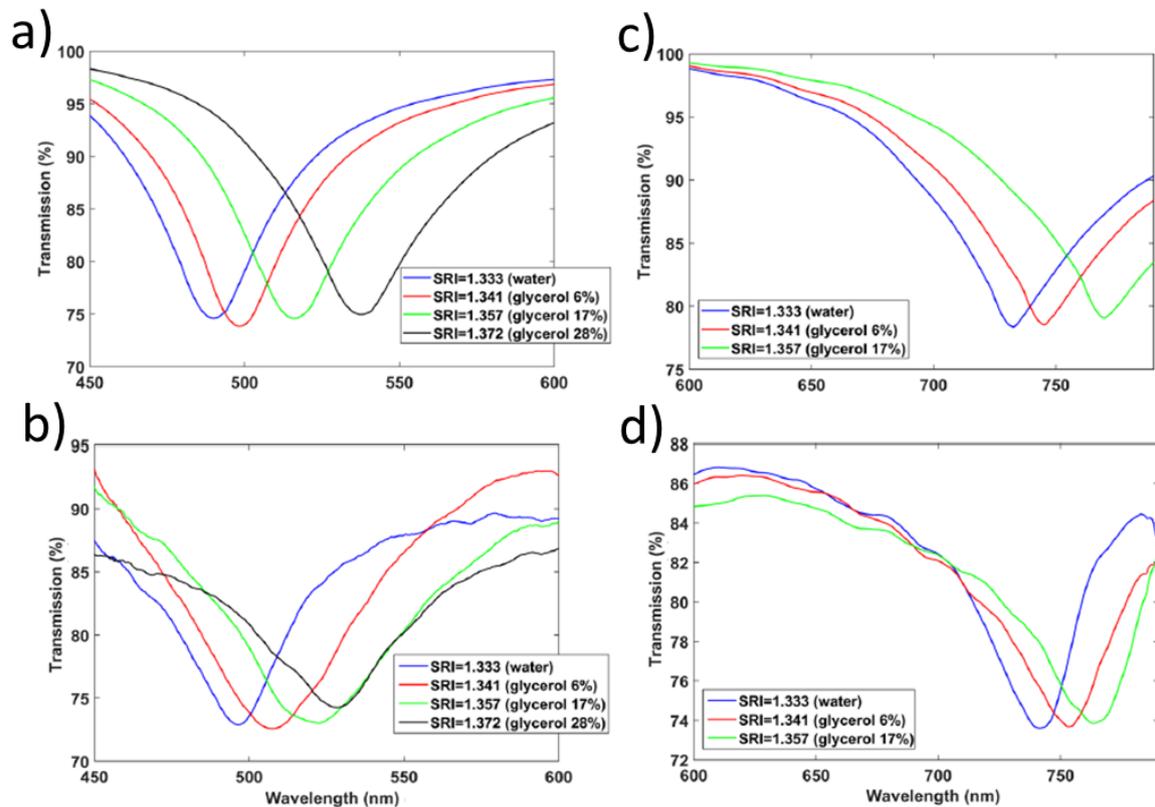


Fig. 4.12: Espectros de transmisión del cubreobjetos recubierto de In_2O_3 , a) simulados, b) experimentales (polarización TM), c) simulados, d) experimentales (polarización TE).

En los espectros ópticos correspondientes al segundo LMR TE y TM se puede apreciar que la profundidad de la resonancia es diferente dependiendo de la guía de ondas (Figs. 4.13 y 4.14), mientras que el desplazamiento de longitud de onda de LMR_{TE} y LMR_{TM} es similar, Fig. 4.15. Por el contrario, el cambio de longitud de onda es muy similar en ambas guías de ondas bajo análisis, lo que también concuerda con la Fig. 4.2, donde el desplazamiento espectral fue similar para el cubreobjetos y el portaobjetos.

Otra coincidencia importante es que la sensibilidad es mayor en la medida en que aumenta el índice de refracción externo, fenómeno que también se observa en las fibras ópticas. Para el cubreobjetos, la sensibilidad en el rango de 1.333-1.372 fue de 125 nm/RIU para la polarización TE y 162 nm/RIU para la polarización TM, mientras que en el rango de 1.492-1.508 la sensibilidad fue de 1375 nm/RIU para la polarización TE y 731 nm/RIU para polarización TM. Este aumento de sensibilidad para valores más altos del índice de refracción externo, también se ha visualizado en LMRs obtenidos con fibras ópticas.

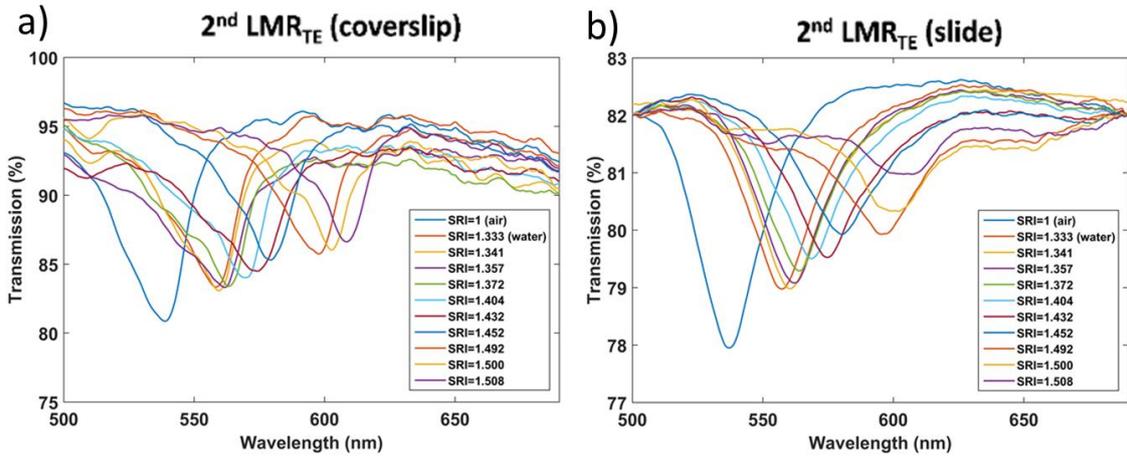


Fig. 4.13: Espectros de transmisión de guías de ondas recubiertas de In_2O_3 con polarización TE y desplazamiento frente a índices de refracción, a) cubreobjetos, b) portaobjetos.

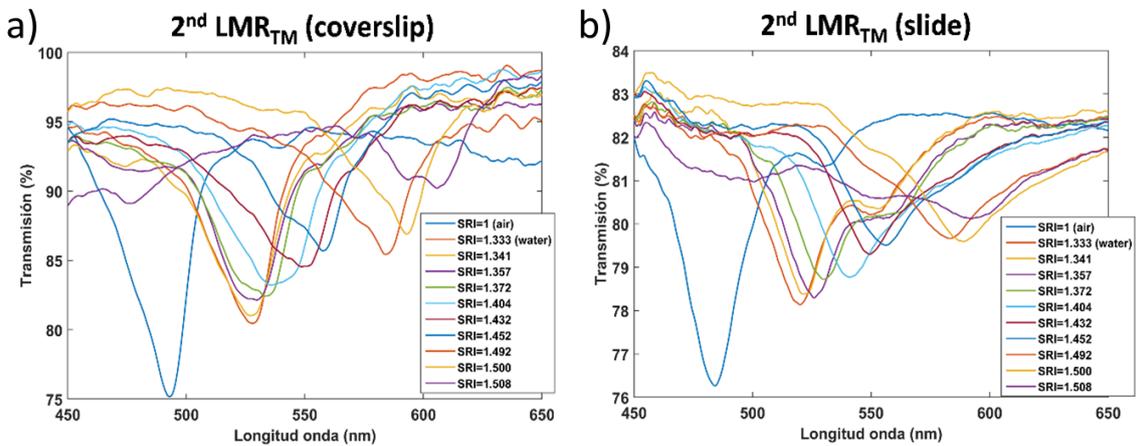


Fig. 4.14: Espectros de transmisión de guías de ondas recubiertas de In_2O_3 con polarización TM y desplazamiento frente a índices de refracción, a) cubreobjetos, b) portaobjetos.

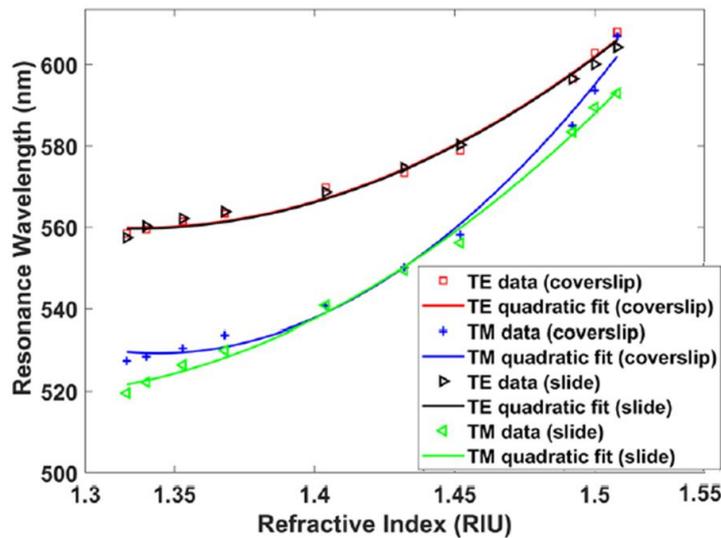


Fig. 4.15: Desplazamiento de las resonancias en función del índice de refracción circundante (SRI). En color rojo y azul, los datos TE y TM (cubreobjetos) representan el cambio de longitud de onda del segundo LMR_{TE} y LMR_{TM} respectivamente. En color negro y verde, los datos TE y TM (portaobjetos) representan el cambio de longitud de onda del segundo LMR_{TE} y LMR_{TM} respectivamente.

4.2.3 Caracterización de diferentes materiales en la generación de un LMR.

Una vez analizados los resultados a partir del refractómetro basado en óxido de indio, se decidió estudiar otros refractómetros utilizando diferentes materiales como recubrimiento, para comparar su comportamiento. Para esto se seleccionaron materiales como el ITO, óxido de estaño negro o SnO_{2-x} (por simplicidad se le llamará en lo sucesivo SnO_2) el CuO , los que fueron depositados utilizando la misma técnica que en el caso anterior. Durante la deposición por *sputtering* se emplearon diferentes intensidades de corrientes, dependiendo del material: 150 mA para ITO, 80 mA para SnO_2 y 70 mA para el CuO .

4.2.3.1 Resultados experimentales.

En la Fig. 4.16, se muestran los espectros después del proceso de deposición de los tres materiales. Es interesante observar que, para el recubrimiento de SnO_2 , el primer LMR_{TE} está presente a unos 570 nm como lóbulo lateral y el LMR_{TM} es visible a una longitud de onda más corta (450 nm), como se observa en trabajos previos [35]. El espectro de CuO es más amplio, debido a que sus resonancias TE y TM son más profundas y se superponen [12]. Finalmente, para el recubrimiento de ITO hay una resonancia TE poco profunda y difícil de distinguir ubicada a aproximadamente 630 nm, mientras que la LMR_{TM} es más fácil de visualizar aproximadamente a 400 nm.

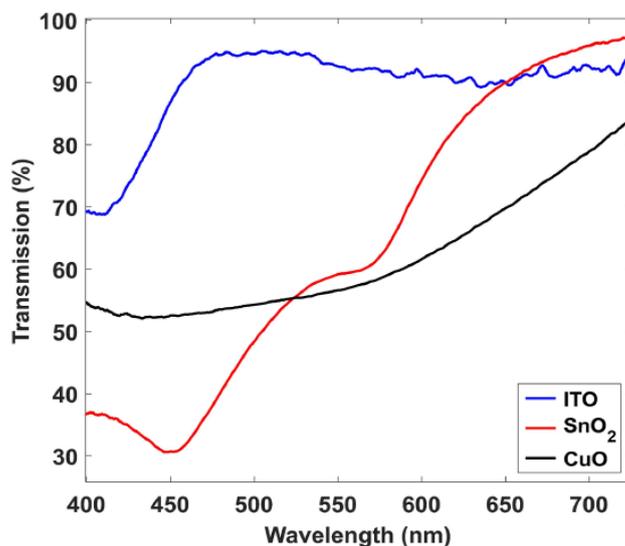


Fig. 4.16: Espectros ópticos después de una deposición de 3 minutos de tres materiales diferentes (ITO, SnO_2 , CuO) primer LMR.

Los cubreobjetos también se caracterizaron con la ayuda de un microscopio SEM y AFM. Las imágenes SEM se muestran en la Fig. 4.17, donde se puede ver que el espesor de CuO es 50 nm,

más delgado que el espesor de 70 nm y 83 nm de los recubrimientos de ITO y SnO₂, respectivamente.

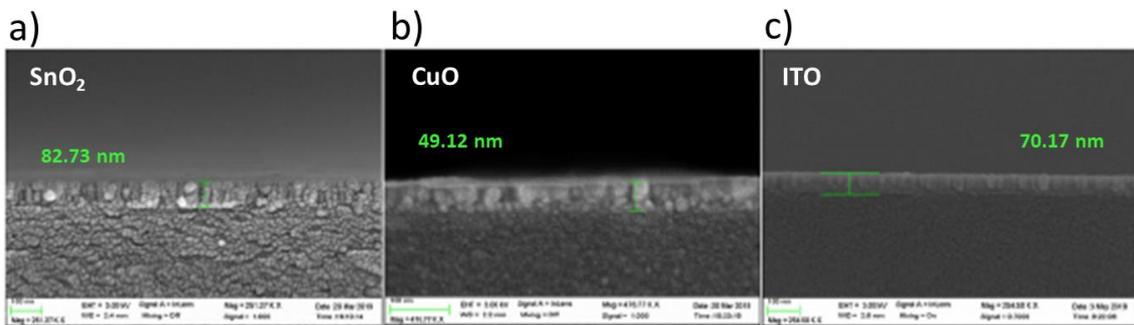


Fig. 4.17: Imágenes de microscopio SEM que muestran los espesores de los diferentes materiales depositados en los cubreobjetos, a) thin film de SnO₂ de 82.73 nm de grosor, b) thin film de CuO de 49.12 nm de grosor, c) thin film de ITO de 70.17 nm de grosor.

Los resultados obtenidos con el microscopio AFM en la Fig. 4.18, presentan una concordancia general con los resultados de SEM mostrados previamente en la Fig. 4.17.

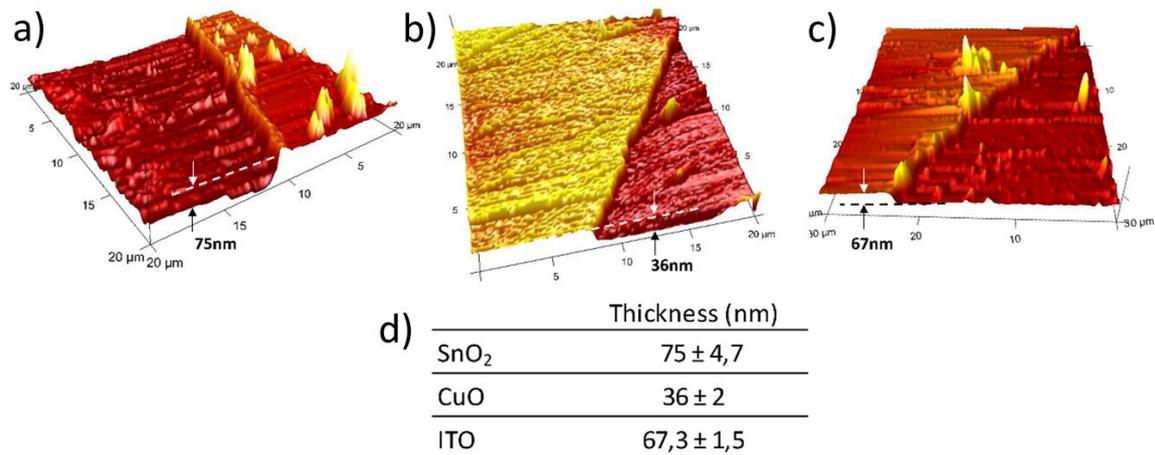


Fig. 4.18: Imágenes de microscopio AFM que muestran el grosor y rugosidad de los diferentes materiales depositados en los cubreobjetos, a) SnO₂, b) CuO, c) ITO. Los valores obtenidos concuerdan con las medidas de la microscopio SEM.

Finalmente, las curvas de dispersión de los nanorecubrimientos se obtuvieron con la ayuda del elipsómetro. En la Fig. 4.19, es interesante observar que el índice de refracción de los materiales en el rango de 400 a 1000 nm, la región donde se caracterizaron los dispositivos como refractómetro, oscila entre 1.85 y 1.95 en el caso de SnO₂, de 2.15 y 2.35 en el caso de CuO y de 1.9 a 2.1 en el caso de ITO.

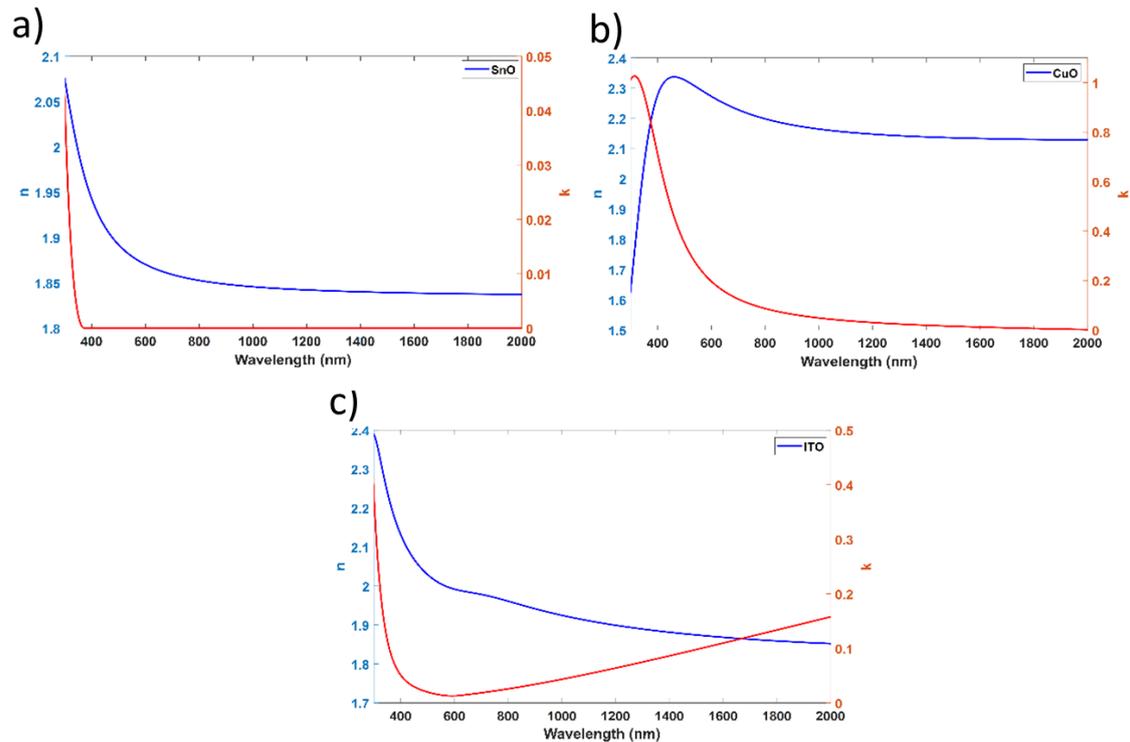


Fig. 4.19: Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) de los materiales depositados, a) SnO_2 , b) CuO , c) ITO .

Estos valores concuerdan bien con los espesores de recubrimiento presentados en las Figs. 4.17 y 4.18, porque es sabido que la sensibilidad al espesor de los LMRs, es decir, el cambio de longitud de onda de la resonancia por el aumento del espesor, depende del índice de refracción del recubrimiento [3], [12], por lo que el LMR correspondiente al material con mayor índice de refracción debe obtenerse con un recubrimiento más fino. En este sentido, el CuO es el material con mayor índice de refracción y presenta el menor espesor. En cuanto al segundo material con mayor índice de refracción, ITO , su recubrimiento es el segundo en orden de espesor, mientras que el material con menor índice de refracción, SnO_2 , presenta el recubrimiento más grueso.

El alto índice de refracción del óxido de cobre concuerda con lo planteado en la literatura, donde se afirma que este, en sus diferentes formas (CuO y Cu_2O), presenta un índice de refracción muy alto [36]. La gran diferencia entre CuO y los otros dos materiales aquí utilizados (ITO y SnO_2), es que el ITO es fabricado en base a óxido de indio y estaño. Por lo tanto, parece lógico que el CuO presente una curva de dispersión bastante diferente, siendo las otras dos muy similares, y una afirmación hecha en base a los sensores desarrollados sobre fibra óptica es que, de acuerdo con las reglas de diseño para sensores basados en LMRs, un índice de refracción de recubrimiento más alto también induce una sensibilidad de índice de refracción más alta [3], [12].

Para comprobar la validez de esta afirmación, la región recubierta se sumergió secuencialmente en varias soluciones de glicerina. Los resultados obtenidos se pueden observar en las Figs. 4.20, 4.21 y 4.22, donde se muestra el desplazamiento de la longitud de onda de las resonancias TE y

TM obtenido con cubreobjetos recubiertos de SnO₂, CuO e ITO respecto al aumento del índice de refracción. Para una comparación más precisa, en la Fig. 4.23, se muestra el desplazamiento de la longitud de onda del LMR obtenido con los tres materiales en función del índice de refracción.

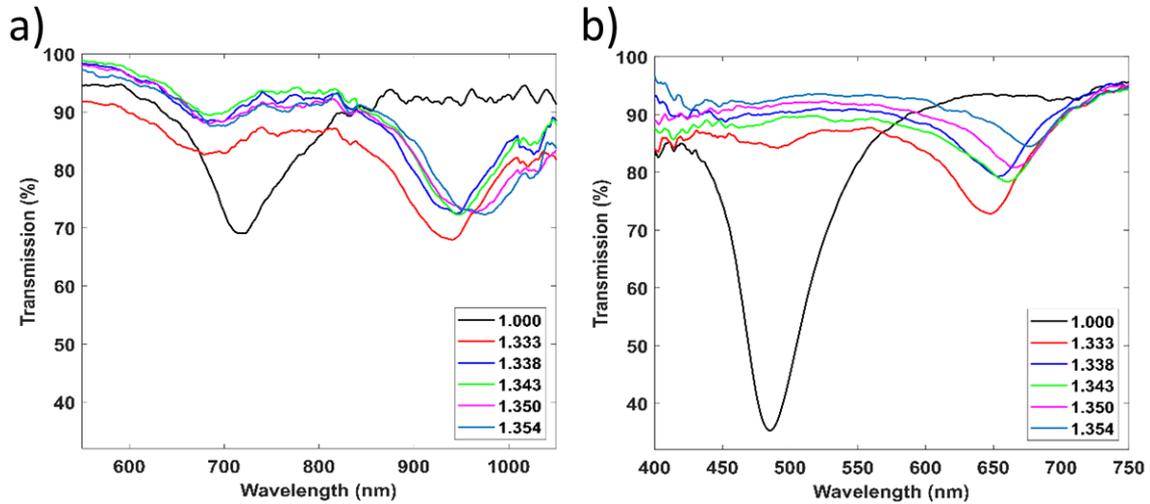


Fig. 4.20: Desplazamiento de los espectros de transmisión de cubreobjetos recubiertos de SnO₂ frente a diferentes índices de refracción, a) polarización TE, b) polarización TM.

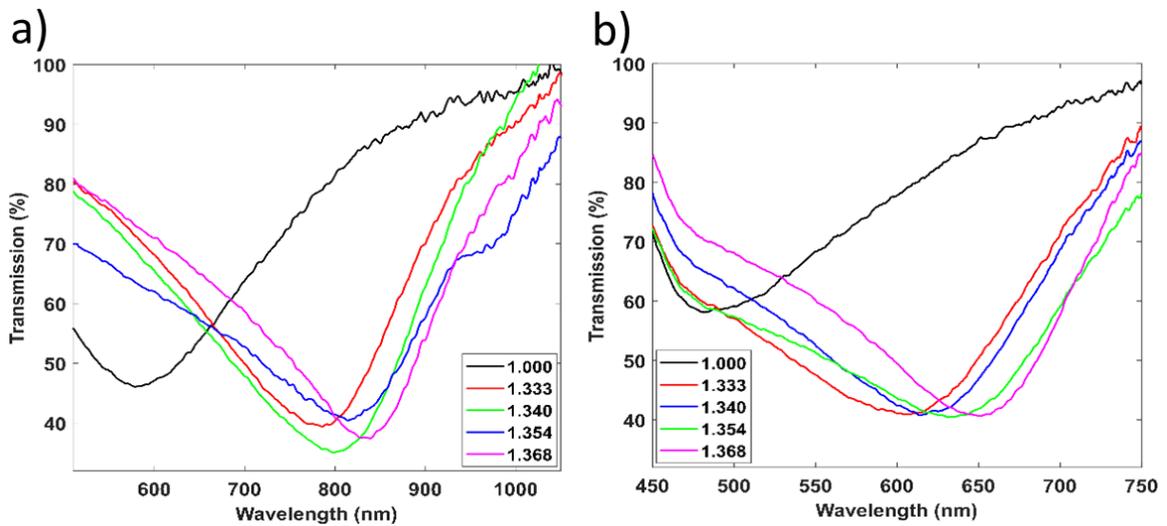


Fig. 4.21: Desplazamiento de los espectros de transmisión de cubreobjetos recubiertos de CuO frente a diferentes índices de refracción, a) polarización TE, b) polarización TM.

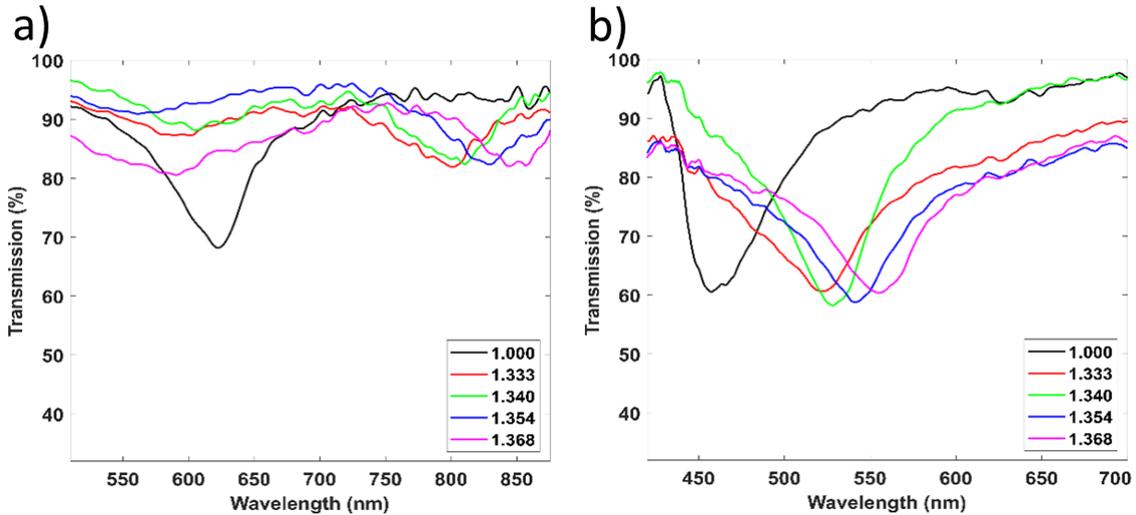


Fig. 4.22: Desplazamiento de los espectros de transmisión de cubreobjetos recubierto de ITO frente a diferentes índices de refracción, a) polarización TE, b) polarización TM.

La primera comparación será entre sensores CuO e ITO, cuyas resonancias en la Fig. 4.23 se ubican en longitudes de onda similares, evitando así la influencia de la longitud de onda. Aquí es importante resaltar que, en el caso del CuO, no es posible obtener sobre el mismo cubreobjetos el índice de refracción tanto con polarización TE como con TM porque las resonancias correspondientes a estas polarizaciones están muy separadas y no encajan en el rango del espectrómetro.

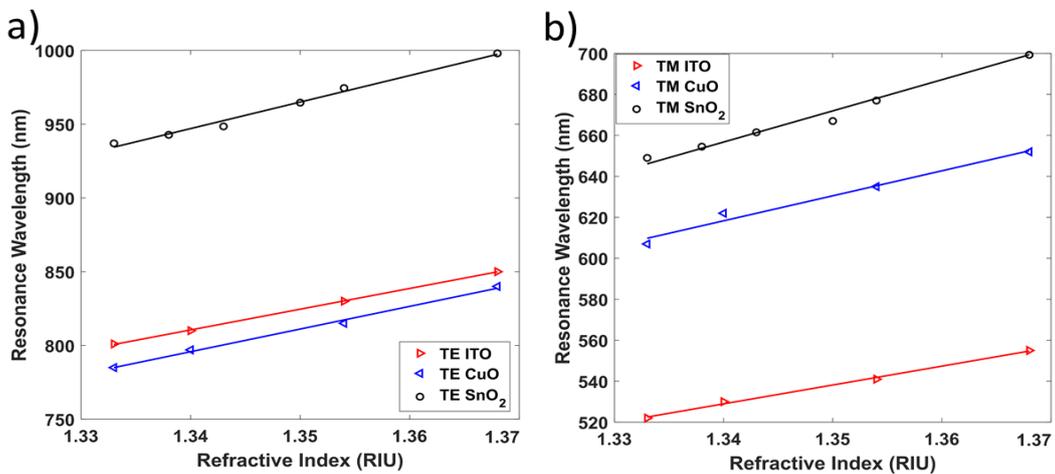


Fig. 4.23: Líneas de desplazamiento de la longitud de onda central de las resonancias en función del índice de refracción circundante (SRI) para los diferentes materiales (SnO₂, CuO e ITO), a) Polarización TE, b) Polarización TM.

En este sentido, los resultados para la resonancia TE se obtuvieron con el espesor de *thin film* presentado en las Figs. 4.17 y 4.18. Sin embargo, la resonancia TM del CuO, no fue visible con este espesor (una mayor separación de resonancia TE y TM en comparación con ITO y SnO₂ confirma la idea de una mayor sensibilidad al espesor del recubrimiento), por lo que fue necesario fabricar un nuevo dispositivo con un nanorecubrimiento de CuO más grueso. Si

comparamos el CuO con ITO, el primero presenta una mayor sensibilidad. En el caso del CuO, donde la resonancia TE se localiza a una longitud de onda más corta que la resonancia de ITO, la sensibilidad es un 10% mejor, mientras que, en el caso de TM, donde la resonancia de CuO se localiza a una longitud de onda mayor, se observa un 33% de mejora. Como promedio, se obtiene una mejora del 21.5% del CuO con respecto al ITO.

Comparando el ITO con el SnO₂, en principio debería ser difícil observar alguna diferencia porque los valores del índice de refracción del recubrimiento son muy similares (aproximadamente 0.1 unidades de índice de refracción) y el espesor de recubrimiento requerido para posicionar el LMR en el rango de longitud de onda visible solo difiere en 10 nm. Sin embargo, como se observa en la Fig. 4.23, los LMRs están muy separados en longitud de onda. La resonancia TE del SnO₂ en agua, se encuentra a una longitud de onda más alta en comparación con la resonancia TE de ITO (935 vs 780 nm). Lo mismo ocurre con la resonancia TM del SnO₂ en agua, que se encuentra a una longitud de onda más alta en comparación con la resonancia TM de ITO (650 vs 520 nm).

Esto provoca que la sensibilidad con SnO₂ sea superior a la de ITO (el aumento de la sensibilidad del índice de refracción en función de la longitud de onda es un fenómeno típico en los sensores ópticos [37], [38]).

Para concluir este apartado, conviene indicar que durante los últimos años el foco se ha centrado en encontrar materiales con alto índice de refracción, debido a que se ha demostrado que la sensibilidad aumenta con el índice de refracción de este, aunque también es cierto que esta no aumenta constantemente. Esto último se ha confirmado aquí: aunque hay una diferencia importante en el índice de refracción entre ITO, SnO₂ y CuO, la sensibilidad no se mejora mucho en función del índice de refracción porque todos ellos tienen un índice de refracción superior a 1.8 [12], valor a partir del que empieza a ralentizarse la mejora de longitud, mientras que hay otro parámetro que juega un papel importante en comparación con el índice de refracción: la longitud de onda central de la resonancia.

En los sensores basados en LMRs, este efecto es especialmente importante. Se ha observado que una resonancia colocada en longitudes de onda largas (1300-1500 nm) posee una sensibilidad cuyo factor aumenta en más de 3 comparado con una resonancia colocada en longitudes de onda cortas (600-700 nm) [37].

Todo esto explica que, en la Fig. 4.23, la sensibilidad del sensor de SnO₂ es mayor que la sensibilidad del sensor de CuO (aumento del 24% en comparación con CuO en la polarización TM y 17% en la polarización TE), aunque en este caso se puede destacar que el SnO₂ presenta un índice de refracción menor (el del CuO es 0.35 más alto que el SnO₂ en promedio). Por tanto, aunque la regla de incrementar la sensibilidad aumentando el índice de refracción del

recubrimiento sigue siendo válida, su influencia no es tan apreciable y, como hemos observado, la longitud de onda a la cual se encuentra la resonancia juega un papel mucho más importante. En la tabla 4.1, se muestran las sensibilidades de los materiales a modo de resumen, para ambas polarizaciones TE y TM.

Material	TE Sensitivity (nm/RIU)	TM Sensitivity (nm/RIU)
SnO ₂	1800	1510
CuO	1537	1220
ITO	1405	920

Tabla. 4.1: Comparativa de las diferentes sensibilidades al índice de refracción para los diferentes materiales depositados.

Una última cuestión a considerar en los resultados presentados es la profundidad de la resonancia. Está claro que en las Figs. 4.20 y 4.22 el LMR tiende a desvanecerse a longitudes de onda más largas con SnO₂ e ITO respectivamente, mientras que para los cubreobjetos recubiertos de CuO el LMR incluso aumenta en profundidad.

Es sabido que la profundidad de la resonancia está relacionada con la parte imaginaria del índice de refracción de tal manera que existe un caso óptimo en el que se alcanza una profundidad máxima [12]. Esto se explica con la condición de adaptación de fase [6], [39] (es decir, la igualdad entre un modo de guía de ondas y el modo con pérdidas guiado en el nanocoating en el caso de una guía de ondas monomodo o la similitud entre los modos de guía de ondas y el modo con pérdidas guiado en el nanocoating en el caso de una guía de ondas multimodo).

A la vista de los resultados de la Fig. 4.19, el desvanecimiento progresivo del LMR a longitudes de onda más altas en el cubreobjetos recubierto de SnO₂ se explica por el hecho de que la parte imaginaria tiende a cero, lo que conduce a una reducción de la profundidad de resonancia. Para el recubrimiento de ITO, la parte imaginaria aumenta en función de la longitud de onda, lo que indica que nos estamos moviendo fuera de la condición de coincidencia de fase pero en dirección opuesta, hacia valores altos de la parte imaginaria, mientras que para el cubreobjetos recubierto de CuO hay una progresiva disminución de la parte imaginaria pero nunca alcanza el valor cero en el rango de 400 a 1000 nm. En vista de que la profundidad del LMR aumenta en la Fig. 4.21 en función de la longitud de onda, esto indica la posibilidad de que estemos más cerca de la condición de adaptación de fase con la reducción progresiva de la parte imaginaria.

4.3 Sensor de múltiples parámetros.

La medición simultánea de varios parámetros se vuelve cada día más importante, tanto para optimizar los sensores, como para proporcionar sistemas de compensación a las mediciones. En

el ámbito de las fibras ópticas esto no es una excepción, ya que permite utilizar una sola fuente de luz y analizador para varias variables. Desde hace algunos años se han hecho propuestas y demostrado el funcionamiento de varios diseños basados en fibra óptica para lograr la detección multiparamétrica. Así podemos encontrar sensores múltiples de (temperatura-humedad [40]–[42], temperatura-índices de refracción [43]–[45], temperatura-vibraciones [46], entre otros [47]–[50]).

4.3.1 Sensor simultaneo de Temperatura y Humedad.

La humedad relativa (HR) y la temperatura del aire son dos factores que afectan a la comodidad de las personas, los animales y las plantas y, con mucha frecuencia, se miden simultáneamente. Estos también tienen un impacto importante en una variedad de procesos industriales como el procesamiento, uso y almacenamiento de productos agrícolas [51] y otros productos naturales, componentes y sistemas electrónicos y el tratamiento clínico [52].

En este apartado se presenta un sensor simultaneo de temperatura y humedad relativa, basado en LMR sobre una estructura plana utilizando ambas caras de esta.

4.3.1.1 Proceso de fabricación.

Gracias a la simplicidad de generar múltiples resonancias con dispositivos basados en LMRs, junto con la capacidad de depositar materiales adecuados tanto en la cara superior como en la inferior de los cubreobjetos, fue posible crear una guía de ondas doblemente nanocubierta para detectar la temperatura y la humedad. Para ello, ambas caras del cubreobjetos fueron depositadas, inicialmente, con un solo material que indujo adecuadamente las resonancias. Después de eso, una cara se depositó con una segunda capa específicamente sensible a la temperatura, mientras que la otra cara se cubrió con un material que es específicamente sensible a la humedad. Esta es una prueba de concepto que podría extenderse fácilmente a otras aplicaciones, como la detección de gases con dos parámetros o incluso la detección química o biológica de dos parámetros en un sistema de microfluídica.

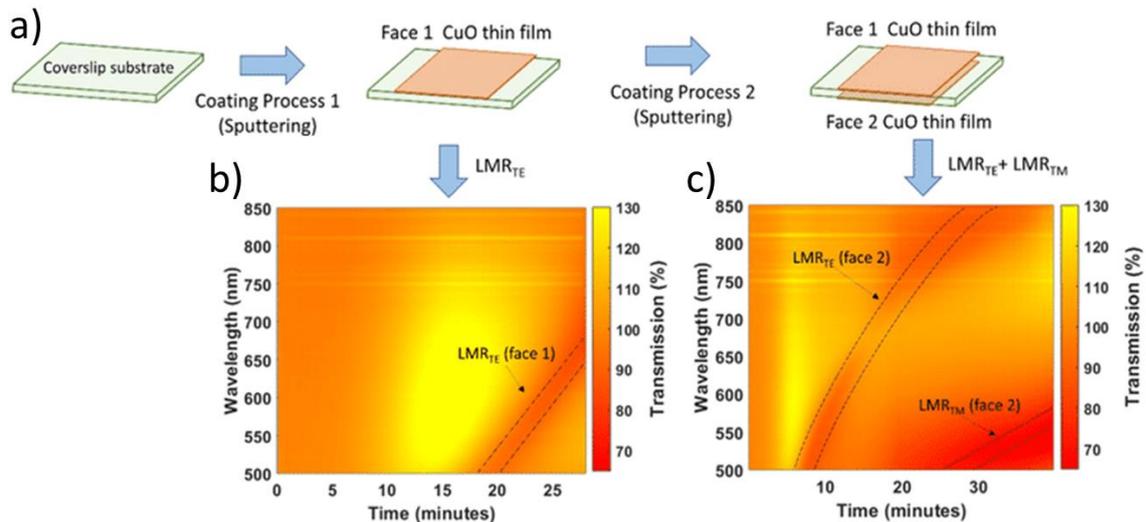


Fig. 4.24: Proceso de deposición, a) tanto la cara superior (cara 1) como la cara inferior (cara 2) del cubreobjetos se depositan con un thin film de CuO. b) Mapa de color que representa la luz transmitida en función del tiempo durante la deposición en la cara 1, c) Mapa de color que representa la luz transmitida en función del tiempo durante la deposición en la cara 2.

4.3.1.2 Generación del espectro con doble resonancias.

Uno de los principales problemas a controlar en una guía de ondas con doble nanorecubrimiento, es que las dos resonancias generadas no se superpongan en el espectro en transmisión. Por lo tanto, se debe realizar un diseño cuidadoso, en el que se considere la posición de la resonancia después del primer recubrimiento en ambas caras de la guía de ondas junto con el desplazamiento adicional inducido por la deposición del segundo recubrimiento.

En aras de la simplicidad, de ahora en adelante las dos caras del cubreobjetos que se depositaron se denominarán cara 1 y cara 2, (Fig. 4.24 a).

En la Fig. 4.24 b), se muestra la evolución del espectro óptico en función del tiempo durante la deposición del primer recubrimiento en la cara 1 del cubreobjetos utilizando óxido de cobre (CuO). Después de 20 min de deposición, aparece una banda de atenuación que se desplaza de 500 a 670 nm y que se corresponde con el primer LMR, generado por la guía de un modo TE y en consecuencia llamada LMR_{TE}.

Después de esta primera deposición, la cara 2 del cubreobjetos también se depositó con CuO (Fig. 4.24 c). Aquí, cabe destacar que se tomó una nueva referencia para evitar la presencia en el espectro de la anterior resonancia TE del primer recubrimiento, lo que permite observar, sin ninguna interferencia, la generación de la nueva resonancia TE obtenida con el recubrimiento CuO depositado en la cara 2. Además de esto, el LMR_{TM} de la cara 2 es visible en longitudes de onda cortas en el espectro óptico (Fig. 4.24 c).

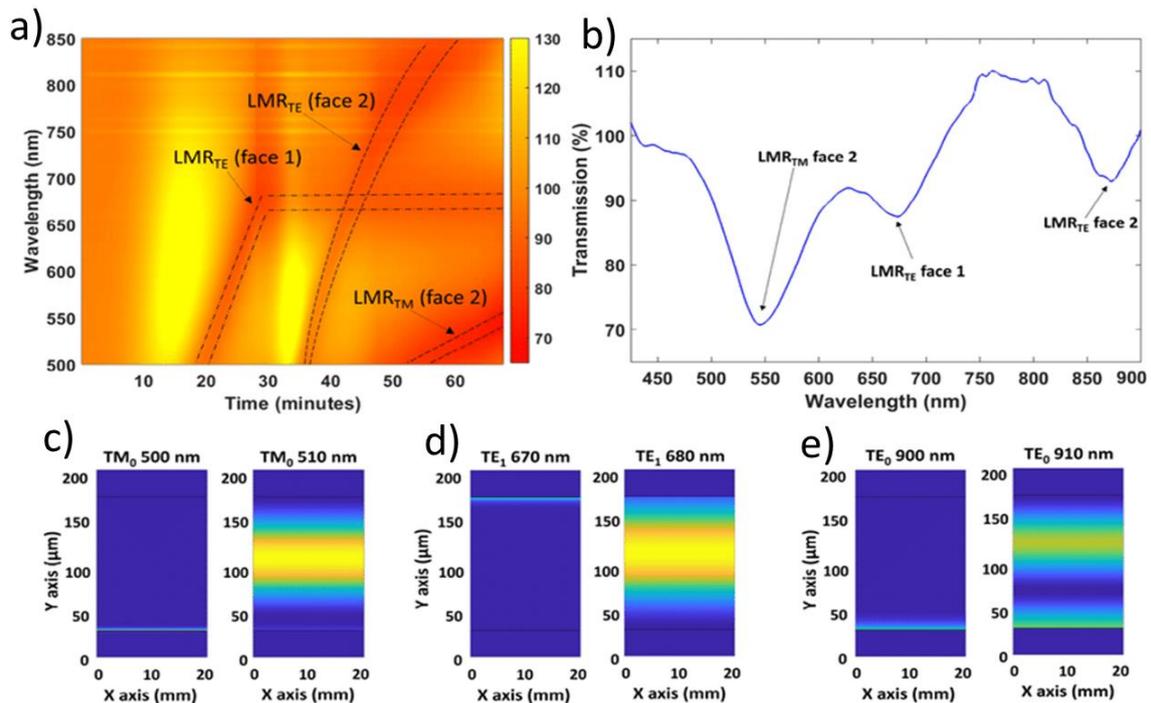


Fig. 4.25: a) Mapa de color que representa la luz transmitida en función del tiempo durante la deposición de CuO en ambas caras del cubreobjetos. b) Espectro óptico final después de la deposición. (c – e) Distribución de la intensidad del campo óptico de TM_0 , TE_1 y TE_0 en la sección transversal del cubreobjetos en los rangos de longitud de onda donde tiene lugar la transición a la guía de estos modos.

El mapa de colores de la deposición en ambas caras se muestran en la Fig. 4.25 a), mientras que el espectro final después de la deposición en ambas caras del cubreobjetos se visualiza en la Fig. 4.25 b), donde se observan los tres LMRs en diferentes rangos de longitud de onda: de 450 a 500 y de 850 a 900 nm el LMR_{TM} y el LMR_{TE} correspondientes a la cara 2, y de 650 a 700 nm el LMR_{TE} correspondiente a la cara 1.

Para obtener el sensor final que detecte los dos parámetros, se seleccionaron materiales con alta sensibilidad a la temperatura uno y a la humedad el otro para su deposición sobre el *thin film* generador del LMR en la cara 1 y 2 del sensor: PDMS (Sylgard 184) con un alto coeficiente termo óptico de $-2.0 \times 10^{-4} \text{ 1/}^\circ\text{K}$ a 25°C y agarosa, respectivamente [53], [54].

El PDMS se preparó mezclando la base de elastómero con el agente de curado en una proporción de 10:1 y se curó a 60°C durante 1 h. La agarosa se preparó usando el método descrito en [55], con una concentración del 1% en agua, usando una máquina de *spin-coating*, a 700 rpm y una aceleración de 2 rpm/seg durante 3 min.

El proceso de deposición utilizado se describe en la Fig. 4.26 a), y el espesor de los revestimientos obtenidos en las Fig. 4.26 b) y c). El espesor del recubrimiento de PDMS fue de alrededor de 120 μm (Fig. 4.26 b)), varios órdenes de magnitud más grueso que el recubrimiento de CuO, el cual fue de 36 nm. Por lo tanto, en esta imagen no fue posible visualizar la capa de CuO. En cuanto a la capa de agarosa resultó ser mucho más fina que la de PDMS y en orden de magnitud similar

a la del CuO. En consecuencia, en la Fig. 4.26 c), se pueden distinguir tanto el recubrimiento de CuO como el de la agarosa. El espesor total de ambas capas es de alrededor de 100 nm, siendo el *thin film* del CuO de 66 nm.

Teniendo en cuenta que el desplazamiento en longitud de onda inducido por la deposición de la agarosa y el PDMS, el proceso de deposición de CuO en cada cara del cubreobjetos se detuvo cuando el LMR correspondiente se ubicó en una longitud de onda que permitió obtener dos LMRs separados en la región infrarroja, uno para agarosa y uno para PDMS. Además, debido al alto índice de refracción del CuO, se obtuvo una buena separación también en la región visible para los dos LMRs obtenidos con la polarización TM, una correspondiente a la cara depositada con agarosa y la otra a la cara depositada con PDMS.

La Fig. 4.26 d), muestra, después de la deposición del PDMS y la agarosa, las dos bandas LMR_{TE} correspondientes a cada cara del cubreobjetos en la región espectral NIR y las dos bandas LMR_{TM} correspondientes a cada cara del cubreobjetos en la región espectral visible.

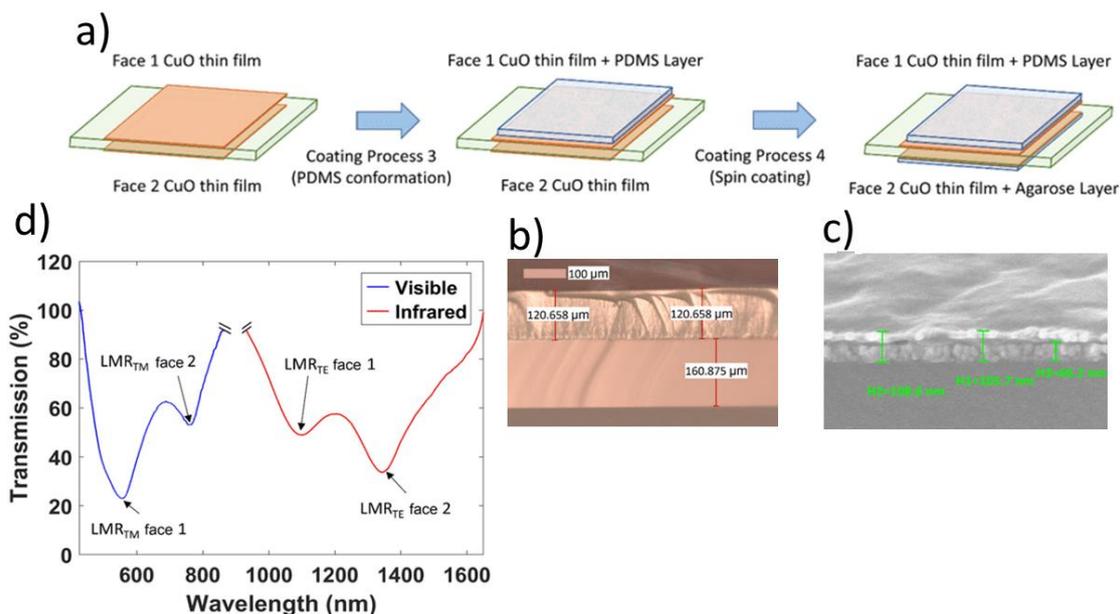


Fig. 4.26: Deposición y caracterización de recubrimientos de agarosa y PDMS. a) La cara superior (cara 1) y la cara inferior (cara 2) del cubreobjetos se depositan respectivamente con agarosa y PDMS. b) Imagen de microscopio invertido que muestra el grosor del recubrimiento de PDMS, alrededor de 120 μm, depositado en un cubreobjetos de alrededor de 160 μm. c) Imagen de microscopio SEM que muestra el grosor del recubrimiento de agarosa depositado en la cara 2 del cubreobjetos. La capa de agarosa se puede distinguir sobre la capa de CuO. El espesor total de ambas capas es de unos 100 nm. d) Espectros ópticos en los rangos visible y NIR después de la deposición de agarosa y PDMS. Se observan cuatro LMRs: dos en la región visible, ambos TM, y dos en la región NIR, ambos TE.

Además de la cuestión de optimizar el diseño para que los diferentes LMRs se separen entre sí después de la deposición del PDMS y la agarosa, existe una razón adicional para colocar los LMRs generados con la cara 1 en longitudes de onda más cortas que los LMRs generados con la cara

2. La cara 1 se usa para detectar la temperatura sobre la base de un recubrimiento de PDMS y se conoce por la literatura que el índice de refracción de PDMS disminuye en función de la temperatura [53], [56]. Por otro lado, la cara 2 se utiliza para detectar la humedad sobre la base de un recubrimiento de agarosa; sabiendo que la agarosa aumenta su índice de refracción en función de la humedad, debido a la absorción de agua [54], [57].

Por tanto, el LMR correspondiente a la cara depositada con PDMS se desplaza a longitudes de onda más cortas a medida que aumenta la temperatura, mientras que el LMR correspondiente a la cara depositada con agarosa se desplaza a longitudes de onda más largas. De esta forma se evita la superposición de ambas resonancias durante los ensayos a diferente temperatura y humedad.

4.3.1.3 Resultados experimentales.

Una vez construido el sensor, los experimentos se efectuaron en una cámara climática. Se realizaron, por un lado, escalones de entre el 30% y 75% de humedad relativa, en pasos del 15%, manteniendo la temperatura a 30°C, y por otro, escalones de entre 30 y 70°C en pasos de 10°C, manteniendo la humedad relativa constante al 30% (Fig. 4.27 a).

La Fig. 4.27, compara los resultados de los sensores electrónicos de temperatura y humedad de la cámara climática con los resultados del sensor óptico en la región visible y en la región NIR. El tiempo de respuesta es similar al de los sensores de la cámara climática, lo que indica que el sensor óptico es igual o mejor que el sensor de la cámara en términos de tiempo de respuesta. En cuanto a la disminución de la línea azul de agarosa después de 600 min, se debe a la pérdida de agua en la película debido a los segmentos de tiempo anteriores a temperaturas superiores a la temperatura ambiente.

Los resultados muestran que los LMRs inducidos por el recubrimiento depositado en la cara 1 (PDMS), tanto en el NIR como en la región visible, cambian a longitudes de onda más cortas a medida que aumenta la temperatura, mientras que ocurre lo contrario cuando la temperatura va en descenso. Por el contrario, los LMRs inducidos por el recubrimiento depositado en la cara 2 (agarosa), no muestran una sensibilidad perceptible a la temperatura y si a la humedad (Fig. 4.27 a) y b).

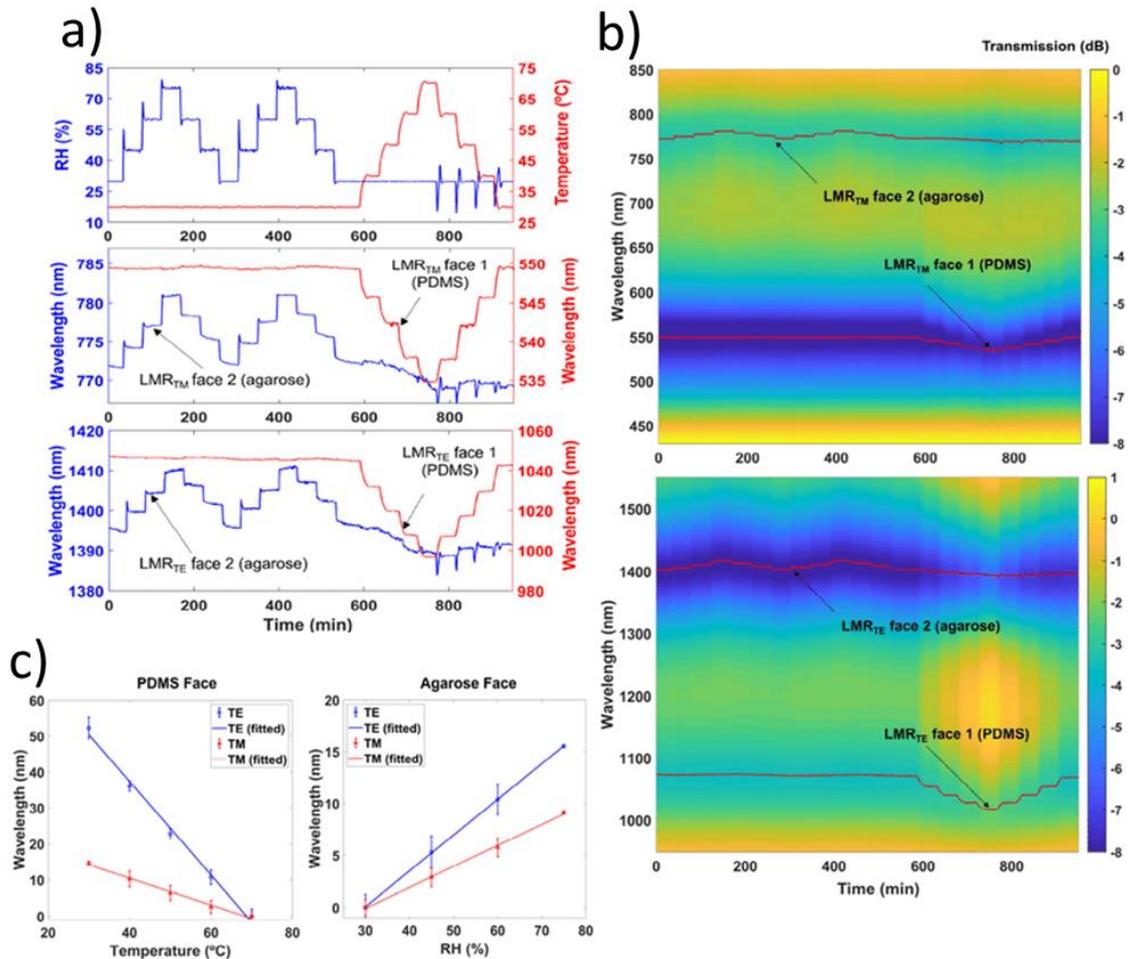


Fig. 4.27: Respuesta de humedad y temperatura del sensor, a) Valores de humedad y temperatura registrados por el sensor electrónico comparados con el desplazamiento de longitud de onda en el rango visible y NIR del LMR_{TM} y LMR_{TE} de la cara 2, recubierta con agarosa, y del LMR_{TM} y LMR_{TE} de la cara 1, recubierta con PDMS. b) Evolución espectral en el rango visible y NIR del sensor óptico. c) Cambio de longitud de onda relativa en función de la temperatura y la humedad tanto para LMR_{TE} (NIR) como para LMR_{TM} (visible).

Los mapas de colores de la Figs. 4.27 b) permiten un análisis de la potencia transmitida en todas las longitudes de onda, es decir, la evolución del espectro óptico. Las líneas en rojo, que representan la longitud de onda central del LMR, siguen las regiones azules correspondientes a las bandas de atenuación del LMR. Otra conclusión que se puede extraer de estos mapas de colores, es que, además del desplazamiento de la longitud de onda de las bandas, también hay variación de la profundidad de la resonancia. Cuando los LMRs están más separados entre sí, durante el intervalo de tiempo de 700 a 800 min, la profundidad del LMR ubicado entre 500 y 550 nm disminuye, probablemente porque el otro LMR tiene menos influencia sobre él. Sin embargo, en términos de la longitud de onda central del LMR, este efecto no se observó en la Fig. 4.27 a), porque la longitud de onda central está regida por la condición de corte de cada LMR, que depende del recubrimiento depositado en cada cara del cubreobjetos.

En la Fig. 4.27 c) se evalúan la sensibilidad de los LMRs en función de los diferentes valores de temperatura y humedad estudiados anteriormente.

La sensibilidad media del sensor en el rango de temperatura de 30 a 70°C es de 0.34 nm/°C en la región visible y 1.16 nm/°C en la región NIR, mientras que la sensibilidad a la humedad es de 0.23 nm/%RH en la región visible y 0.34 nm/%RH en la región NIR. Esto demuestra una vez más el concepto de que la sensibilidad aumenta a longitudes de onda más largas [21].

Finalmente, en la Tabla 4.2 hay una comparación de las sensibilidades obtenidas en las diferentes pruebas de temperatura y humedad realizadas, mientras que una comparación con otros sensores se puede extraer de un par de revisiones sobre sensores de temperatura y humedad. En lo referido a los sensores de temperatura, en [58], se reporta una sensibilidad máxima de 0.5 nm/°C, mientras que el dispositivo propuesto en este trabajo muestra valores máximos de 0.35 nm/°C y 1.36 nm/°C, mejorando la sensibilidad de todos los sensores antes reportados. En cuanto a los sensores ópticos de humedad, estos presentan valores que van desde 1 pm/%RH a 1 nm/%RH [26], de modo que el aquí presentado se sitúa en una posición media-alta.

	Temperature Sensitivity		RH Sensitivity	
	VIS (nm/°C)	NIR (nm/%RH)	VIS (nm/°C)	NIR (nm/%RH)
Test 1	0.35	1.36		
Test 2	0.34	1.16	0.23	0.34
Test 3		1.19		0.35

Tabla 4.2. Sensibilidades a temperatura y humedad en el rango visible y en el rango NIR alcanzadas en las diferentes pruebas.

4.3.2 Sensor simultáneo de Temperatura e Índice de Refracción.

Muchos sensores ópticos para parámetros químicos o biológicos se basan en la medición de cambios en el índice de refracción (RI) [59], [60]. Sin embargo, se conoce que la sensibilidad cruzada a la temperatura puede dar lugar a importantes imprecisiones en las mediciones. Por eso es muy importante el desarrollo de sensores que permitan la medición simultánea de la temperatura y el índice de refracción, para compensar la influencia de la primera. En este caso se presenta un sensor simultáneo de temperatura e índice de refracción, basado en LMR, utilizando una misma cara de una estructura plana.

4.3.2.1 Proceso de fabricación.

Durante el proceso de fabricación se utilizó la configuración experimental descrita en la Fig. 4.3. Sobre la guía de onda plana se depositó un *thin film* de CuO utilizando una máquina de

sputtering. Previamente, se cubrieron los bordes del cubreobjetos con una máscara para evitar la deposición del material en los bordes. Posteriormente, se realizó una segunda deposición de ITO durante 30 segundos sobre el *thin film* de CuO para protegerla del agua. A continuación, se recubrió la mitad de la superficie con PDMS (Sylgard 184) [61], mezclando la base con el agente curante en proporción 10:1, lo que permitió generar otro LMR a una mayor longitud de onda (Fig. 4.28) y secándolo a 100°C durante una hora para su completo curado.

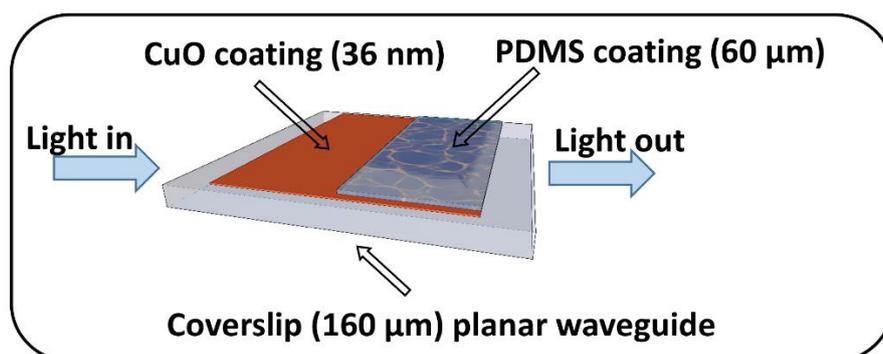


Fig. 4.28: Esquema del sensor donde se muestra la deposición sobre el cubreobjetos de la capa de CuO y PDMS con sus espesores.

La Fig. 4.29 a) muestra el espectro óptico al final del proceso de deposición, donde es posible observar una caída a 600 nm que se corresponde con el primer LMR TE [4]. Además, el polarizador se orientó para excitar el cubreobjetos con luz polarizada TE [62], [63], lo que permitió obtener el espectro óptico representado en rojo en la Fig. 4.29 b). En este espectro, la resonancia es mucho más profunda que en la Fig. 4.29 a), lo que confirma que es el LMR_{TE}.

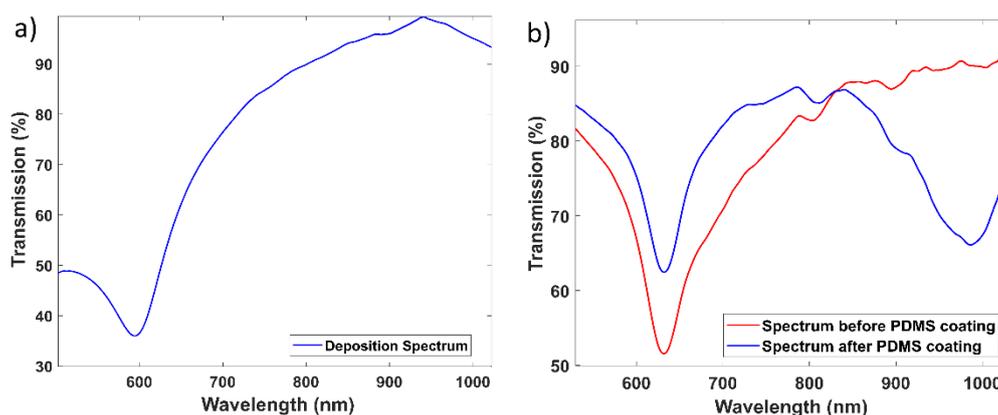


Fig. 4.29: Espectro de transmisión del cubreobjetos recubierto de CuO, a) Espectro después de la deposición (no se usó polarizador), b) Espectro antes y después del proceso de recubrimiento con PDMS (se usó luz polarizada TE).

Los espesores de recubrimiento final del *thin film* de CuO y PDMS fueron de alrededor de 36 nm y 58 µm respectivamente, como se muestra en la Fig. 4.30.

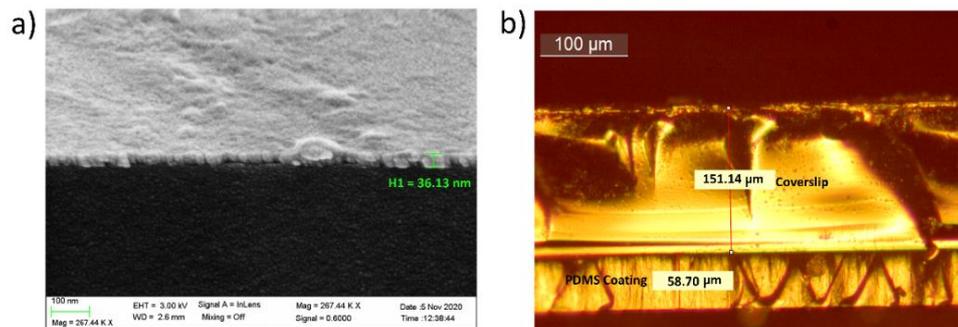


Fig. 4.30: Imágenes microscópicas de cubreobjetos recubiertos con CuO y PDMS, a) microscopio SEM, b) microscopio Leica DMC2900.

Debe señalarse que el grosor del recubrimiento de PDMS (58 μm) es irrelevante. A escala micrométrica, el recubrimiento se comporta como un medio infinito que rodea la estructura óptica. El propósito era depositar una capa gruesa que es insensible al índice de refracción que lo rodea y que al mismo tiempo cambia su índice de refracción en función de la temperatura, lo que conduce a un desplazamiento de la longitud de onda del LMR en función de este parámetro. Sin embargo, con respecto al recubrimiento de CuO (36 nm), se ha explicado con anterioridad que la posición del LMR en el espectro óptico depende del espesor del recubrimiento a escala nanométrica, y que gracias a la capacidad de monitorizar el LMR durante la deposición es posible detener esta cuando la resonancia se encuentra en la longitud de onda deseada sin necesidad de medir el espesor del recubrimiento.

Finalmente, debido al cambio del índice de refracción desde aire (1.0) al índice de refracción más alto de PDMS (1.39), la parte del LMR generada sobre el cubreobjetos recubierto con PDMS sufrió un desplazamiento de longitud de onda al rojo. En consecuencia, se generaron dos resonancias diferentes, una a 600 nm y otra a 1000 nm (Fig. 4.29 b).

Como resultado la resonancia de 600 nm correspondiente al *thin film* de CuO es sensible al índice de refracción externo mientras que la resonancia ubicada a 1000 nm, debido a la capa gruesa del PDMS, solo es sensible a los cambios de temperatura y no al índice de refracción del medio externo [53].

4.3.2.2 Resultados experimentales.

Un aspecto importante a considerar es que las resonancias obtenidas son más anchas que las obtenidas con otros materiales como SnO₂ o ITO. Esto se debe a la mayor parte imaginaria del índice de refracción de CuO [62], tal y como se explicó con anterioridad en este capítulo.

Sin embargo, el CuO presenta la ventaja de que los LMRs obtenidos con este material son visibles en un rango más amplio de longitudes de onda: desde el visible al infrarrojo. Esto explica la presencia de dos resonancias profundas después de la deposición del PDMS.

Ambas resonancias se caracterizaron en función de la temperatura y el índice de refracción. Para ello, se llevaron a cabo dos pruebas utilizando la configuración que se muestra en la Fig. 4.31, donde el soporte de PMMA fue reemplazado por una celda Peltier y un termistor NTC para controlar la temperatura. Para caracterizar el sensor en función del índice de refracción del medio externo, se cubrió la estructura óptica con gotas de diversas soluciones de glicerol y agua a diferentes concentraciones, con unos índices de refracción en el rango de 1.3328 a 1.37, manteniendo la temperatura en 25°C. Para una segunda prueba, correspondiente a la caracterización de la temperatura, esta se aumentó de 20°C a 40°C en pasos de 5°C, manteniendo el sensor en agua.

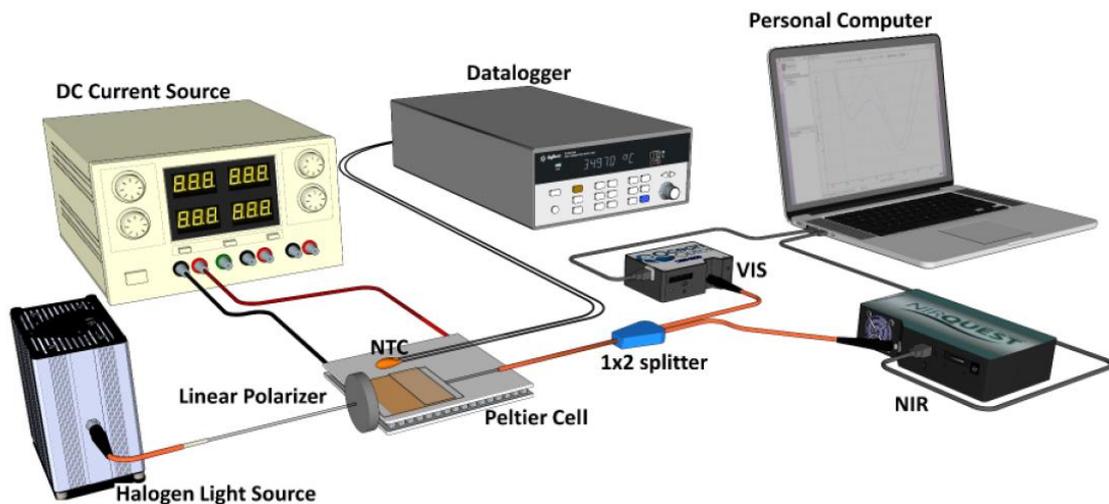


Fig. 4.31: Configuración para la medición simultánea de temperatura e índice de refracción mediante el uso de un cubreobjetos depositado con CuO y PDMS.

4.3.2.3 Medición simultánea de índice de refracción y temperatura.

La Fig. 4.32 muestra la respuesta de ambas resonancias TE al índice de refracción y la temperatura. En lo relativo a la variación del índice de refracción, la Fig. 4.32 a), muestra que el desplazamiento en longitud de onda fue de 54 nm para un cambio el índice de refracción de 1.3328 a 1.370, dando como resultado una sensibilidad de 1460 nm/RIU.

Teniendo en cuenta que, dentro del campo de los sensores ópticos, la sensibilidad típica oscila entre cientos y decenas de miles de nm/RIU [64], no es un mal resultado ya que nuestro sensor se coloca en el medio de estos valores.

En cuanto a la temperatura, la Fig. 4.32 b), muestra que el desplazamiento de la longitud de onda fue de -35 nm en el rango de temperatura de 20°C a 40°C mostrando una sensibilidad de -1.75 nm/°C, la cual es mayor a la de todos los sensores reportados en [58], en los que se reporta una sensibilidad máxima de 0.5 nm/°C.

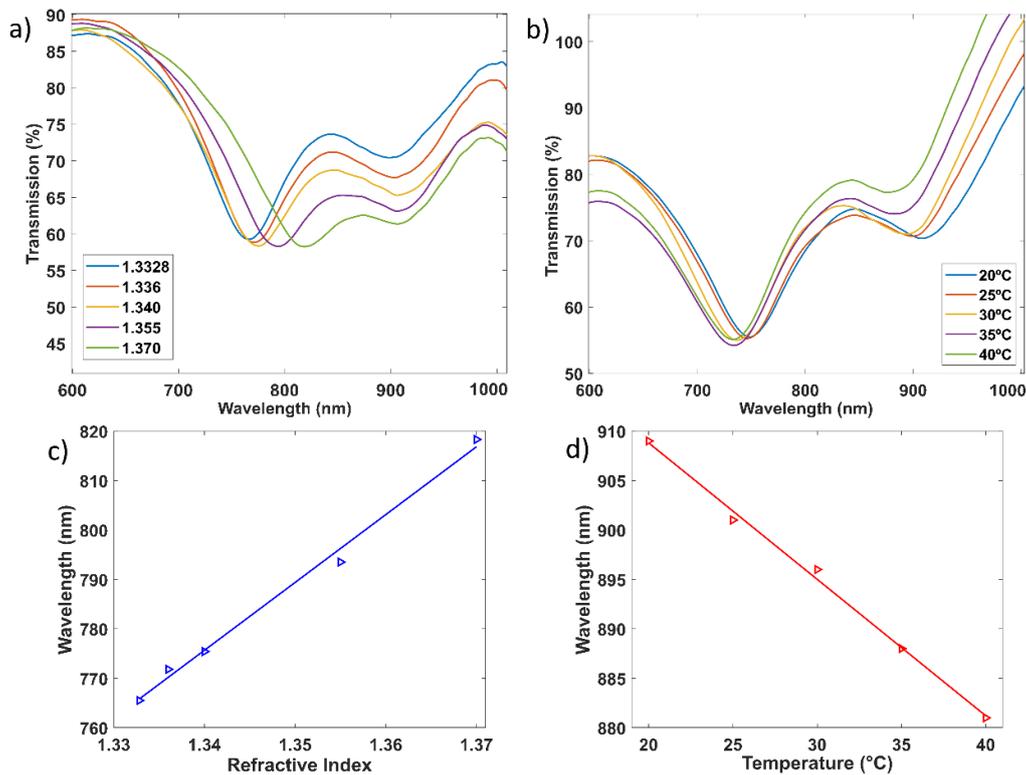


Fig. 4.32: Respuesta de los LMRs generados con el sensor recubierto de CuO y PDMS en función de, a) cambios de índice de refracción de 1.332 a 1.370, b) temperatura de 20°C a 40°C, c) Desplazamiento de longitud de onda en función del I.R., d) Desplazamiento de la longitud de onda en función de la temperatura.

Si se compara nuestro sensor con otros sensores duales de índice de refracción y temperatura, como es el caso de un sensor SPR de fibra óptica parcialmente cubierto con PDMS [43], donde las sensibilidades alcanzadas fueron 2323 nm/RIU y -2.85 nm/°C, hay que destacar que estos valores superan a los aquí alcanzados. No obstante, es bueno señalar que la plataforma basada en LMR muestra más potencial en términos de detección de múltiples parámetros, ya que es más fácil depositar selectivamente la superficie de un cubreobjetos con materiales sensibles a diferentes parámetros, incluyendo la posibilidad de depositar ambos lados, como ya se demostró anteriormente, algo que no es posible en el sensor antes mencionado.

También es posible observar que, junto con el desplazamiento de la longitud de onda, existe una variación en la intensidad del LMR, lo que ocurre porque las resonancias son bastante amplias y se superponen entre sí, lo que hace que la intensidad cambie. Esto no es problema, siempre que sea posible obtener el mínimo de cada LMR. Pero en general se debe evitar que se alcance un solapamiento completo, lo que evitará la detección simultánea de temperatura e índice de refracción. Por lo tanto, un diseño adecuado que permita evitar superposiciones es importante cuando se opera con este tipo de sensores.

Además del análisis de sensibilidad, se realizó una prueba dinámica cambiando la temperatura del sensor con la celda Peltier en escalones de 21°C a 25°C mientras el cubreobjetos recubierto

de CuO y PDMS se cubría con una gota de agua (Fig. 4.33). El LMR debido a la región recubierta con PDMS mostró un desplazamiento en longitud de onda de 5 nm al azul, mientras que el LMR debido a la región depositada solo con CuO, cubierta con agua, mostró un desplazamiento en longitud de onda de 1 nm hacia el azul. Este último cambio de 1 nm, que indica una sensibilidad cruzada, se debe al hecho de que el índice de refracción del agua cambia con la temperatura [65].

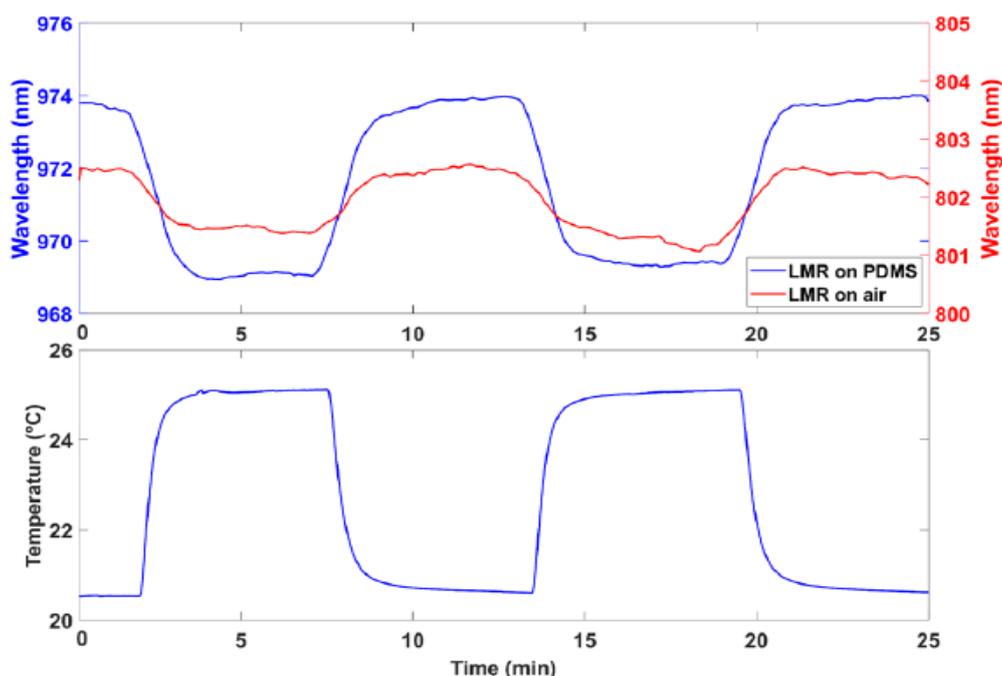


Fig. 4.33: Respuesta dinámica de la resonancia TE del sensor en función de la temperatura mientras cambia de 21°C a 25°C.

Por otro lado, el tiempo de respuesta de la resonancia cubierta con PDMS fue muy similar al del sensor electrónico NTC utilizado como referencia: 1.2 segundos [66].

4.3.2.4 Calibración del sensor.

En base a los resultados obtenidos en el apartado anterior, se preparó una prueba de calibración que permitió ajustar el sensor para diferentes valores de índice de refracción y temperatura. Para ello se utilizó aceite calibrado Cargille de la serie AAA, con índice de refracción de 1.33 a 1.36 [34].

Se realizó una prueba de calibración variando la temperatura para cada índice de refracción de 20°C a 40°C y utilizando la hoja de datos de los Laboratorios Cargille, donde se muestra el coeficiente de temperatura de cada aceite junto con la ecuación de ajuste de Cauchy con respecto a la longitud de onda (Fig. 4.34).

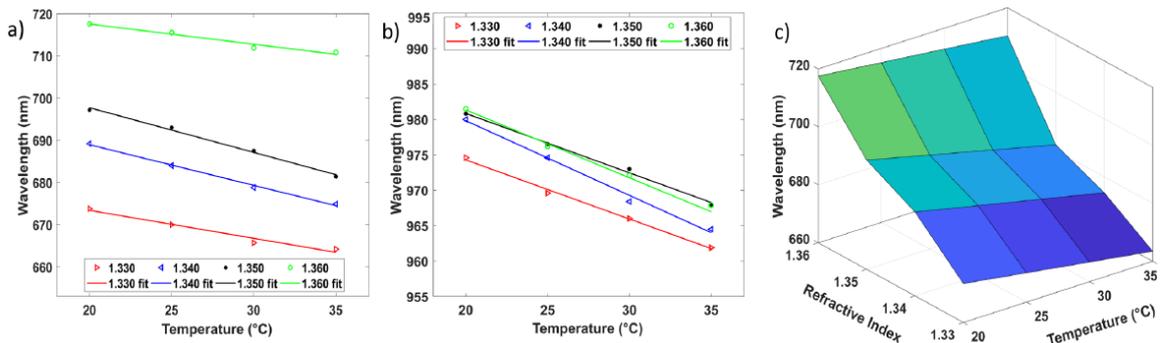


Fig. 4.34: Desplazamiento de la longitud de onda de los LMRs para la calibración del sensor en función de a) índice de refracción, b) temperatura, c) representación 3D.

Una vez calibrado el sensor, es posible obtener el índice de refracción y el coeficiente de temperatura de otras sustancias cuyo comportamiento en función de la temperatura y el índice de refracción se desconoce. Para ello, se parte del hecho de que se conoce la posición del LMR para un índice de refracción y temperatura dados.

4.4 Mejora de la amplitud de la resonancia de un LMR en una configuración de reflexión en una fibra D-shaped mediante limpieza láser.

Una de las estructuras más utilizadas para generar LMRs es la fibra en forma de D (*D-Shaped fiber*) en transmisión [32], [33]. Esta configuración no es tan fácil de manejar como una fibra en la configuración de reflexión, la que se puede utilizar como catéter [67], sonda nasogástrica [68] o incluso para mapeo químico de superficies [69]. Por el contrario, esta versatilidad se convierte en un inconveniente cuando el espesor del *thin film* a lo largo de la fibra no es uniforme, lo que puede ocurrir debido a la distancia e inclinación con la que se coloca la muestra dentro de la máquina de *sputtering*, o a los parámetros utilizados para rotar la plataforma donde se coloca la muestra en [70]–[72].

En esta sección se presenta la mejora del ancho total a la mitad del máximo (*full width at half maximum* - FWHM) de un LMR, lo cual es importante para obtener una alta figura de mérito, uno de los principales parámetros utilizados para evaluar el rendimiento de un refractómetro y clave para determinar el límite de detección en sensores químicos y biológicos [73]. Esta mejora también se podría aplicar a los sensores basados en guía onda plana que se han mostrado en las anteriores secciones de este capítulo, aunque por simplicidad aquí solo se muestre el estudio en fibra.

Para analizar esto, se utilizaron tres muestras de fibra *D-Shaped* monomodo con una longitud de pulido lateral de 10 mm: S1, S2 y S3. La atenuación de la luz transmitida a través de la muestra S1 fue de -0.3dB en aceite de alto índice de refracción (1.45), mientras que la atenuación de las

muestras S2 y S3 fue de -0.7 dB. Es decir, el grado de pulido de las muestras S2 y S3 fue mayor que en la muestra S1 para comparar los resultados obtenidos con dos grados de pulido diferentes.

Las muestras se cortaron en un ángulo de 90° después de la región pulida para una posterior deposición de una capa de oro utilizada como espejo, que garantiza que la luz que llega a la punta de la fibra se refleje. De esta manera, el rendimiento de la fibra *D-Shaped* en configuración de reflexión debe ser el mismo que una fibra del mismo tipo en configuración de transmisión, pero con la excepción de que la luz pasa dos veces a través de la misma región pulida.

Después de la deposición del espejo, el siguiente paso fue depositar un *thin film* en la superficie de la zona D con un óxido de estaño (SnO_2).

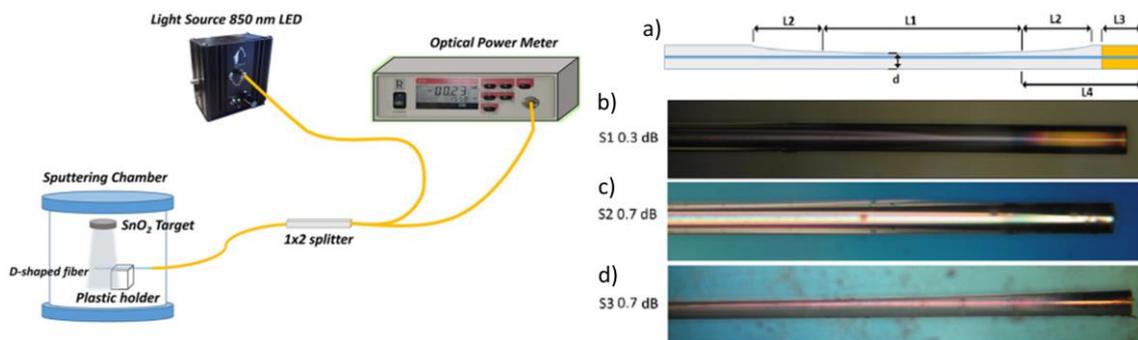


Fig. 4.35: Configuración experimental para la deposición de fibras en *D-shaped* en configuración de reflexión y a) Esquema de las fibras con la región totalmente pulida (L1), las regiones inicialmente pulida (L2), la región de espejo dorado (L3) y la distancia desde la punta a la región pulida (L4). (b) – d)) Imágenes de las muestras S1, S2 y S3.

La deposición se controló con un medidor de potencia y una fuente de luz LED a 850 nm, como se muestra en la Fig. 4.35. Cuando la potencia de la fuente de luz alcanzó un mínimo, se detuvo la deposición. Esto permitió colocar la resonancia a aproximadamente 900 nm en aire y 1600 nm en agua.

La Fig. 4.35 a) muestra un esquema de la fibra *D-Shaped* en configuración de reflexión, donde se pueden distinguir las diferentes partes: la región totalmente pulida (L1), las regiones inicialmente pulida (L2), la región del espejo (L3), la distancia desde la punta hasta la región pulida (L4), y el diámetro de la forma de D (d), que es de aproximadamente 73 μm en las tres muestras. En las Figs. 4.35 b-d), se muestran fotografías de las muestras S1, S2 y S3, donde los valores de las diferentes regiones se pueden observar en la Tabla 4.3.

Parameters of Samples S1, S2, and S3

	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)
S1	9.0	0.5	0.4	1.8
S2	9.0	0.6	0.4	1.05
S3	9.0	0.5	0.2	0.5

Tabla 4.3: Parámetros de las muestras S1, S2 y S3

El espectro óptico reflejado fue monitorizado durante la inmersión de cada fibra *D-shaped* en agua. La configuración constaba de varios elementos descritos en la Fig.4.36.

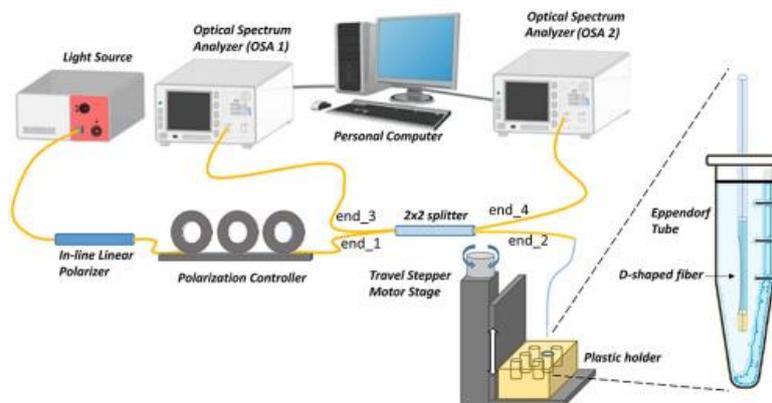


Fig. 4.36: Configuración experimental para monitorear el espectro óptico reflejado cuando la fibra se sumerge en agua en pasos de 1 mm.

Inicialmente, el LMR se ubicó a aproximadamente 900 nm en el aire. Posteriormente, la muestra se sumergió en agua en pasos de 1 mm, lo que llevó a la generación progresiva de un LMR en el infrarrojo para cada muestra analizada: S1, S2 y S3 (Fig. 4.37). Para la primera muestra, S1 en la Fig. 4.37 a), el LMR comienza a ser visible a los 3 mm de inmersión en agua y, a los 5 mm, el LMR alcanza la profundidad máxima. Después de eso, la resonancia se amplía y su forma se estabiliza progresivamente hasta que se sumerge por completo en el agua. El comportamiento de la muestra S2, Fig. 4.37 b), es similar al de la muestra S1. El LMR comienza a observarse en el espectro óptico a 3 mm de inmersión en agua y con 5 mm se alcanza la profundidad máxima. Lo mismo ocurre con la muestra S3, Fig. 4.37 c).

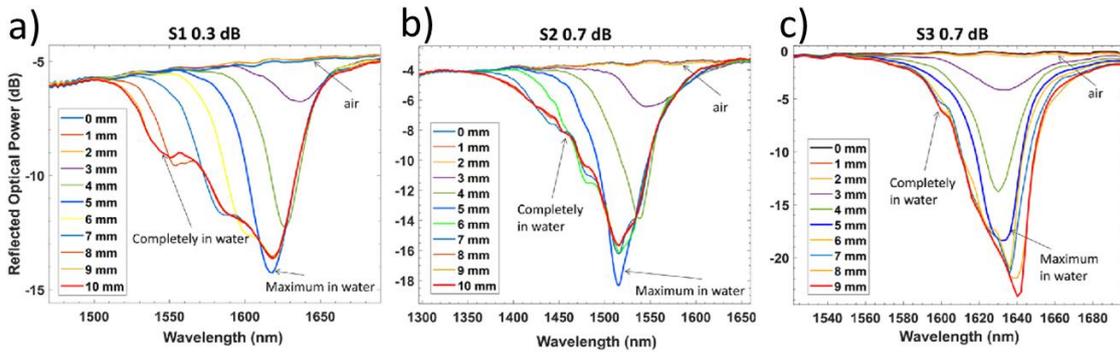


Fig. 4.37: Espectros de reflexión correspondientes a una inmersión progresiva en agua, en pasos de 1 mm para las muestras a) S1, b) S2 y c) S3.

Los resultados presentados en la Fig. 4.37 muestran que, en todos los casos, las resonancias comienzan a observarse después de 3 mm de inmersión. Sin embargo, cabe destacar que la región L4 es insensible al índice de refracción porque esta no presenta pulido. Por tanto, dado que la región L4 ronda 1 mm, la distancia mínima para generar un LMR restando L4 es de 2 mm, mientras que la longitud necesaria para alcanzar las profundidades máximas ronda los 3 mm, lo que es muy interesante en aplicaciones como sondas con una cabeza sensora de corta longitud.

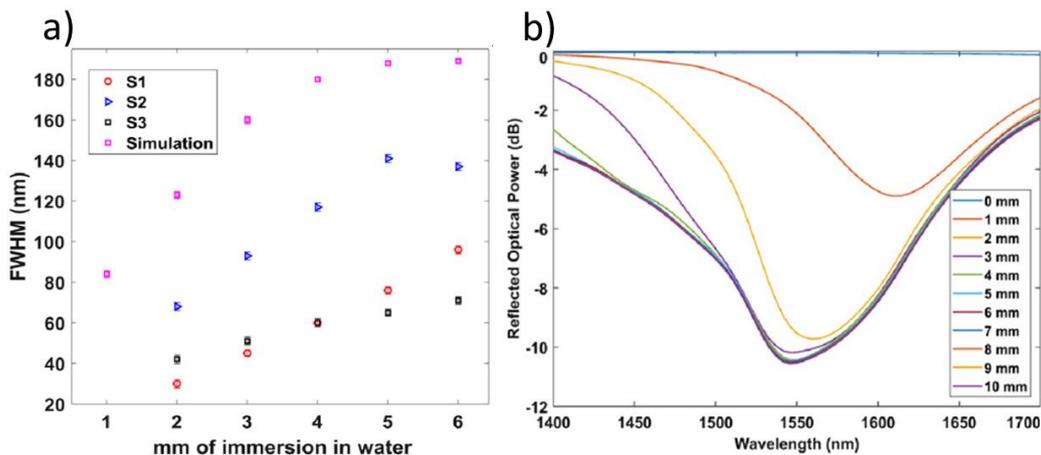


Fig. 4.38: FWHM para diferentes muestras S1, S2 y S3, y simulación. Resultados simulados de una fibra D-shaped, recubierta con un thin film de SnO₂, cuyo espesor varía de 125 a 185 nm en una región D-shaped de 10 mm.

Si comparamos los resultados de S1 y S2 con respecto a S3, en la Fig. 4.38, se observa una clara diferencia en términos de FWHM. Las muestras S1 y S2 presentan una mayor reducción de la FWHM en función de la inmersión en agua que la muestra S3. Esto se debe a la colocación de la fibra en la plataforma de soporte durante el proceso de deposición, lo que produce un gradiente en el espesor del revestimiento a lo largo de la fibra.

Existen algunos parámetros que pueden afectar la homogeneidad de la deposición, principalmente el ángulo, la posición y la distancia con respecto al target. El resultado es el ensanchamiento del LMR, que puede entenderse como un solapamiento de varias resonancias debido a cada uno de los diferentes valores de espesor del recubrimiento con gradiente. Como

se indicó anteriormente, la posición del LMR está estrechamente relacionada con el espesor del revestimiento [3], lo que explica una ampliación del LMR cuando existen múltiples valores de espesor en el mismo revestimiento. Como ejemplo, el gráfico verde de las Figs. 4.37 a)-c) es muy suave en comparación con los gráficos obtenidos después de una mayor inmersión.

La Fig. 4.38 b) muestra las simulaciones de los espectros ópticos correspondientes a 0 mm de inmersión (todo el dispositivo está rodeado de aire), 1 mm de inmersión (1 mm en agua y 9 mm en aire), 2 mm de inmersión (2 mm en agua y 8 mm en aire), y así sucesivamente, hasta 10 mm de inmersión. Se puede observar que la resonancia comienza a aparecer a partir de 1 mm de inmersión y que alcanza su profundidad máxima a los 3 mm de inmersión, corroborando los resultados experimentales de la Fig. 4.37.

Se debe señalar que en las simulaciones no se tuvo en cuenta el segmento L4 de la Fig. 4.35. Por lo tanto, la distancia de 1-3 mm se corresponde con la de 2-4 mm o 3-5 mm en los resultados experimentales.

Debido a que, al introducir los sensores en agua, la resonancia alcanzaba su mejor comportamiento a los 5 mm de inmersión, se decidió iniciar un proceso de limpieza desde el lado de la fibra más alejado de la punta, como se muestra en la Fig. 4.39 a). Por otro lado, los resultados observados con los diferentes sensores en la Fig. 4.37 muestran que S2 es el que peor desempeño en términos de *FWHM* posee, por lo que se decidió tomar este como muestra para intentar mejorar dicho parámetro eliminando parte de su recubrimiento.

Para ello, el recubrimiento de SnO₂ se eliminó gradualmente realizando una limpieza con láser ultravioleta. Inicialmente, se retiraron 4 mm de recubrimiento en dos pasos de 2 mm, luego 2 mm en dos pasos de 1 mm, un paso de 0.5 mm y finalmente, otro paso de 0.2 mm. En total, se eliminaron 6.7 mm del revestimiento de dióxido de estaño. La distancia final después de la limpieza con láser desde la punta de la fibra hasta el extremo del revestimiento de SnO₂ fue de 5.5 mm. Esta distancia, correspondiente a la región A en la Fig. 4.39 a), concuerda con la longitud de inmersión de 5 mm de la muestra S2, donde se obtuvo el pico LMR más pronunciado en la Fig. 4.37 b).

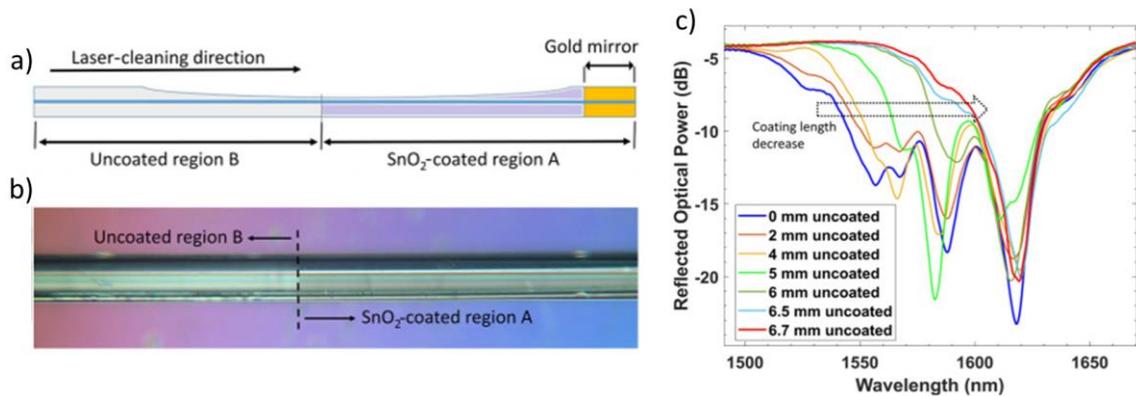


Fig. 4.39: Limpieza del S2 en forma de D con láser. a) Esquema de las fibras con diferentes regiones (A y B); b) espectros durante la limpieza; c) imagen de las áreas con deposición (región A) y limpias (región B).

La Fig. 4.39 b) muestra la fotografía con las regiones A y B revestidas y no revestidas, y en la Fig. 4.39 c) se puede distinguir el efecto de la limpieza por láser sobre el espectro óptico. Las resonancias existentes en longitudes de onda más cortas se eliminaron hasta que solo hubo un LMR estrecho cuya profundidad de -14 dB no se han reducido y cuyo *FWHM* es 53 nm, lo que mejora los 106 nm de la muestra original [6.7 mm frente a 0 mm sin recubrimiento en la Fig. 4.39 b)]. Esto demuestra que es posible optimizar la calidad del dispositivo en términos de *FWHM*.

Finalmente, se analizó la sensibilidad al índice de refracción utilizando soluciones con diferente concentración de etanol en agua. Los resultados se muestran en la Fig. 4.40. El índice de las soluciones se obtuvo a una longitud de onda de 589 nm con un refractómetro comercial. La sensibilidad fue de 6396 nm/RIU (Fig. 4.40).

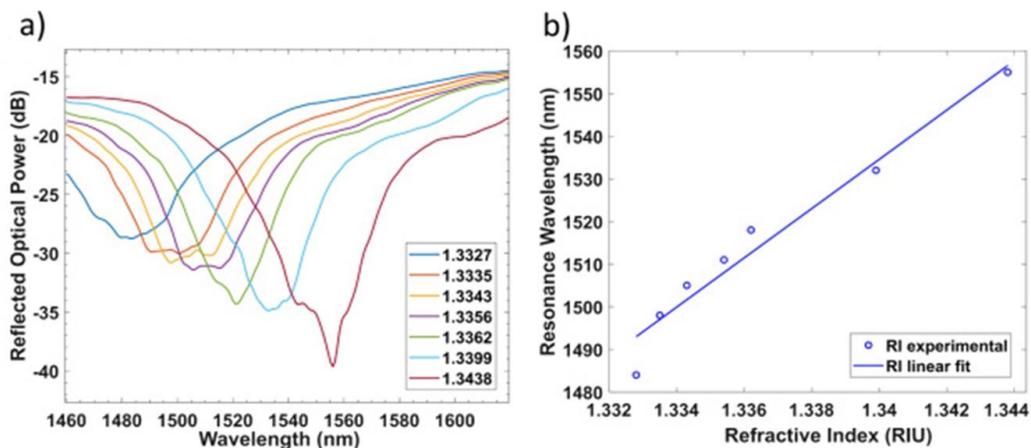


Fig. 4.40: Respuesta de la muestra S2 a diferentes soluciones de IR: a) espectros de reflexión; b) cambio de longitud de onda en función del IR.

4.5 Conclusiones.

En este capítulo, se ha abordado un **nuevo tipo de plataforma sensora** basada en generación de LMR mediante incidencia lateral de la luz en guías de ondas planas depositadas con nanorecubrimientos. Esta estructura es alternativa al uso de fibra óptica, que es más frágil y requiere empalmes, o la configuración de Kretschmann, donde es difícil acoplar la luz porque los LMRs se excitan típicamente en ángulos cercanos a los 90° con la normal de la superficie donde se deposita el *thin film*.

Como guías de ondas se han utilizado **elementos muy simples** para la generación del LMR, como son los portaobjetos y cubreobjetos de vidrio, mientras que el rango de longitud de onda de análisis se ubica desde la región visible hasta el NIR. El comportamiento tanto del portaobjetos como del cubreobjetos de vidrio fue similar, aunque el cubreobjetos presenta mejores características en términos de profundidad máxima de la resonancia y ruido, por lo que fue seleccionado este último para el desarrollo de la mayoría de los sensores.

Sobre la base de anteriores resultados obtenidos con fibras ópticas, se mejoró el rendimiento de esta sencilla plataforma óptica mediante el uso de un polarizador lineal, lo que permite la separación de LMR_{TE} y LMR_{TM}. A diferencia del dominio de los sensores de fibra óptica, donde es necesario utilizar dispositivos costosos, como una fibra *D-shaped* combinada con un polarizador en línea y un controlador de polarización, aquí solo es necesario **utilizar un disco de polarización** cuya posición se puede cambiar fácilmente para polarizar TE o TM.

Con esta configuración es posible monitorizar la generación de LMRs durante el proceso de deposición, lo que podría usarse para determinar el espesor del *thin film* si se conoce el índice de refracción del material.

Los resultados con deposición de In₂O₃ muestran que se pueden obtener mayores sensibilidades al índice de refracción con el primer LMR (aproximadamente de 5 a 7 veces mayor) que con el segundo.

Además, se ha explorado la sensibilidad al índice de refracción con otros materiales: SnO₂, CuO e ITO, con el fin de comparar el papel del material en términos de sensibilidad al índice de refracción. Así, se ha demostrado que un material con un índice de refracción más alto permite obtener un LMR con un recubrimiento más delgado. Por otro lado, en términos de sensibilidad al índice de refracción, se demostró que un índice de refracción más alto conduce a una sensibilidad más alta, aunque la longitud de onda de trabajo es un parámetro más relevante que el índice de refracción del recubrimiento en la mejora de la sensibilidad.

Al mismo tiempo, las propiedades únicas de los sensores basados en LMR se utilizaron en una sola plataforma para el desarrollo de dos **sensores de doble parámetro**. El primero, basado en

una guía de ondas doblemente recubierta por ambas caras y el segundo recubriendo parcialmente con otro material una parte del *thin film*. Se demostró que ambos LMRs operan de forma independiente entre sí.

El sistema aquí descrito tiene un enorme potencial industrial y de investigación. Combina las buenas propiedades de los sensores de fibra óptica basados en LMR (es decir, una sensibilidad extremadamente alta mediante el uso de materiales con un índice de refracción alto y la posibilidad de sintonizar la resonancia en cualquier posición del espectro óptico), con la simplicidad y robustez de una configuración basada en estructuras tan sencillas como portaobjetos y cubreobjetos de vidrio, lo que permite generalizar su uso en aplicaciones reales, como ocurrió en el caso de SPR hace más de un par de décadas.

Esta configuración permite un amplio abanico de posibilidades en cuanto a nanoestructurar ambos lados de la guía de ondas con tiras, rejillas, nanoguías, etc. Existe un número casi ilimitado de aplicaciones y diseños que se pueden desarrollar con esta estructura. Asimismo, se pueden desarrollar diferentes dispositivos fotónicos, no solo sensores, como filtros, acopladores, guías de ondas, etc. Es decir, con esta sencilla plataforma polivalente se pueden abrir un sinnúmero de **nuevas líneas de investigación y aplicaciones**.

Además, se demostró que es posible generar un LMR en una fibra *D-shaped* recubierta de *thin film* en configuración de reflexión y se observó que, utilizando una técnica de limpieza láser, se puede optimizar la *FWHM* de la estructura, al reducir la longitud del recubrimiento. Usando métodos combinados de inmersión en agua y limpieza láser, se observó que la longitud óptima de la región recubierta es de 3 mm, lo que es realmente interesante en términos de usar esta estructura con un cabezal de corta longitud en aplicaciones como sensores químicos o biosensores, donde un *FWHM* bajo es fundamental para alcanzar un límite bajo de detección, y se puede aplicar en otros dominios, como el diseño de filtros ópticos o resonadores y, por supuesto, a la configuración en guía onda plana estudiada a fondo en este capítulo

4.6 Bibliografía.

- [1] C. Nylander, B. Liedberg, and T. Lind, "Gas detection by means of surface plasmon resonance," *Sensors and Actuators*, vol. 3, no. C, pp. 79–88, Jan. 1982, doi: 10.1016/0250-6874(82)80008-5.
- [2] E. Kretschmann and H. Raether, "Radiative Decay of Non Radiative Surface Plasmons Excited by Light," *Zeitschrift für Naturforschung - Section A Journal of Physical Sciences*, vol. 23, no. 12. Verlag der Zeitschrift für Naturforschung, pp. 2135–2136, Dec. 01, 1968, doi: 10.1515/zna-1968-1247.
- [3] I. Del Villar *et al.*, "Optical sensors based on lossy-mode resonances," *Sensors and Actuators, B: Chemical*, vol. 240. Elsevier B.V., pp. 174–185, Mar. 01, 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.08.126.

- [4] S. P. Usha, A. M. Shrivastav, and B. D. Gupta, "Semiconductor metal oxide/polymer based fiber optic lossy mode resonance sensors: A contemporary study," *Opt. Fiber Technol.*, vol. 45, pp. 146–166, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.yofte.2018.07.003.
- [5] I. Del Villar, V. Torres, and M. Beruete, "Experimental demonstration of lossy mode and surface plasmon resonance generation with Kretschmann configuration," *Opt. Lett.*, vol. 40, no. 20, p. 4739, Oct. 2015, doi: 10.1364/ol.40.004739.
- [6] D. Kaur, V. K. Sharma, and A. Kapoor, "High sensitivity lossy mode resonance sensors," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 198, pp. 366–376, Jul. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2014.03.058.
- [7] T. E. Batchman and G. M. McWright, "Mode Coupling Between Dielectric and Semiconductor Planar Waveguides," *IEEE J. Quantum Electron.*, vol. 18, no. 4, pp. 782–788, 1982, doi: 10.1109/JQE.1982.1071578.
- [8] V. Torres, M. Beruete, P. Sánchez, and I. Del Villar, "Indium tin oxide refractometer in the visible and near infrared via lossy mode and surface plasmon resonances with Kretschmann configuration," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 108, no. 4, Jan. 2016, doi: 10.1063/1.4941077.
- [9] A. B. Socorro, I. Del Villar, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Influence of waist length in lossy mode resonances generated with coated tapered single-mode optical fibers," *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 23, no. 21, pp. 1579–1581, 2011, doi: 10.1109/LPT.2011.2164520.
- [10] M. Hernaez, C. R. Zamarreño, I. Del Villar, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Optical fiber humidity sensor based on lossy mode resonances," *Int. J. Smart Sens. Intell. Syst.*, vol. 2, no. 4, pp. 653–660, 2009, doi: 10.21307/ijssis-2017-373.
- [11] F. Yang and J. R. Sambles, "Determination of the optical permittivity and thickness of absorbing films using long range modes," *J. Mod. Opt.*, vol. 44, no. 6, pp. 1155–1163, 1997, doi: 10.1080/09500349708230726.
- [12] I. Del Villar *et al.*, "Design rules for lossy mode resonance based sensors," *Appl. Opt.*, vol. 51, no. 19, pp. 4298–4307, Jul. 2012, doi: 10.1364/AO.51.004298.
- [13] I. Del Villar, C. R. Zamarreño, M. Hernaez, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Generation of lossy mode resonances with absorbing thin-films," *J. Light. Technol.*, vol. 28, no. 23, pp. 3351–3357, 2010, doi: 10.1109/JLT.2010.2082492.
- [14] C. R. Zamarreño, S. Lopez, M. Hernaez, I. Del Villar, I. R. Matias, and F. J. Arregui, "Resonance-based optical fiber refractometers," *Proc. IEEE Sensors*, vol. 22, no. 24, pp. 1469–1471, 2011, doi: 10.1109/ICSENS.2011.6127171.
- [15] C. Rhodes *et al.*, "Surface plasmon resonance in conducting metal oxides," *J. Appl. Phys.*, vol. 100, no. 5, p. 054905, Sep. 2006, doi: 10.1063/1.2222070.
- [16] C. R. Zamarreño, F. J. Arregui, I. Del Villar, I. R. Matias, and M. Hernaez, "Lossy Mode Resonance Generation With Indium-Tin-Oxide-Coated Optical Fibers for Sensing Applications," *J. Light. Technol. Vol. 28, Issue 1, pp. 111-117*, vol. 28, no. 1, pp. 111–117, Jan. 2010, Accessed: Mar. 03, 2021. [Online]. Available: <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?uri=jlt-28-1-111>.
- [17] S. P. Usha, S. K. Mishra, and B. D. Gupta, "Fiber optic hydrogen sulfide gas sensors utilizing ZnO thin film/ZnO nanoparticles: A comparison of surface plasmon resonance and lossy mode resonance," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 218, pp. 196–204, Oct. 2015, doi: 10.1016/j.snb.2015.04.108.

- [18] B. Michalak *et al.*, "Optical Monitoring of Electrochemical Processes With ITO-Based Lossy-Mode Resonance Optical Fiber Sensor Applied as an Electrode," *J. Light. Technol.* Vol. 36, Issue 4, pp. 954-960, vol. 36, no. 4, pp. 954-960, Feb. 2018, Accessed: Mar. 04, 2021. [Online]. Available: <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?uri=jlt-36-4-954>.
- [19] D. Tiwari, K. Mullaney, S. Korposh, S. W. James, S. W. Lee, and R. P. Tatam, "An ammonia sensor based on Lossy Mode Resonances on a tapered optical fibre coated with porphyrin-incorporated titanium dioxide," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 242, pp. 645-652, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.11.092.
- [20] A. Ozcariz, C. R. Zamarreño, P. Zubiarte, and F. J. Arregui, "Is there a frontier in sensitivity with Lossy mode resonance (LMR) based refractometers?," *Sci. Rep.*, vol. 7, no. 1, pp. 1-7, Dec. 2017, doi: 10.1038/s41598-017-11145-9.
- [21] F. Chiavaioli *et al.*, "Femtomolar Detection by Nanocoated Fiber Label-Free Biosensors," *ACS Sensors*, vol. 3, no. 5, pp. 936-943, May 2018, doi: 10.1021/acssensors.7b00918.
- [22] J. Homola and M. Piliarik, *Surface Plasmon Resonance (SPR) Sensors*. 2006.
- [23] M. Rubin, "Optical properties of soda lime silica glasses," *Sol. Energy Mater.*, vol. 12, no. 4, pp. 275-288, Sep. 1985, doi: 10.1016/0165-1633(85)90052-8.
- [24] N. Sultanova, S. Kasarova, and I. Nikolov, "Dispersion properties of optical polymers," in *Acta Physica Polonica A*, 2009, vol. 116, no. 4, pp. 585-587, doi: 10.12693/APhysPolA.116.585.
- [25] H. Farahani, R. Wagiran, and M. Hamidon, "Humidity Sensors Principle, Mechanism, and Fabrication Technologies: A Comprehensive Review," *Sensors*, vol. 14, no. 5, pp. 7881-7939, Apr. 2014, doi: 10.3390/s140507881.
- [26] J. Ascorbe, J. Corres, F. Arregui, and I. Matias, "Recent Developments in Fiber Optics Humidity Sensors," *Sensors*, vol. 17, no. 4, p. 893, Apr. 2017, doi: 10.3390/s17040893.
- [27] L. Alwis, T. Sun, and K. T. V. Grattan, "Optical fibre-based sensor technology for humidity and moisture measurement: Review of recent progress," *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, vol. 46, no. 10, Elsevier B.V., pp. 4052-4074, 2013, doi: 10.1016/j.measurement.2013.07.030.
- [28] A. B. Socorro, I. Del Villar, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Spectral width reduction in lossy mode resonance-based sensors by means of tapered optical fibre structures," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 200, pp. 53-60, Sep. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2014.04.017.
- [29] C. Guillén and J. Herrero, "Stability of sputtered ITO thin films to the damp-heat test," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 1-2, pp. 309-312, Sep. 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.11.114.
- [30] P. Sanchez *et al.*, "Lossy mode resonances toward the fabrication of optical fiber humidity sensors," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 23, no. 1, p. 014002, Dec. 2012, doi: 10.1088/0957-0233/23/1/014002.
- [31] F. Chiavaioli, C. Gouveia, P. Jorge, and F. Baldini, "Towards a Uniform Metrological Assessment of Grating-Based Optical Fiber Sensors: From Refractometers to Biosensors," *Biosensors*, vol. 7, no. 4, p. 23, Jun. 2017, doi: 10.3390/bios7020023.
- [32] F. J. Arregui, I. Del Villar, C. R. Zamarreño, P. Zubiarte, and I. R. Matias, "Giant sensitivity of optical fiber sensors by means of lossy mode resonance," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 232, pp. 660-665, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.snb.2016.04.015.
- [33] A. Andreev *et al.*, "A refractometric sensor using index-sensitive mode resonance

- between single-mode fiber and thin film amorphous silicon waveguide," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 106, no. 1 SPEC. ISS., pp. 484–488, 2005, doi: 10.1016/j.snb.2004.09.002.
- [34] Refractive Index Liquid, Series AAA, RI 1.3300-1.3600, Technical Data Sheet, Cargille Laboratories," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 1, no. 1, pp. 1–8, 2018, Available: doi.org/10.1016/j.cirp.2016.06.001.
- [35] I. Del Villar, P. Zubiarte, C. R. Zamarreño, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Optimization in nanocoated D-shaped optical fiber sensors," *Opt. Express*, vol. 25, no. 10, p. 10743, May 2017, doi: 10.1364/oe.25.010743.
- [36] D. V F and P. D. L, "Properties of reactively-sputtered copper oxide thin films.," *Thin Solid Films*, vol. 61, no. 1, pp. 89–98, 1979, Accessed: Mar. 05, 2021. [Online]. Available: https://jglobal.jst.go.jp/en/detail?JGLOBAL_ID=201002016814520346.
- [37] P. Sanchez, C. R. Zamarreño, M. Hernaez, I. R. Matias, and F. J. Arregui, "Optical fiber refractometers based on Lossy Mode Resonances by means of SnO₂ sputtered coatings," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 202, pp. 154–159, Oct. 2014, doi: 10.1016/j.snb.2014.05.065.
- [38] X. Shu, L. Zhang, and I. Bennion, "Fabrication and characterisation of ultra-long-period fibre gratings," *Opt. Commun.*, vol. 203, no. 3–6, pp. 277–281, 2002, doi: 10.1016/S0030-4018(02)01185-9.
- [39] M. Marciniak, J. Grzegorzewski, and M. Szustakowski, "Analysis of lossy mode cut-off conditions in planar waveguides with semiconductor guiding layer," *IEE proceedings. Part J, Optoelectron.*, vol. 140, no. 4, pp. 247–252, 1993, doi: 10.1049/ip-j.1993.0040.
- [40] A. Urrutia, J. Goicoechea, A. L. Ricchiuti, D. Barrera, S. Sales, and F. J. Arregui, "Simultaneous measurement of humidity and temperature based on a partially coated optical fiber long period grating," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 227, pp. 135–141, 2016, doi: 10.1016/j.snb.2015.12.031.
- [41] S. Pevec and D. Donlagic, "Miniature all-silica fiber-optic sensor for simultaneous measurement of relative humidity and temperature," *Opt. Lett.*, vol. 40, no. 23, p. 5646, 2015, doi: 10.1364/ol.40.005646.
- [42] C. He, S. Korposh, R. Correia, L. Liu, B. R. Hayes-Gill, and S. P. Morgan, "Optical fibre sensor for simultaneous temperature and relative humidity measurement: Towards absolute humidity evaluation," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 344, p. 130154, 2021, doi: 10.1016/j.snb.2021.130154.
- [43] J. S. Velázquez-González, D. Monzón-Hernández, D. Moreno-Hernández, F. Martínez-Piñón, and I. Hernández-Romano, "Simultaneous measurement of refractive index and temperature using a SPR-based fiber optic sensor," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 242, pp. 912–920, 2017, doi: 10.1016/j.snb.2016.09.164.
- [44] P. Lu, L. Men, K. Sooley, and Q. Chen, "Tapered fiber Mach-Zehnder interferometer for simultaneous measurement of refractive index and temperature," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 94, no. 13, pp. 1–3, 2009, doi: 10.1063/1.3115029.
- [45] C. Zhou, Q. Zhou, C. He, J. Tian, Y. Sun, and Y. Yao, "Fiber Optic Sensor for Simultaneous Measurement of Refractive Index and Temperature Based on Internal-and- External-Cavity Fabry-Pérot Interferometer Configuration," *IEEE Sens. J.*, vol. 21, no. 8, pp. 9877–9884, 2021, doi: 10.1109/JSEN.2021.3059021.
- [46] Q. Zhang, T. Zhu, J. Zhang, and K. S. Chiang, "Micro-fiber-based FBG sensor for simultaneous measurement of vibration and temperature," *IEEE Photonics Technol. Lett.*,

- vol. 25, no. 18, pp. 1751–1753, 2013, doi: 10.1109/LPT.2013.2272934.
- [47] A. Leal-Junior, A. Frizera, C. Marques, and M. José Pontes, “Polymer-optical-fiber-based sensor system for simultaneous measurement of angle and temperature,” *Appl. Opt.*, vol. 57, no. 7, p. 1717, 2018, doi: 10.1364/ao.57.001717.
- [48] A. G. Leal-Junior, C. R. Díaz, C. Leitão, M. J. Pontes, C. Marques, and A. Frizera, “Polymer optical fiber-based sensor for simultaneous measurement of breath and heart rate under dynamic movements,” *Opt. Laser Technol.*, vol. 109, no. July 2018, pp. 429–436, 2019, doi: 10.1016/j.optlastec.2018.08.036.
- [49] D. Liu *et al.*, “High sensitivity optical fiber sensors for simultaneous measurement of methanol and ethanol,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 271, no. December 2017, pp. 1–8, 2018, doi: 10.1016/j.snb.2018.05.106.
- [50] S. Pevec and D. Donlagić, “Multiparameter fiber-optic sensors: a review,” *Opt. Eng.*, vol. 58, no. 07, p. 1, 2019, doi: 10.1117/1.oe.58.7.072009.
- [51] V. Stojceska, P. Ainsworth, A. Plunkett, and Ş. Ibanoglu, “The effect of extrusion cooking using different water feed rates on the quality of ready-to-eat snacks made from food by-products,” *Food Chem.*, vol. 114, no. 1, pp. 226–232, 2009, doi: 10.1016/j.foodchem.2008.09.043.
- [52] C. L. Lim, C. Byrne, and J. K. W. Lee, “Human thermoregulation and measurement of body temperature in exercise and clinical settings,” *Ann. Acad. Med. Singapore*, vol. 37, no. 4, pp. 347–353, 2008.
- [53] Y. Kaneko, H. Hayashi, Y. Ishii, W. Kada, and H. Nishikawa, “Refractive index change and thermo-optic effect in polydimethylsiloxane nanocomposites with oxide nanoparticles induced by proton beam writing,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 459, no. July 2018, pp. 94–97, 2019, doi: 10.1016/j.nimb.2019.09.004.
- [54] P. S. Priambodo, P. S. Priambodo, and R. Magnusson, “Agarose-Gel Based Guided-Mode Resonance Humidity Sensor,” *IEEE Sens. J.*, vol. 7, no. 3, pp. 409–414, 2007, doi: 10.1109/JSEN.2006.890129.
- [55] F. J. Arregui, Z. Ciaurriz, M. Oneca, and I. R. Matias, “An experimental study about hydrogels for the fabrication of optical fiber humidity sensors,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 96, no. 1–2, pp. 165–172, 2003, doi: 10.1016/S0925-4005(03)00520-3.
- [56] C. Markos, K. Vlachos, and G. Kakarantzas, “Bending loss and thermo-optic effect of a hybrid PDMS/silica photonic crystal fiber,” *Opt. Express*, vol. 18, no. 23, p. 24344, 2010, doi: 10.1364/oe.18.024344.
- [57] J. Mathew, Y. Semenova, and G. Farrell, “Relative humidity sensor based on an agarose-infiltrated photonic crystal fiber interferometer,” *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.*, vol. 18, no. 5, pp. 1553–1559, 2012, doi: 10.1109/JSTQE.2011.2182337.
- [58] P. Roriz, S. Silva, O. Frazão, and S. Novais, “Optical fiber temperature sensors and their biomedical applications,” *Sensors (Switzerland)*, vol. 20, no. 7, 2020, doi: 10.3390/s20072113.
- [59] X. D. Wang and O. S. Wolfbeis, “Fiber-optic chemical sensors and biosensors (2015–2019),” *Anal. Chem.*, vol. 92, no. 1, pp. 397–430, 2020, doi: 10.1021/acs.analchem.9b04708.
- [60] P. Pilla *et al.*, “Optical chemo-sensor based on long period gratings coated with δ form syndiotactic polystyrene,” *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 17, no. 8, pp. 1713–1715,

- 2005, doi: 10.1109/LPT.2005.851979.
- [61] The Dow Chemical Company, "SYLGARD™ 184 Silicone Elastomer APPLICATIONS," *Silicone Elastomer Tech. Data Sheet*, no. 11, p. 4, 2017.
- [62] O. Fuentes, J. Goicoechea, J. M. Corres, I. Del Villar, A. Ozcariz, and I. R. Matias, "Generation of lossy mode resonances with different nanocoatings deposited on coverslips," *Opt. Express*, vol. 28, no. 1, p. 288, Jan. 2020, doi: 10.1364/oe.28.000288.
- [63] O. Fuentes, I. Del Villar, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Lossy mode resonance sensors based on lateral light incidence in nanocoated planar waveguides," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41598-019-45285-x.
- [64] Y. Xu *et al.*, "Optical Refractive Index Sensors with Plasmonic and Photonic Structures: Promising and Inconvenient Truth," *Adv. Opt. Mater.*, vol. 7, no. 9, pp. 31–33, 2019, doi: 10.1002/adom.201801433.
- [65] A. N. Bashkatov and E. A. Genina, "Water refractive index in dependence on temperature and wavelength: a simple approximation," *Opt. Commun.*, vol. 5068, pp. 393–395, Oct. 2003, doi: 10.1117/12.518857.
- [66] N. T. C. Thermistors and R. Leded, "Vishay BCcomponents NTC Thermistors , Radial Leded , Standard Precision QUICK REFERENCE DATA," *Notes*, pp. 75–91, 2002.
- [67] B. Carotenuto *et al.*, "Smart optical catheters for epidurals," *Sensors (Switzerland)*, vol. 18, no. 7, pp. 1–9, 2018, doi: 10.3390/s18072101.
- [68] P. Bechi *et al.*, "Long-term ambulatory enterogastric reflux monitoring," *Dig. Dis. Sci.*, vol. 38, no. 7, pp. 1297–1306, 1993, doi: 10.1007/bf01296082.
- [69] P. R. Stoddart and D. J. White, "Optical fibre SERS sensors," *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 394, no. 7, pp. 1761–1774, 2009, doi: 10.1007/s00216-009-2797-6.
- [70] S. Swann, "Film thickness distribution in magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 38, no. 8–10, pp. 791–794, 1988, doi: 10.1016/0042-207X(88)90465-4.
- [71] T. Wang, H. Yu, Z. Wu, Y. Jiang, J. Jiang, and H. Jing, "Analysis of film thickness for magnetron sputtering system with more than one workbench," *2009 Int. Conf. Opt. Instruments Technol. Opt. Syst. Mod. Optoelectron. Instruments*, vol. 7506, p. 75062B, 2009, doi: 10.1117/12.837841.
- [72] Q. hua Fan, X. hong Chen, and Y. Zhang, "Computer simulation of film thickness distribution in symmetrical magnet magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 46, no. 3, pp. 229–232, 1995, doi: 10.1016/0042-207X(94)00051-4.
- [73] A. Urrutia, I. Del Villar, P. Zubiate, and C. R. Zamarreño, "A Comprehensive Review of Optical Fiber Refractometers: Toward a Standard Comparative Criterion," *Laser Photonics Rev.*, vol. 13, no. 11, pp. 1–32, 2019, doi: 10.1002/lpor.201900094.

Chapter 5. Conclusions and future research lines.

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.

In **chapter 2**, focused on SMS-based sensor devices, two modes of operation were observed in the optical spectrum: the so-called "self-image band" and the "periodic spectrum", the latter one typically obtained after an etching process. Two advantages are obtained with the "periodic spectrum". The first one is an increase in sensitivity due to the reduction in diameter during the etching process. The second one is the possibility of tracking the sensor both in wavelength and in phase, which follows the same trend as the change in wavelength. This was demonstrated for a liquid level sensor, where the wavelength sensitivity was increased from 0.15 to 0.41 nm/mm by etching, along with the possibility to track the signal in phase with a sensitivity of 0.0615 rad/mm. In addition, the possibility of coating the sensing structure based on "periodic spectrum" mode with other elastic materials such as PDMS was demonstrated in a vacuum sensor. The elastic properties of the PDMS used influence the sensitivity of the devices, their measuring range and the response time.

These fine properties of SMS structure, i.e. simplicity of design, good sensitivity and possibility of phase analysis, position this structure as a cost effective solution that can be used in many applications. Moreover, there is an open research line on how to develop multiparameter SMS structures, something that has been attained with the platform studied in chapter 4 but, due to the lack of time, not with the SMS structure.

In **chapter 3**, LPFGs structures were studied. This structure is more complex than SMS and more expensive in terms of the manufacturing process, though there exist alternative methods to UV light writing such as arc discharge. In any case, the main potential of this structure is that multiple phenomena can be combined for enhancing the sensitivity: diameter reduction, dispersion turning point and deposition of a nanocoating. These three parameters were successfully controlled in the development of a high sensitivity pH sensor (8.7 nm/pH unit) operating in the visible region, whereas by combining the diameter reduction and the dispersion turning point it was possible to obtain strain sensors that improve the state of the art by a factor of 10 in terms of sensitivity. However, the main disadvantage of this structure, in addition to the

complexity in terms of fabrication, is the difficulty in tuning the structure for its best performance, something that is not so difficult with the structure studied in chapter 4.

Chapter 4 presents a new type of sensor platform based on the generation of LMRs by lateral incidence of light in plane waveguides deposited with a thin film in wavelength ranges from the visible to the NIR. This avoids the use of fiber optics, which is more fragile and requires splicing, or the Kretschmann configuration. The system described here combines the good properties of LMR-based fiber optic sensors (i.e. extremely high sensitivity through the use of materials with a high refractive index and the ability to tune the resonance at any position in the optical spectrum), with the simplicity and robustness of a configuration based on simple structures such as glass slides and coverslips, which allows its general use in real applications, as happened in the case of SPR more than a couple of decades ago.

The performance of this optical platform was improved by using a linear polarizer, whose position can be easily rotated to polarize TE or TM, allowing the separation of LMR_{TE} and LMR_{TM} . The results presented are similar to the previously obtained with fiber optics, but with a simpler structure. They show that a refractive index sensitivities obtained with the first LMR is approximately 5 to 7 times higher than that obtained with the second LMR. Regarding the deposition of different materials, it has been shown that a material with a higher refractive index allows to obtain an LMR with a thinner coating. On the other hand, in terms of sensitivity to the refractive index, it was shown that a higher refractive index leads to a higher sensitivity, although the working wavelength is a more relevant parameter than the refractive index of the coating in the improved sensitivity.

The use of a waveguide-based platform as a refractive index sensor, humidity and temperature sensors was successfully demonstrated. Moreover, a couple of dual LMR based single platforms for the development of two parameter sensor were developed, where the two LMRs were shown to operate independently of each other. This opens the path for multiparameter sensors, which for this simple structure has become a reality and is the main research line opened by this thesis, to develop multilayer structures on different regions of both faces of the coverslip, each region sensitive to a different parameter.

Finally, the effect of the non-uniformity of the deposited thin film was explored in a D-shaped fiber covered with thin film in a reflection configuration. Using a laser cleaning technique, the FWHM of the structure was optimized, by reducing the length of the coating. Combining methods of water immersion and laser cleaning, the optimal length of the coated region was found to be 3mm, which is really interesting in terms of using this structure with a short head length in applications such as chemical sensors or biosensors, where a low FWHM is essential to

achieve a low limit of detection. Moreover, this concept could be applied also to the planar waveguide configuration as a future research line.

Apéndice I. Contribuciones científicas.

A. Publicaciones en revistas científicas relacionadas con esta tesis.

- [1] O. Fuentes, I. del Villar, J. R. Vento, A. B. Socorro, E. E. Gallego, J. M. Corres, I. R. Matías, "Increasing the Sensitivity of an Optic Level Sensor with a Wavelength and Phase Sensitive Single-Mode Multimode Single-Mode Fiber Structure," *IEEE Sens. J.*, vol. 17, no. 17, pp. 5515–5522, Sep. 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2724849.
- [2] J. Ascorbe, O. Fuentes, F. J. Arregui, I. R. Matias, and J. M. Corres, "Optical fiber vacuum sensor based on etched SMS structure and PDMS coating," *IEEE Sens. J.*, pp. 1–1, Aug. 2020, doi: 10.1109/jsen.2020.3015577.
- [3] I. Del Villar *et al.*, "Sensitivity Enhancement in Low Cutoff Wavelength Long-Period Fiber Gratings by Cladding Diameter Reduction," *Sensors*, vol. 17, no. 9, p. 2094, Sep. 2017, doi: 10.3390/s17092094.
- [4] I. Del Villar, O. Fuentes, F. Chiavaioli, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Optimized strain long-period fiber grating (LPFG) sensors operating at the dispersion turning point," *J. Light. Technol.*, vol. 36, no. 11, pp. 2240–2247, Jun. 2018, doi: 10.1109/JLT.2018.2790434.
- [5] O. Fuentes, J. M. Corres, I. R. Matias, and I. Del Villar, "Generation of Lossy Mode Resonances in Planar Waveguides Toward Development of Humidity Sensors," *J. Light. Technol.*, vol. 37, no. 10, pp. 2300–2306, May 2019, doi: 10.1109/JLT.2019.2902045.
- [6] O. Fuentes, I. Del Villar, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Lossy mode resonance sensors based on lateral light incidence in nanocoated planar waveguides," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–10, Dec. 2019, doi: 10.1038/s41598-019-45285-x.
- [7] O. Fuentes, J. Goicoechea, J. M. Corres, I. Del Villar, A. Ozcariz, and I. R. Matias, "Generation of lossy mode resonances with different nanocoatings deposited on coverslips," *Opt. Express*, vol. 28, no. 1, p. 288, Jan. 2020, doi: 10.1364/oe.28.000288.
- [8] I. Dominguez, I. Del Villar, O. Fuentes, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Dually nanocoated planar waveguides towards multi-parameter sensing," *Sci. Rep.*, vol. 11, no. 1, pp. 1–8, 2021, doi: 10.1038/s41598-021-83324-8.
- [9] O. Fuentes, J. M. Corres, I. Domínguez, I. Del Villar, and I. R. Matias, *Simultaneous Measurement of Refractive Index and Temperature using LMR on planar waveguide*. .
- [10] O. Fuentes *et al.*, "Improving the width of lossy mode resonances in a reflection configuration D-shaped fiber by nanocoating laser ablation," *Opt. Lett.*, vol. 45, no. 17, p. 4738, Sep. 2020, doi: 10.1364/ol.402177.

B. Otras publicaciones en revistas científicas.

- [1] I. Domínguez *et al.*, "Intrusive passive optical tapping device," *IEEE Access*, vol. 9, pp. 31627–31637, 2021, doi: 10.1109/ACCESS.2021.3060588.
- [2] I. Dominguez, I. Del Villar, O. Fuentes, J. M. Corres, and I. R. Matias, "Interdigital concept in photonic sensors based on an array of lossy mode resonances," *Sci. Rep.*, vol. 11, no. 1, pp. 1–11, 2021, doi: 10.1038/s41598-021-92765-0.

C. Publicaciones en congresos internacionales y nacionales.

- [1] J. Ascorbe, O. Fuentes, J. M. Corres, F. J. Arregui, and I. R. Matias, "Optical fiber vacuum sensor based on modal interferometer and PDMS coating," IEEE Sensors 2019, October 27-30, 2019, Canada, ISBN: 978-1-7281-1634-1.
- [2] K.I. Aginaga-Etxamendi, A.B. Socorro-Leranz, O. Fuentes, I. Del Villar, J.M. Corres, I.R. Matias, "AC/DC Millivoltage Sensor by means of ITO-coated Optical Fibers: Towards Monitoring of Biosignals," IEEE Sensors 2019, October 27-30, 2019, Canada, ISBN: 978-1-7281-1634-1.
- [3] O. Fuentes, J. M. Corres, I. Domínguez, I. del Villar, and I. R. Matias, "Simultaneous Measurement of Refractive Index and Temperature using LMR on planar waveguide," IEEE Sensors 2020, October 25-28, 2020, Australia, ISBN: 978-1-7281-6801-2.
- [4] O. Fuentes, I. del Villar, J. R. Vento, A. B. Socorro, E. E. Gallego, J. M. Corres, I. R. Matías, "Incremento de la sensibilidad de un sensor óptico de nivel de líquido con una estructura de fibra monomodo-multimodo-monomodo (SMS)," SAAEI 2019, Julio 3-5, 2019, España, ISBN: 978-84-17171-50-6.
- [5] O. Fuentes, J. M. Corres, I. R. Matías, I. del Villar, "A humidity sensors based on a Lossy Mode Resonance over planar waveguide," X workshop Ibernarn 2019, Noviembre 7-8, 2019, España.

D. Participación en congresos internacionales y nacionales.

- [1] O. Fuentes, J. M. Corres, I. Domínguez, I. del Villar, and I. R. Matias, "Simultaneous Measurement of Refractive Index and Temperature using LMR on planar waveguide," IEEE Sensors 2020, October 25-28, 2020, Australia, ISBN: 978-1-7281-6801-2.
- [2] O. Fuentes, I. del Villar, J. R. Vento, A. B. Socorro, E. E. Gallego, J. M. Corres, I. R. Matías, "Incremento de la sensibilidad de un sensor óptico de nivel de líquido con una estructura de fibra monomodo-multimodo-monomodo (SMS)," SAAEI 2019, Julio 3-5, 2019, España, ISBN: 978-84-17171-50-6.

E. Patentes.

- [1] Inventores (p.o. de firma): I. Del Villar, O. Fuentes, F. J. Arregui, J. M. Corres, Título: Procedimiento guía-onda y sistemas para generar modos cercanos a la condición de corte. Número de solicitud: P201831185, País: España, Fecha de concesión: 1 de octubre de 2020, Número de publicación concesión: ES2765026B2, Entidad titular: Universidad Pública de Navarra.
- [2] Inventores (p.o. de firma): I. Del Villar, Ismel Domínguez, O. Fuentes, J. M. Corres, Ignacio R. Matias, Título: Distribuidor óptico modular reconfigurable y sistema y procedimiento para transmitir una señal óptica mediante el distribuidor óptico modular reconfigurable. Número de solicitud: P201931159, País: España, Fecha de solicitud: 27 de diciembre de 2019, Estado: Tramitándose, Entidad titular: Universidad Pública de Navarra.