TESIS DEFENDIDA POR

JOSÉ GUADALUPE PALOMARES MENDOZA

Y APROBADA POR EL SIGUIENTE COMITÉ

Dr. Mikhail Shlyagin Director del Comité 0 Dr. Anatoly Khomenko Dra. Diana Tentori Santacruz Miembro del Comité Miembro del Comité Dr. Heriberto Márquez Becerra Dr. César Cruz Hernández Miembro del Comité Miembro del Comité Dr. Pedro Negrete Regagnon Dr. David Hilario Covarrubias Rosales Coordinador del programa de posgrado en Óptica Director de Estudios de Posgrado

1 de septiembre de 2011

CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y DE EDUCACIÓN SUPERIOR DE ENSENADA



PROGRAMA DE POSGRADO EN CIENCIAS EN ÓPTICA

DESARROLLO DE UN REFRACTÓMETRO DE FIBRA ÓPTICA CON REJILLAS DE BRAGG

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de MAESTRO EN CIENCIAS

Presenta:

JOSÉ GUADALUPE PALOMARES MENDOZA

Ensenada, Baja California, México, septiembre de 2011

RESUMEN de la tesis de JOSÉ GUADALUPE PALOMARES MENDOZA, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de MAESTRO EN CIENCIAS en ÓPTICA con orientación en OPTOELECTRÓNICA. Ensenada, Baja California, septiembre de 2011.

DESARROLLO DE UN REFRACTÓMETRO DE FIBRA ÓPTICA CON REJILLAS DE BRAGG

Resumen aprobado por:

Dr. Mikhail Shlyagin

Director de Tesis

En años recientes ha crecido el interés por desarrollar refractómetros en fibra óptica. Este interés se debe a que los refractómetros de fibra óptica pueden tener, potencialmente, muchas ventajas sobre los refractómetros tradicionales que usan primas de alta calidad con estabilización de temperatura. La medición precisa del índice de refracción es importante en muchas aplicaciones científicas, médicas e industriales. Es este trabajo se desarrolló un estudio bibliográfico de los distintos métodos y aparatos desarrollados para mediciones del índice de refracción, incluyendo refractómetros de fibra óptica basados en reflexión de Fresnel, resonancia de plasmones superficiales, en la interacción del campo evanescente de los modos guiados con sustancias en contacto con el exterior de la fibra.

Cambios en la constante de propagación efectiva del modo inducido por sustancias externas puede ser medida usando diferentes configuraciones interferométricas que incluyen FBG (rejillas de Bragg en fibra, por sus siglas en inglés), LPG (rejillas de periodo largo, por sus siglas en inglés) e interferómetros alineados a la fibra.

En este trabajo para las mediciones del índice de refracción se empleó una configuración interferométrica original basada en tres rejillas de Bragg con acceso al campo evanescente del modo guiado por la fibra entre las dos últimas rejillas. Un interferómetro formado entre la primera y segunda rejillas fue usado para generar una señal de referencia para compensar inestabilidades del sistema de medición. Durante la realización de este trabajo, se desarrolló una técnica para accesar al campo evanescente del modo fundamental de fibra óptica estándar Corning SMF-28. Pulido mecánico de la cubierta de la fibra seguido de ahusado químico con monitoreo simultaneo en tiempo real de las amplitudes y fases de la señal proveyó resultados consistentes y repetibles. Como una fuente de luz utilizamos un diodo láser DFB con barrido en longitud de onda por modulación de temperatura. La influencia en las mediciones por baja repetitividad del barrido en longitud de onda fue compensada por un procesamiento adecuado de las señales empleando la señal del interferómetro de referencia. Los resultados experimentales indican que la sensibilidad del sensor se acerca a 100 rad/RIU y una resolución de 10⁻⁴ puede ser obtenida usando un

aparato de interrogación simple y de bajo costo. Este refractómetro puede ser útil para monitorear pequeñas variaciones del índice de refracción en líquidos.

Palabras Clave: Refractómetro, Rejillas de Bragg, Campo Evanescente.

ABSTRACT of the thesis presented by JOSÉ GUADALUPE PALOMARES MENDOZA as partial fulfillment of the requirements of the degree of MASTER IN SCIENCE in OPTICS with orientation in OPTOELECTRONICS. Ensenada, Baja California, September 2011.

DEVELOPMENT OF A FIBER OPTICS REFRACTOMETER BASED ON FIBER BRAGG GRATINGS

In recent years, much research activity were demonstrated in development of fiberoptic refractometers. Such interest is because of fiber-optic refractometers can potentially possess many advantages over traditional bulk optics refractometers which use high quality prisms with temperature stabilization. Precise measuring of refractive index is important for many scientific, medical and industrial applications. In this work, a bibliographic study was performed on different methods and devices for refractive index measurements, including fiber optic refractometers based on Fresnel reflections, surface plasmon resonance, on interaction of evanescent field of the guided modes with external to fiber substances. Changes of the mode effective propagation constant induced by external substances can be measured using different interferometric configurations including Fiber Bragg gratings, Long Period gratings and two-beam in-fiber interferometers.

In this work, for refractive index measuring we used an original interfemetric configuration based on three Fiber Bragg gratings with an access to the evanescent field of the guided mode in between two last gratings. An interferometer formed between the first and the second Bragg gratings was used to generate a reference signal for compensation of the measurement system instabilities. During realization of this work, a technique to provide an access to evanescent field of the fundamental mode of the standard Corning SMF-28 optical fiber was developed. Mechanical polishing of the fiber cladding following by chemical etching with simultaneous real-time monitoring of signal amplitudes and phases provided consistent and repeatable results. As the light source we used a DFB diode laser with wavelength sweeping by diode temperature modulation. Influence of low repeatability of wavelength sweeping on measurements were compensated by proper signal processing using signals from the reference interferometer. The experimental results indicate that the sensor sensitivity is approaching 100 rad/RIU and the resolution of 10^{-4} can be obtained using a simple and inexpensive interrogation apparatus. This refractometer can be useful for monitoring small variations of refractive index of liquid substances.

Keywords: Refractometer, Fiber Bragg Gratings, Evanescent Field.

mea familĭa mea familiæ amor me adiuvat ad superandum omnes

Agradezco

A Dios que me mantiene firme y me lleva por las etapas de mi vida.

A mis padres por darme la oportunidad de vivir, de crecer, de intentar ser lo que hoy pretendo ser y por apoyarme en cada momento a pesar de no estar muchas veces de acuerdo.

A las personas que están presentes en mi mente a cada instante, su recuerdo es indeleble porque me dan ánimos y muestran interés por todo lo que realizo no obstante la distancia, gracias por su aliento, miradas y oraciones.

A mis hermanos por saberme parte de ellos y para ellos, porque al igual que yo sienten los sinsabores y satisfacciones de cada camino elegido.

A mis amigos y amigas que han sido parte importante en esta etapa, sin haber interactuado con ellos y ellas no hubiese sabido lo grande que es sentir compañía, amistad, consejos, enojos y demás sentimientos frente a los obstáculos y vicisitudes superadas.

A las instituciones donde he recibido los conocimientos que tengo, en particular al CICESE por brindarme la oportunidad de formarme como maestro en ciencias y al CONACYT por la beca otorgada (num. 24784) para realizar mis estudios de posgrado.

Al personal del CICESE, en particular a mi asesor de tesis, sinodales y profesores de los cuales aprendí algo más. Gracias por sus comentarios, sugerencias y paciencia.

A las personas que me brindaron tiempo y recursos para el desarrollo de esta tesis: Edna Collins Ramírez, Nury López Fraga, Francisco Javier Dávalos Gutiérrez, Kevin O'Donnell, Marcia Patricia Padilla Castro, Gabriel Rendón Márquez, Luis Antonio Ríos Osuna, Bodo Weber.

Por supuesto a las personas que con su actitud negativa me hicieron crecer en mi carácter y actitud frente a la vida, sobre ellos recae mi orgullo y mi condición de lucha, lejos de perjudicarme me alentaron a no caer de nueva cuenta.

A todas las personas que me he topado a lo largo de mi vida y han sido parte de mi en alguna situación.

A Marcos Plata por su entusiasmo en el deporte y sobre todo por siempre invitarme a realizarlo. A Edith Fernández Sinohue por sus interminables charlas y su agradable compañía. A él buen Anuar Lezama por recordarme con su amistad la sencillez que aún hay en las personas. A mis compañeros de generación Alejandro, Alexei, Bonifacio, David, Gabriel, José Luis y Verónica, siempre me "acordare" de los momentos compartidos.

A todas las personas que lamentablemente en este momento no recuerdo su nombre.

CONTENIDO

Resumen español	i
Resumen inglés	iii
Dedicatorias	iv
Agradecimientos	v
Contenido	vi
Lista de figuras	viii
Lista de tablas	xii
I Introducción	1
I.1 Objetivo general	4
I.2 Estructura de la tesis	4
II Refractómetros	6
II.1 Conceptos	6
II.2 Descripción de los refractómetros	12
II.2.1 Refractómetros de prismas refractores	13
II.2.1.1 Refractómetro de Abbe	14
II.2.1.2 Refractómetro de inmersión	15
II.2.1.3 Refractómetro por autocolimación	15
II.2.1.4 Refractómetro de Pülfrich	16
II.2.2 Refractómetros de fibra óptica	17
II.2.2.1 Refractómetro de resonador Fabry-Perot y reflexión de Fresnel	18
II.2.2.2 Refractómetro de resonador Fabry-Perot alineado a la fibra	19
II.2.2.3 Refractómetro de resonador Fabry-Perot con LPG	20
II.2.2.4 Refractómetro de resonador Fabry-Perot con TFBG	21
II.2.2.5 Refractómetro con sección longitudinal ahusada	22
II.2.2.6 Refractómetro de cristal fotónico	23
II.2.2.7 Refractómetro por SPR	24
II.2.3 Sumario	26
III Desarrollo experimental	28
III.1 Desbaste mecánico y ahusado por ácido fluorhídrico	31
III.1.1 Obtención del perfil D	31
III.1.2 Obtención de la tasa de remoción con ácido fluorhídrico	33
III.1.2.1 Sistema semi-cerrado	34
III.1.2.2 Sistema cubierto	36
III.1.2.3 Sistema descubierto	37
III.1.2.4 Monitoreo en tiempo real	38

CONTENIDO (continuación)

III.2 Grabado de FBG	39
III.2.1 Grabado de rejillas de Bragg en el núcleo de la fibra	40
III.2.2 Monitoreo de estabilidad del sistema	42
III.2.3 Obtención de la cabeza sensora y cambios en el SRI	46
IV Resultados	
IV.1 Desbaste mecánico y ahusado por ácido fluorhídrico	48
IV.1.1 Obtención del perfil D	48
IV.1.2 Obtención de la tasa de remoción con HF	49
IV.1.2.1 Sistema semi-cerrado	49
IV.1.2.2 Sistema cubierto	51
IV.1.2.3 Sistema descubierto	52
IV.1.2.4 Monitoreo en tiempo real	53
IV.2 Grabado de FBG y pruebas de estabilidad en el sistema	56
IV.3 Obtención de la cabeza sensora y cambios en el SRI	65
V Conclusiones	76
V.1 Trabajo a futuro	79
Referencias	81

LISTA DE FIGURAS

1	Refracción para un rayo de luz incidiendo entre dos medios con índices de refracción diferentes siendo $n_2 > n_1$	7
2	Esquema de la reflexión total interna entre dos medios donde $n_1 > n_2$	7
3	Esquema del guiado de la luz a lo largo de la fibra óptica	9
4	Esquema de rejilla de Bragg inscrita en el núcleo de una fibra óptica	9
5	Sistema coordenado para un haz de luz que atraviesa al punto P la interfase entre dos medios con índices de refracción diferentes	10
6	Distribución de la luz en una fibra monomodal	11
7	Principio del funcionamiento básico de un refractómetro, (a) Herbert Smith; usado en mineralogía, (b) de Pülfrich	14
8	Refractómetro de Abbe, (a) esquema de operación, (b) refractómetro marca Messrs Bellingham y Stanley	15
9	Refractómetro de autocolimación. A cierto i_1 , el rayo incide en forma normal sobre la cara BC reflejándose a lo largo de toda la trayectoria de incidencia, por lo tanto, $i'_1 = \alpha$.	16
10	Refractómetro para materiales con índice de refracción desconocido, n_0 . Para α = 90°, $n > n_0$ y el refractómetro es conocido como el tipo Pülfrich	17
11	Sensor interferométrico en fibra tipo F-P, a) esquema de la cabeza del sensor, b) espectro canalizado del interferómetro Fabry-Perot en fibra	18
12	Interferómetro Fabry-Perot alineado a la fibra por micro-maquinado mediante láser de fs en el núcleo, a) esquema estructural, b) imagen SEM, c) simulación del espectro de interferencia	19
13	Esquema del acoplamiento de luz del núcleo a la cubierta de la fibra, inducido por la LPG a longitudes de onda λ_i que dependen de n ₃ .	20
14	Diagrama esquemático del refractómetro de TFBG descentrado	21
15	Esquema de elaboración de una MSFBG, a) diagrama esquemático (no a escala) del arreglo b) FBG localmente reducida (no a escala) c) diagrama esquemático (no a escala) del arreglo para el proceso al agua fuerte de la FBG d) FBG después del proceso al agua fuerte en HF (no a escala)	23
16	Refractómetro en fibra de cristal fotónico, a) imagen óptica de la sección transversal de una PCF, b) esquema de la sección transversal de la fibra mostrando las propiedades radiales que determinan la dispersión de Bragg lineal simple, c) esquema mostrando la condición de empatamiento de fases requerida a lo largo de la fibra.	24

LISTA DE FIGURAS (continuación)

17	Representación de los rayos del campo de onda evanescente, para indicar la penetración más profunda del campo de ondas evanescentes cuando el ángulo del rayo incidente se aproxima al ángulo critico.	25
18	SPR basado en una FBG accesada por un costado pulido de la fibra	25
19	Esquema de la cabeza sensora (no a escala)	28
20	Esquema para obtención de perfil D	31
21	Esquema del perfil de la fibra utilizada. Sin rebajar (izq.), ya rebajada (der.)	32
22	Vista superior de la sección rebajada a una de las fibras. Los bordes laterales corresponden al forro de polímero	32
23	Esquema sistema semi-cerrado	35
24	Esquema sistema cubierto	36
25	Esquema sistema descubierto	37
26	Esquema de monitoreo	38
27	Esquema para grabación de rejillas de Bragg	40
28	Esquema para monitoreo por espectro óptico	40
29	Esquema para monitoreo por barrido espectral	41
30	Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo por barrido espectral al grabar la tercer rejilla	42
31	Esquema para monitoreo de la estabilidad del sistema	42
32	Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo de estabilidad en el sistema.	43
33	Fase de la frecuencia resonante al pasar el tiempo para el total de muestras obtenidas durante más de 6 horas (1070 muestras cada hora). Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	44
34	Fase de la frecuencia resonante al pasar el tiempo para el total de muestras obtenidas durante más de 8 horas al disolver con HF una fibra con tres FBG grabadas. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	45
35	Amplitud de la frecuencia resonante al pasar el tiempo para el total de muestras obtenidas durante más de 8 horas al disolver con HF una fibra con tres FBG grabadas. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	45
36	Esquema del sistema sensor. La imagen insertada muestra la zona donde se colocó el HF durante el ahusado y las distintas muestras analizadas.	46

LISTA DE FIGURAS (continuación)

37	Espectro en el tiempo y FFT del mismo para un par de las muestras tomadas, (a) antes de aplicar liquido igualador de índice de refracción, (b) aplicado el líquido igualador de índice de refracción	47
38	Acabado de una de las muestras rebajadas (izq.) y esquema que representa el perfil obtenido (der.)	49
39	Fotografía después de 75 min de estar inmersas en 14.1 ml de HF al 40%, primera prueba (a), segunda prueba (b)	50
40	Fotografía después de 60 min de estar inmersas en HF, (a) al 40%, (b) al 20% y (c) al 10%	50
41	Depósitos insolubles sobre la superficie rebajada en fibras (franja central) después 184.4 min en HF al 20%, primera prueba (izq.), segunda prueba (der.)	53
42	Curva de referencia para caída de potencia obtenida con HF al 20%, monitoreada durante 3:24:25 hrs.	54
43	Curva para caída en potencia a cero en HF al 10%, monitoreada durante 6:00:09 hrs	54
44	Curva para caída en potencia al 20% en HF al 10%, monitoreada durante 5:54:01 hrs	55
45	Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras con tres FBG al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG	57
46	Valor de la frecuencia de resonancia de cada interferómetro al pasar el tiempo (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	59
47	Valor de la amplitud del pico de resonancia de cada interferómetro al pasar el tiempo (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	60
48	Valor de la fase del pico de resonancia de cada interferómetro al pasar el tiempo (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	61

LISTA DE FIGURAS (continuación)

49	Valor de la fase del pico de resonancia de cada interferómetro al pasar el tiempo (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) sin compensar cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente, (b) después de compensar los cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.	63
50	Valor de la fase del pico de resonancia en un grupo de muestras de cada interferómetro al pasar el tiempo (3 FBG), (a) sin compensar cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente, (b) después de compensar los cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.	64
51	Frecuencia de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con 0.5 ml de HF al 10%. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	66
52	Amplitud de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con 0.5 ml de HF al 10%. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado	66
53	Fase de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con HF al 10%. Cada muestra representa un espectro grabado	67
54	Fase de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con HF al 10% reconstruida y compensada en cambios por temperatura y barrido. Cada muestra representa un espectro grabado.	67
55	Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo para obtener la cabeza sensora, (a) antes de neutralizar el ácido, (b) durante la neutralización del ácido.	68
56	Frecuencia de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI	69
57	Amplitud de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI	69
58	Fase de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI.	70
59	Fase de la señal procesada para cambios en el SRI por alcohol	71
60	Frecuencia de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol	72
61	Amplitud de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol	73
62	Fase de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol	73

LISTA DE TABLAS

I Resultado para los extremos de la zona desbastada del penúltimo grupo de fibras procesadas	48
II Sistema cubierto, tiempos en que la fibra fue disuelta para las distintas pruebas	51
III Sistema descubierto, tiempos en que la fibra fue disuelta para las distintas pruebas.	52

I Introducción

En varios campos, incluyendo aplicaciones químicas y bioquímicas, las mediciones del índice de refracción juegan un rol muy importante en el análisis de la composición y características de la materia. El índice de refracción puede utilizarse para caracterizar una sustancia de modo similar a las temperaturas de fusión y de ebullición. Aunque es por sí mismo insuficiente para caracterizar una sustancia, existen de hecho muy pocas sustancias que tengan índices de refracción idénticos a una temperatura y longitud de onda dadas. Por lo tanto, su conocimiento junto con otros datos es de gran utilidad para conformar la identidad y pureza de una sustancia. La medida del índice de refracción requiere únicamente una pequeña cantidad de muestra, es un proceso no destructivo y puede llevarse a cabo sencilla y rápidamente. Se ha encontrado que el índice de refracción disminuye ligeramente cuando aumenta el peso molecular este cambio se ha utilizado para determinar el peso molecular de una sustancia después de calibrar un refractómetro con muestras cuyas distribuciones de pesos moleculares son conocidas. La refractometría se aplica a líquidos y en algunos casos a sólidos.

Para medios transparentes y translúcidos, hay varios tipos de sensores que son sensitivos al índice de refracción. Por sus características, los de fibra óptica han sido ampliamente considerados por presentar la posibilidad de realizar mediciones espectrales, sensado remoto sobre largas distancias, inmunidad a interferencia electromagnética y ambientes agresivos, alta sensibilidad, respuesta rápida, ser de tamaño reducido y ligeros; tener un ancho de banda grande. Las estructuras periódicas tipo rejilla de Bragg en fibras ópticas (FBG, por sus siglas en inglés) para sensado del índice de refracción por campo evanescente han atraído mucho interés en fechas recientes. Al reducir el diámetro de la cubierta hasta la zona de campo evanescente a lo largo de la región de la rejilla, el índice de refracción efectivo de la FBG es afectado significativamente por el índice de refracción circundante (SRI, por sus siglas en inglés). Como resultado de lo anterior la longitud de onda de Bragg (λ_B) reflejada varía con el SRI y la temperatura. El rol principal de la perturbación es el de incrementar la brecha entre la rejilla y la estrecha brecha permitida que se forma dentro del límite de banda espectral del aparato. La consecuencia es la generación de un espectro de reflexión complejo con un cambio de fase estrecho. Se espera

que el espectro de reflexión complejo sea similar al del cambio de fase de la rejilla, que dependa del SRI y de los parámetros perturbados, incluyendo la posición, longitud y profundidad de la zona removida en la fibra.

En años recientes se evidenció que al desnudar de su forro de polímero y reducir la cubierta de una sección de la fibra óptica, esta se torna sensible al medio circundante a dicha sección permitiendo con ello la construcción de un refractómetro, i. e., un dispositivo que mide cambios en el índice de refracción. También se ha notado que la sensibilidad por campo evanescente es mayor a medida que se reduce el espesor del núcleo de la fibra (Khijwania y Gupta, 1999; Chryssis et al. 2005). Otra manera de aprovechar la sensibilidad al medio externo es grabando rejillas de Bragg en el núcleo de la fibra óptica con lo cual la luz guiada interacciona en mayor proporción con el medio circundante; e. g., acoplando luz a la cubierta (Patrick et al. 1998), o bien, creando resonadores en el núcleo mismo de la fibra (Silva et al. 2008). Recientemente muchos de los métodos publicados que operan con base en interacciones del campo evanescente han mostrado una alta sensibilidad para mediciones del índice de refracción.

Las aplicaciones de los refractómetros, e. g., refractómetro de Abbe, es la medición del índice de refracción en medios ópticos transparentes, con resoluciones del orden 10^{-4} a 10^{-5} , siendo usado en cultivos biológicos donde las fluctuaciones en las condiciones ambientales son críticas para el desarrollo de microorganismos así como en soluciones químicas entre otras. También son útiles en aplicaciones científicas como un instrumento de investigación al ayudar a determinar la pureza de sustancias; además de ayudar en el análisis de la composición de mezclas binarias homogéneas de constituyentes conocidos (Olsen, 1990). A pesar de tener una gran precisión su tamaño es relativamente grande y la necesidad de hacer mediciones *in situ* ha repercutido en miniaturizaciones constantes de estos aparatos lo que ha evidenciado la necesidad de aparatos más versátiles.

En los últimos años hay un gran interés en sensores ópticos miniaturizados y robustos capaces de mediciones precisas y confiables del índice de refracción de líquidos, su atractivo se debe a sus amplias aplicaciones de sensado en aplicaciones químicas y biológicas (Wei et al. 2008), así como su resistencia a la corrosión, inmunidad a la

interferencia electromagnética, alta precisión, etc. (Ran et al. 2008). Preferiblemente, estos dispositivos deben tener un tamaño reducido, alta sensibilidad, rápido tiempo de respuesta y un rango dinámico grande. Muchos de los métodos publicados en este sentido operan con base en interacciones del campo evanescente, e. g., rejillas de periodo largo (LPG, por sus siglas en inglés), rejillas de Bragg en fibra con cubierta removida químicamente, micro cavidades/micro resonadores ópticos, dispositivos de fibra por resonancia de plasmones superficiales (SPR, por sus siglas en inglés), cristales fotónicos, etc. (Ran et al. 2008) Algunos otros emplean la reflexión de Fresnel en la interfase aire-fibra, o bien, líquido-fibra en uno de los extremos clivados, muy cercano a un resonador Fabry-Perot (Silva et al. 2008), o bien a una micro-estructura de rejilla de Bragg en fibra (MSFBG, por sus siglas en inglés) (Paladino et al. 2009). En general estos métodos han mostrado una alta sensibilidad para mediciones del índice de refracción, por lo que se ha propuesto su aplicación en diagnósticos médicos y biológicos (Zysk et al. 2007).

La mayoría de los refractómetros de fibra óptica y guía de onda operan mediante la perturbación de los índices modales efectivos inducida por cambios en el índice de refracción circundante, detectados mediante cambios en la longitud de onda de resonancia de rejillas de Bragg (periodo corto o largo), o bien, mediante el cambio en el patrón de franjas de interferencia detectado por un analizador de espectros ópticos (OSA, por sus siglas en inglés). Tenemos por tanto que la sensibilidad de estos dispositivos depende de que el campo modal considerado se superponga fuertemente con la región donde los cambios en el índice de refracción deben de ser medidos. En cambio, para las fibras de cristal fotónico la intensidad del campo evanescente es despreciable en comparación con el de la luz esparcida (Martelli et al. 2007), sin embargo, presentan problemas como en el caso de los basados en resonadores Fabry-Perot (F-P) que son llenados con alguna sustancia, pues son poco confiables y su precisión es baja al depender en gran medida de la temperatura (Ran et al. 2008; Liu et al. 2009).

Muchos de los métodos publicados basados en interacciones del campo evanescente, han mostrado una alta sensibilidad para mediciones del índice de refracción, caracterizado éste como el cambio en la longitud de onda de resonancia en respuesta al cambio del índice de refracción. Se ha reportado que las LPG pueden proveer sensibilidades en unidades de índice de refracción (RIU, por sus siglas en inglés) tan altas como 6000 nm/RIU, para lo cual es necesario medir repetidas veces la misma señal del espectro con una exactitud de 6 pm para obtener una resolución del orden de 10^{-6} RIU; por su parte los resonadores pueden alcanzar 800 nm/RIU, lo que requiere de una exactitud de 0.8 pm y una resolución mayor. Esto resulta muy difícil de conseguir tomando en consideración que la repetitividad típica de un OSA es ~10 pm, con una exactitud absoluta de 50 pm. Sin embargo, los métodos basados en campo evanescente tienen una respuesta no lineal al índice de refracción, lo que significa que su sensibilidad varía con el rango del índice de refracción. El rango dinámico de medición del índice de refracción es por lo mismo limitado. Adicionalmente, muchos de los métodos existentes han mostrado una gran sensibilidad cruzada de la temperatura, haciendo necesaria la corrección en tiempo real de los errores inducidos por la variación en la temperatura (Wei et al. 2008).

Los refractómetros de fibra óptica mencionados requieren de una medición con precisión absoluta de la longitud de onda central, así como, de las variaciones en los espectros detectados por el analizador de espectros ópticos.

I.1 Objetivo general

El objetivo general del presente trabajo fue el desarrollar e investigar un refractómetro interferométrico de fibra óptica basado en los interferómetros formados por tres rejillas de Bragg con una zona de interacción con el campo evanescente entre dos de las rejillas de Bragg. En este refractómetro la señal del interferómetro sin acceso al campo evanescente se utiliza como referencia a cambios relacionados con la inestabilidad de la fuente de luz empleada y los debidos a variaciones en la temperatura ambiente.

I.2 Estructura de la tesis

El presente trabajo está organizado en cinco capítulos, el primero de ellos presenta a manera de introducción algunas de las características presentes en los refractómetros, el objetivo general de esta tesis y la estructura de la misma.

El segundo capítulo presenta de manera no exhaustiva las descripciones de los refractómetros; tanto de prismas refractores, como en fibra óptica; así como la teoría implicada en los de fibra óptica por campo evanescente.

El tercer capítulo describe los materiales y métodos empleados para el desarrollo y caracterización del sistema sensor.

El cuarto capítulo presenta los resultados de los experimentos descritos en el tercer capítulo.

El quinto capítulo presenta la discusión de los resultados y las conclusiones obtenidas.

II Refractómetros

La medición del índice de refracción es importante para diversas aplicaciones científicas, médicas e industriales. Tradicionalmente los refractómetros han sido empleados para control de calidad de los materiales utilizados en la ciencia y en la industria.

En procesos industriales las variaciones del índice de refracción están relacionadas generalmente con las concentraciones de la sustancia problema en agua, e. g., los cambios en el coeficiente de reflexión de Fresnel durante la generación de bioetanol permiten determinar la concentración en tiempo real durante el proceso de destilación indicando reajustar los parámetros del proceso con lo cual se mejora la calidad del producto final (Gusken et al. 2009). En sistemas biológicos las variaciones del índice de refracción están relacionadas a las concentraciones en los tejidos de las proteínas y los lípidos. En tejido mamario, e. g., recientes investigaciones han mostrado que existen diferencias significativas del índice de refracción entre tejido adiposo saludable y el tejido enfermo (Zysk et al. 2007).

A continuación se expone de manera no exhaustiva las descripciones de los refractómetros; tanto de prismas refractores como en fibra óptica, presentando en primer término la teoría implicada en los de fibra óptica por campo evanescente.

II.1 Conceptos

La velocidad de la luz depende del medio en el que se propague, denotando la velocidad de la luz en el espacio vacío como c y a la velocidad de la luz en otro medio como v, la razón c/v define el *índice de refracción* del segundo medio.

$$n = \frac{c}{v} \,. \tag{1}$$

El índice de refracción del medio óptico varía con la frecuencia óptica, por lo cual resulta importante conocer la frecuencia óptica de la luz empleada. A menos que se indique lo contrario se asume que la luz empleada es monocromática y se propaga en medios que son tanto homogéneos como isótropos, por tanto el índice de refracción para un medio óptico dado es constante.

El fenómeno de *refracción* ocurre cuando un rayo de luz cambia de dirección al pasar de un medio, a otro con diferente índice de refracción. La superficie que separa

ambos medios, i. e., la interfase, se considera continua con un plano tangencial que está variando continuamente. La ley fundamental que describe el paso de un rayo luminoso a través de dicha interfase, se conoce como la *ley de refracción de Snell* la cual establece que

$$n_1 sen \,\theta_i = n_2 sen \,\theta_r, \tag{2}$$

donde θ_i es el ángulo que forma el rayo incidente con la normal al plano de la interfase, θ_r es el ángulo del rayo refractado en el medio 2. Se está tomando como un hecho comprobado teórica y experimentalmente que los fenómenos de refracción y reflexión ocurren en un plano.



Figura 1. Refracción para un rayo de luz incidiendo entre dos medios con índices de refracción diferentes siendo $n_2 > n_1$.

Al pasar un rayo de luz de un medio a otro más denso, siempre ocurrirá que $\theta_r < \theta_i$ y viceversa. El *ángulo crítico* para la interfase que separa dos medios ópticos se define como el ángulo de incidencia más pequeño en el medio con mayor índice de refracción para el cual la luz es totalmente reflejada. La reflexión es realmente total en el sentido de que no se pierde energía en la reflexión. Cualquier dispositivo que utilice esta propiedad tendrá, sin embargo, pérdidas pequeñas debidas a la absorción en el medio y a las reflexiones en las superficies donde la luz entre y salga del medio.



Figura 2. Esquema de la reflexión total interna entre dos medios donde $n_1 > n_2$.

El valor de θ_i a partir del cual los rayos de luz no pueden refractarse cuando $n_1 > n_2$, es llamado el ángulo crítico (θ_c). Para calcularlo, se sustituye $\theta_r = 90^\circ$ ó *sen* $\theta_r = 1$ en la ecuación (2), quedando

$$\theta_c = sen^{-1} \frac{n_2}{n_1}.$$
(3)

Para valores de $\theta_i > \theta_c$ los rayos son reflejados totalmente en el primer medio, este fenómeno se conoce como reflexión interna total cuando ocurre en un medio rodeado por otro con menor índice de refracción.

Como resultado de la difracción, un haz de luz con sección transversal finita se expande a medida que se propaga en el espacio libre. Esta divergencia desaparece en las guías de onda dieléctricas, e. g., una fibra óptica, donde un *modo óptico* se representa como la solución a la ecuación de eigenvectores, la cual es derivada a partir de las ecuaciones de Maxwell sujetas a las condiciones de frontera impuestas por la geometría de la guía de onda, tomando las amplitudes de los campos eléctricos y magnéticos como ondas planas perpendiculares al plano (x, z),

$$E_{y}(x, z, t) = E_{m}(x) \exp[i(\omega t - \beta z)], \qquad (4a)$$

$$H_{y}(x, z, t) = H_{m}(x) \exp[i(\omega t - \beta z)], \qquad (4b)$$

donde β es la componente en z del vector de onda conocida como la *constante de propagación* (Yariv & Yeh, 2007).

La constante de propagación β es un parámetro muy importante debido a que determina si el campo varía sinusoidal o exponencialmente; siendo una condición de frontera que la amplitud de los modos guiados sea cero al infinito. Ya que la amplitud decae exponencialmente fuera de la guía de onda, el parámetro β de un modo confinado deber ser tal que $n_{cl} < \beta < n_{co}$. Con el propósito de describir y comparar los modos confinados, es conveniente definir a la constante de propagación normalizada como $\overline{\beta} = \frac{\beta}{\omega_{/c}}$; llamada recurrentemente *índice de refracción efectivo* del modo (n_{eff}) , relacionado con la velocidad de fase del modo $v_p = \frac{\omega}{\beta}$ por la expresión $n_{eff} = \overline{\beta} = \frac{c}{v_p}$ (Yariv & Yeh, 2007).

La *fibra óptica* es una guía de onda dieléctrica con forma cilíndrica. Consiste de un par de cilindros concéntricos, en el cilindro más interno llamado núcleo, la luz se propaga por reflexión a partir de una cubierta –cilindro externo– de menor índice de refracción.



Figura 3. Esquema del guiado de la luz a lo largo de la fibra óptica.

Una *rejilla de Bragg* es una variación periódica de la constante de propagación. Sirve como una rejilla de difracción gruesa –de volumen– que cumple la ley de difracción de Bragg, lo que ayuda a seleccionar la longitud de onda a ser reflejada por la rejilla, de ahí que se le considere un filtro de longitud de onda. La siguiente ecuación sirve para calcular la longitud de onda reflejada o longitud de onda de Bragg en una fibra óptica monomodo:

$$\lambda_{\rm B} = 2n_{\rm eff}\Lambda\,,\tag{5}$$

donde λ_B es la longitud de onda de Bragg, n_{eff} es el índice de refracción modal efectivo de la fibra y Λ es el periodo de la rejilla.



Figura 4. Esquema de rejilla de Bragg inscrita en el núcleo de una fibra óptica.

En una guía de onda el campo eléctrico no decae a cero en la interfase; esto está relacionado al cambio de fase en la reflexión y muestra que la potencia se propaga tanto en la cubierta como en el núcleo.

El cambio de fase en la reflexión está relacionado con la existencia de la onda evanescente. Esto se debe a que el cambio de fase es equivalente a un adelanto en la fase de una fracción de una longitud de onda. Este argumento sugiere (correctamente) que la potencia se propaga en el medio menos denso. Debido al cambio de fase, aparece un rayo que penetra ligeramente en el medio menos denso antes de emerger y ser refractado. La potencia del campo eléctrico disminuye aproximadamente de manera exponencial en la dirección perpendicular a la interfase y la intensidad es cero más allá de unas pocas longitudes de onda después de la interfase, la potencia no se propaga en el segundo medio en la dirección paralela a la interfase.



Figura 5. Sistema coordenado para un haz de luz que atraviesa al punto P la interfase entre dos medios con índices de refracción diferentes.

Para la figura 5, tendremos simplemente por trigonometría y Ley de Snell que

$$\cos\theta_t = \sqrt{1 - \frac{n_i^2}{n_t^2} sen^2\theta_i},\tag{6}$$

para el caso que $n_i > n_t \cos \theta_t$ cuando $\theta_i > \theta_c$, el resultado se vuelve un número imaginario, por conveniencia re-escribimos la ecuación anterior como

$$\cos\theta_t = i\sqrt{n_i^2 sen^2\theta_i - n_t^2},\tag{7}$$

con lo cual, para el sistema coordenado mostrado en la figura 5. Tomando a la onda transmitida en la refracción como

$$\mathbf{E}_{t} = \mathbf{E}_{0_{t}} \mathbf{e}^{\mathbf{i}(\mathbf{k}_{t} \bullet \mathbf{r} - \omega t)},\tag{8}$$

se tiene para k_t ,

$$\vec{k}_t = (k_{tx}, k_{ty}, 0) = (k_t sen\theta_t, k_t cos\theta_t, 0), \tag{9}$$

mientras que para r,

$$\vec{r} = (x, y, 0),$$
 (10)

finalmente definiendo el número real y positivo α , como

$$\alpha = k_t \sqrt{n_i^2 \sin^2 \theta_i - n_t^2},\tag{11}$$

podemos entonces escribir la onda plana transmitida como

$$E_t = E_{0_t} e^{-i\omega t} e^{-ixk_t sen \theta_t} e^{-\alpha y}.$$
(12)

Es interesante notar el efecto del último término en la expresión anterior. Este es un decaimiento exponencial. La amplitud de la onda se hace cero rápidamente. Así, esta onda transmitida, cuya amplitud decae precipitadamente es llamada *onda evanescente*. Los otros factores exponenciales incluyen el número *i*, haciéndolos funciones armónicas con amplitud unitaria.

Cuando la onda penetra dentro de otro medio a una distancia

$$y = \frac{1}{\alpha} = \frac{\lambda}{2\pi \sqrt{n_i^2 \sin^2 \theta_i - n_t^2}},$$
 (13)

la amplitud disminuye por un factor 1/e. La energía de esta onda evanescente regresa al medio de propagación original, a menos que un segundo medio sea introducido en esta zona de penetración, llamada también *zona de campo evanescente*.

El *diámetro de campo modal* (MFD, por sus siglas en inglés) de una fibra óptica monomodal es una medida del tamaño del ancho del haz propagándose en ella. El MFD es una función de la longitud de onda de la fuente, del radio del núcleo y del perfil del índice de refracción de la fibra (Corning Incorporated, 2001).



Figura 6. Distribución de la luz en una fibra monomodal.

El MFD es la potencia óptica por unidad de área atravesando la cara a un extremo de la fibra. Para una distribución de intensidad Gaussiana, el MFD es aquel para el cual la fuerza de los campos eléctricos y magnéticos se reduce a 1/e de sus respectivos valores máximos; i. e. el diámetro al cual la densidad de potencia es reducida a $1/e^2$ de la máxima densidad de potencia, debido a que la densidad de potencia es proporcional al cuadrado de la potencia del campo. Para fibra Corning SMF-28, mientras que el diámetro del núcleo es 8.2 µm, el diámetro del campo modal es 9.2 ± 0.4 µm a 1310 nm y 10.4 ± 0.5 µm a 1550 nm (Corning Incorporated, 2008).

Un modo, por definición, debe tener una constante de propagación única y una amplitud de campo bien definida para cada punto en el espacio y el tiempo (Yariv & Yeh, 1984).

II.2 Descripción de los refractómetros

Un *refractómetro* es un instrumento que se usa para medir índices de refracción. Mientras que la mayoría de los refractómetros que utilizan prismas refractores se basa en la medición del *ángulo crítico* para obtener el índice de refracción de la muestra analizada, el constante desarrollo de novedosas configuraciones para los refractómetros en fibra óptica dificulta el establecer categorías para diferenciarlos entre ellos. Sin embargo, las ideas y conceptos más ampliamente usados para obtener el índice de refracción de la muestra analizada se mencionan a continuación:

- Intensidad (coeficiente de Fresnel), para su uso se necesita tener un nivel de referencia, asegurándose de que la luz reflejada a ser medida, corresponda únicamente a la proveniente de la fuente empleada; por ello se requiere una alineación precisa y superficies de calidad. Su límite típico de resolución es ~0.01% (10⁻⁴).
- Reflexión interna total, para su uso en necesario una interfase entre dos medios que guarden una relación donde n' > n y se cumpla así la condición para el ángulo crítico.
- Medición de cambios en la longitud de onda de resonancia; i.e., la longitud de onda de Bragg de una FBG (periodo corto o largo), para su uso se necesita que la luz guiada sea puesta en contacto con el medio circundante a la fibra óptica. Según

Chan et al. (2007), hay 3 maneras convencionales para hacer que los modos del campo evanescente interactúen con el medio circundante y por ende medir el índice de refracción:

- a) Removiendo la cubierta hasta un valor lo suficientemente pequeño, tal que, la amplitud de la luz guiada en el núcleo siga siendo diferente de cero tanto en la cubierta como en el medio analizado. En este caso las fibras quedan frágiles haciendo muy difícil su manejo.
- b) Usar una rejilla de periodo largo (LPG, por sus siglas en inglés) para acoplar luz guiada por el núcleo a los modos propagándose en el mismo sentido en la cubierta. El cambio en la longitud de onda de resonancia obtenido implica medir con exactitud dicho cambio en el espectro de transmitancia, también debe ocurrir que $n_{a medir} < n_{fibra}$.
- c) Usar una rejilla de Bragg inclinada (TFBG, por sus siglas en inglés) para acoplar luz guiada por el núcleo a los modos propagándose en sentido contrario en la cubierta. El cambio en la longitud de onda de resonancia obtenido implica medir con una exactitud alta dicho cambio en el espectro de transmitancia, también debe ocurrir que $n_{a medir} < n_{fibra}$.
- Resonancia de plasmones superficiales (SPR, por sus siglas en inglés), para su uso
 es necesario depositar una película metálica en una sección de la fibra previamente
 ahusada hasta un diámetro que permita al campo evanescente estar en contacto con
 la película metálica. Los resultados no son lineales, las fibras quedan frágiles
 haciendo muy difícil su manejo. Esta técnica por SPR es más útil con esquemas que
 emplean óptica de volumen o, en guías de onda planas.
- Interferometría, para su uso se necesita un cambio en el camino óptico, las mediciones son muy sensibles, pero no absolutas.

A continuación se describen algunas configuraciones clásicas que emplean prismas refractores para enseguida describir los que emplean fibra óptica.

II.2.1 Refractómetros de prismas refractores

Emplean prismas de alta calidad y un control de temperatura, su tamaño es grande en comparación con los refractómetros de fibra óptica. La muestra analizada debe colocarse en el aparato. El principio de los refractómetros más precisos se basa en la medición del ángulo crítico. Tanto en los de tipo Pülfrich y Abbe un haz convergente es dirigido a la superficie entre la muestra de índice desconocido n y un prisma de índice conocido n'. El haz es orientado de manera que algunos rayos rocen la superficie entre ambos medios con lo cual se observa en la luz transmitida un límite definido entre luz y oscuridad, la medición del ángulo al que ocurre el límite nos da el valor del ángulo crítico y consecuentemente el de n al sustituirlos en la ecuación (3), puesto que n' > n (Allinger & Cava, 1979).



Figura 7. Principio del funcionamiento básico de un refractómetro, (a) Herbert Smith; usado en mineralogía, (b) de Pülfrich.

II.2.1.1 Refractómetro de Abbe

Este instrumento es el refractómetro que más comúnmente se utiliza en los laboratorios de química. El principio de operación se ilustra esquemáticamente en la figura 8(a), y el aspecto del aparato según la marca Messrs Bellingham y Stanley (London) se presenta en la figura 8(b).

El sistema óptico consta de tres partes: un espejo, una caja de prismas; que se puede hacer girar a voluntad por medio de un mando y un anteojo fijo. La luz, procedente de una fuente adecuada, después de su reflexión en un espejo, penetra en el prisma inferior. Los rayos se desvían o refractan cuando atraviesan el líquido confinado entre los dos prismas y, después de atravesar el prisma superior, penetran en el tubo ocular, en el que, mediante los compensadores de Amici, se forma la imagen libre de aberraciones cromáticas. El rayo crítico es el que delimita la separación entre el campo de luz y el campo oscuro que se observa por el ocular del anteojo. El índice de refracción puede leerse con una precisión de cuatro cifras en la escala del aparato. Este instrumento requiere sólo unas pocas gotas del líquido y el índice de refracción se mide con mucha garantía. El prisma más usual cubre el rango 1.30 a 1.70 con una precisión de ± 0.0002 (Levitt, 1979).



Figura 8. Refractómetro de Abbe, (a) esquema de operación, (b) refractómetro marca Messrs Bellingham y Stanley.

II.2.1.2 Refractómetro de inmersión

Útil cuando se dispone de gran cantidad de material a explorar. En este instrumento, el principio óptico es el mismo que en el refractómetro de Abbe, con el prisma fijado rígidamente en el tubo del anteojo, en el que también existe un prisma de compensación (como en el aparato de Abbe) y una escala. Para su empleo, el refractómetro se sujeta en un soporte para que el prisma quede sumergido en el líquido que se investiga el cual es a su vez sumergido dentro de un recipiente adecuado con un termostato; regulado para 17.5° C, temperatura para la que el instrumento está calibrado. La luz blanca se refleja en un espejo colocado encima del recipiente y el ángulo límite de la banda luminosa se lee sobre la escala (Connors, 1981).

II.2.1.3 Refractómetro por autocolimación

El material por analizar, en este caso vidrio, es un prisma recto con ángulo $\alpha = \angle ABC$ cuyo índice de refracción *n*' es desconocido. Inmerso en aire como se muestra en la figura 9, y bajo la condición de autocolimación, esto equivale a medir el ángulo de refracción $i'_1 = \alpha$, con incidencia normal sobre la cara *BC* del prisma. Mediante la siguiente ecuación,

$$n \operatorname{sen} i_1 = n' \operatorname{sen} i'_1 = n' \operatorname{sen} \alpha, \tag{14}$$

de donde,

$$n' = \frac{sen \ i_1}{sen \ \alpha},\tag{15}$$

medidos i_1 y α , con una base goniométrica graduada en centésimas de grado sobre la que descansa el prisma, es posible calcular el índice de refracción n' del vidrio en cuestión (Cornejo Rodríguez & Urcid Serrano, 2006).



Figura 9. Refractómetro de autocolimación. A cierto i_1 , el rayo incide en forma normal sobre la cara BC reflejándose a lo largo de toda la trayectoria de incidencia, por lo tanto, $i'_1 = \alpha$.

II.2.1.4 Refractómetro de Pülfrich

Este instrumento se emplea menos que el refractómetro de Abbe, pero es importante por su elevada precisión (± 0.00002). En este refractómetro, una muestra del material con índice de refracción desconocido n_0 se coloca sobre la base de un prisma de referencia con ángulo $\alpha = \angle BAC$ e índice de refracción $n >> n_0$. Inmersos en aire tanto el prisma como el material, se hace incidir luz en forma rasante a la base del prisma de modo que el rayo refractado en la interfase $[n_0 : n]$ forme un ángulo θ en el interior del prisma (figura 10); este mismo rayo se vuelve a refractar en la interfase $[n : n_{aire}]$ que corresponde al segmento AC teniendo a γ como ángulo de incidencia y a φ como ángulo de refracción. Se cumplen entonces las relaciones siguientes:

$$n_0 \, \mathrm{sen} \, 90^\circ = n \, \mathrm{sen} \, \theta, \tag{16}$$

$$n \operatorname{sen} \gamma = \operatorname{sen} \varphi, \tag{17}$$

$$\alpha = \theta + \gamma, \tag{18}$$

Midiendo experimentalmente los valores de α y φ , el valor de n_0 puede determinarse de acuerdo a la ecuación

$$n_0 = \sin \alpha \sqrt{n^2 - \sin^2 \varphi} - \cos \alpha \, \sin \varphi, \tag{19}$$

la cual puede ser obtenida a partir de las ecuaciones (16) a (18).

Si se considera un prisma de referencia con un ángulo recto, i. e., con $\alpha = 90^{\circ}$, este nuevo arreglo es conocido como *refractómetro de Pülfrich*, para el cual, la ecuación (19) se simplifica a la siguiente expresión

$$n_0 = \sqrt{n^2 - sen^2\varphi},\tag{20}$$

En el refractómetro de Pülfrich, solo con la medida del ángulo φ es posible determinar el valor del índice de refracción desconocido n_0 del material; por esta razón el refractómetro de Pülfrich es de amplia aplicación en diversas áreas de la investigación y la industria. Cabe aclarar que el material con índice de refracción n_0 , puede ser un sólido o un líquido (Cornejo Rodríguez & Urcid Serrano, 2006).



Figura 10. Refractómetro para materiales con índice de refracción desconocido, n_0 . Para $\alpha = 90^\circ$, $n > n_0$ y el refractómetro es conocido como el tipo Pülfrich.

II.2.2 Refractómetros de fibra óptica

Operan mediante la perturbación de los índices modales efectivos inducida por cambios en el SRI. Estos cambios son detectados como modificación en la longitud de onda de resonancia de FBG (periodo corto o largo), o bien, mediante una alteración en el patrón de franjas de interferencia detectado por un analizador de espectros ópticos. Muchos de los métodos publicados en este sentido basan su operación en interacciones del campo evanescente, e. g., LPG, FBG con cubierta removida químicamente, micro cavidades/micro resonadores ópticos, dispositivos de fibra por SPR, cristales fotónicos, rejillas de Bragg inclinadas (TFBG, por sus siglas en inglés), etc. (Ran et al. 2008). Algunos otros emplean la reflexión de Fresnel en la interfase aire-fibra, o bien, líquido-fibra en uno de los extremos clivados, muy cercano a un resonador Fabry Perot (Silva et al. 2008), o bien a una micro-estructura de rejilla de Bragg en fibra (Paladino et al. 2009). En general estos métodos han mostrado una alta sensibilidad para mediciones del índice de refracción. En términos de acoplamiento de modos, estos ocurren en transmisión por LPG o TFBG –inclinación grande– o bien en reflexión por FBG, núcleo interrumpido o TFBG –inclinación pequeña– (Zhou et al. 2007).

II.2.2.1 Refractómetro de resonador Fabry-Perot y reflexión de Fresnel

Por medio de una variación periódica del índice de refracción, en el núcleo de la fibra se forma una rejilla de Bragg, que a su vez, junto con el extremo clivado más próximo de la fibra óptica funciona como un resonador Fabry-Perot (F-P). Adicionalmente la rejilla de Bragg sirve como un filtro de luz que modula la envolvente de la señal detectada. La figura 11, muestra un sensor que se basa en las variaciones de la visibilidad de un interferómetro tipo F-P con ondas de interferencia generadas por una FBG corta y la reflexión de Fresnel de la punta cercana en contacto con el líquido a sensar, con una resolución ~10⁻³ y diafonía (crosstalk, en inglés) residual con la temperatura. La información del índice de refracción se obtiene a partir de la visibilidad de las franjas interferométricas cuando las mediciones se realizan con un analizador de espectros ópticos (Silva et al. 2008).



Figura 11. Sensor interferométrico en fibra tipo F-P, a) Esquema de la cabeza del sensor, b) Espectro canalizado del interferómetro Fabry-Perot en fibra.

Una variante se logra usando en lugar de la FBG un resonador F-P; interrumpiendo el núcleo de la fibra, que además sirve como referencia, con lo cual empleando los cambios

en la amplitud de la transformada rápida de Fourier (FFT, por sus siglas en inglés) para la señal detectada se logra una resolución de $2x10^{-4}$ (Frazão et al. 2009). Otra variante utiliza dos FBG idénticas, el resonador F-P que forman además de estar cerca del extremo clivado de la fibra, sirve como referencia en intensidad para la señal procesada en el espacio de Fourier, reportándose una resolución experimental de $5x10^{-5}$ para diferentes líquidos (Shlyagin et al. 2009).

II.2.2.2 Refractómetro de resonador Fabry-Perot alineado con la fibra

Por medio de micro-maquinado se hace una ranura en una pequeña porción localizada en la sección longitudinal de la fibra, obteniéndose con ello un resonador F-P alineado a la fibra, además de un interferómetro desbalanceado. Los cambios en el patrón de interferencia sirven para sensar el índice de refracción. La figura 12, muestra un sensor que se basa en los cambios de camino óptico en el resonador F-P al llenarse con la sustancia a interrogar. Su baja sensibilidad cruzada con la temperatura ~1.1x10⁻⁶ RIU/°C, su respuesta lineal y la alta sensibilidad obtenida para las pruebas con agua (1163 nm/RIU), lo vuelven atractivo para su uso en áreas químicas y biológicas (Wei et al. 2008).



Figura 12. Interferómetro Fabry-Perot alineado a la fibra por micro-maquinado mediante láser de fs en el núcleo, a) Esquema estructural, b) imagen SEM, c) simulación del espectro de interferencia.

Una variante consistente en colocar la microcavidad F-P con un micro-canal de acceso cerca de la punta de una fibra monomodal. En este caso películas reflectoras se depositan en las interfases de la cavidad F-P para asegurar un contraste óptico alto. Experimentalmente se alcanza una sensibilidad de 1130.887 nm/RIU (Ran et al. 2009). Otra variante reciente consiste en empalmar en un extremo de una fibra monomodal, un par de fibras de cristal fotónico (PCF, por sus siglas en inglés); la más cercana hueca y la más alejada con cubierta micro-estructurada. El aire entra en la cavidad por los orificios y las

reflexiones de los núcleos interfieren entre sí. Se ha aplicado a la medida de cambios en el índice del aire en función de la presión, la sensibilidad reportada es de 805.1 μ m/RIU (Deng et al. 2010).

II.2.2.3 Refractómetro de resonador Fabry-Perot con LPG

Una LPG es un dispositivo que acopla luz del núcleo de una fibra monomodal a la cubierta de la misma, a longitudes de onda discretas (λ_i); resultando lo anterior en una o más bandas de atenuación en la luz transmitida por la fibra. La figura 13 muestra la dependencia con el SRI; en este caso n_3 , para distintas λ_i .

Existe una dependencia entre las bandas de atenuación transmitidas y la longitud y periodo de la LPG. La luz acoplada dentro de la cubierta decae rápidamente debido a pérdidas por esparcimiento en el modo de la cubierta, dejando bandas de pérdidas en el espectro de salida (Patrick et al. 1998).



Figura 13. Esquema del acoplamiento de luz del núcleo a la cubierta de la fibra, inducido por la LPG a longitudes de onda λ_i que dependen de n₃.

En una configuración que utiliza una LPG seguida de una FBG, los modos acoplados a la cubierta por la LPG son reflejados por la FBG junto con el modo fundamental. Esto hace que el espectro reflejado tenga dos picos correspondientes a los modos de la cubierta y el del núcleo. Para inmersión de la zona sensible en soluciones en agua de glicerol (80 a 90% en peso) se reportan sensibilidades globales de 2.3 nm/RIU para el corrimiento en los espectros de las longitudes de onda de resonancia (Han et al. 2010). Otra configuración reciente en la cual se reporta la detección de variaciones del

índice de 2.1×10^{-5} para soluciones acuosas de glucosa (0 a 2% en peso), consiste de una LPG dentro de una cavidad F-P generada a partir de dos FBG, (Mosquera et al. 2010). Una más consiste en un segmento de fibra SMF-28 con una LPG seguida de un espejo en el extremo clivado; el extremo opuesto se conecta al circulador que es parte de la cavidad en anillo de un láser de fibra dopada con erbio. El segmento de fibra funciona como un interferómetro de Michelson, por lo que es sensible a cambios de nivel para un líquido y a volúmenes constantes de los mismos es sensible a cambios en el SRI (Frazão et al. 2008).

II.2.2.4 Refractómetro de resonador Fabry-Perot con TFBG

Cuando se expone la cubierta en la zona del núcleo en la que está localizada la TFBG, se acopla una mayor cantidad de luz a la cubierta, por lo que aparecen más bandas de absorción en la señal detectada que cuando se trabaja con una LPG (Laffont & Ferdinand, 2001). La figura 14 muestra una configuración que vuelve a acoplar la luz al núcleo mediante un empalme descentrado. Para medir los cambios en el SRI se aplica un filtro pasa banda a la señal del espectro reflejado, al cambiar la potencia en la señal que corresponde a la luz de la cubierta que es reacoplada cuando regresa por el núcleo se usa como referencia la potencia de la luz que regresa por el núcleo a la λ_B . Se reporta una sensibilidad en potencia de 1100 nW/RIU, con un nivel de ruido menor a 10 nW en el sistema sensor. Puede detectar cambios en SRI menores al índice de refracción de la fibra óptica lo cual lo hace un buen candidato para sensado en aplicaciones químicas y biológicas (Guo et al. 2009).



Figura 14. Diagrama esquemático del refractómetro de TFBG descentrado.

Otra configuración, hace uso de sensado multipunto mediante multiplexión por división de longitud de onda (WDM, por sus siglas en inglés). Las cabezas sensoras son

FBGs uniformes de 1 mm de largo y reflectividad ~100%, colocadas detrás de una TFBG con inclinación de 5°. Para este sensor se reporta un error máximo de 10^{-3} en el valor del SRI medido por el conjunto de sensores, después de demodular las señales de manera independiente (Caucheteur et al. 2009). Otra configuración interesante está formada por una TFBG de 10 mm de largo, inclinada 4° en un tramo de ~25 mm y un espejo (se depositó en uno de los extremos de la fibra monomodal una película de oro). Este sensor tiene una resolución de ~1x10⁻⁴ para el rango de 1.25 a 1.44 del SRI medido. La medición se basa en el corrimiento de un pico de resonancia en particular respecto a la posición del correspondiente a la λ_B de la rejilla en el espectro en reflexión (Chan et al. 2007).

II.2.2.5 Refractómetro con sección longitudinal ahusada

La generación de un segundo modo propagándose a través de la cubierta de la fibra óptica se logra creando un región abruptamente ahusada (tapered, en inglés), generalmente por medio de un arco eléctrico y/o grabado al agua fuerte (etching, en inglés). La figura 15 muestra un método para elaborar una rejilla de Bragg micro-estructurada (MSFBG, en inglés), que básicamente consiste en una sensibilización de la rejilla al SRI por una profunda remoción de la cubierta. Teniendo inscrita en el núcleo de la fibra óptica una rejilla de Bragg, se usa calor para obtener dos rejillas al tiempo que se ahusa la sección entre el nuevo par de rejillas. Con lo anterior se logra una mayor interacción entre los modos. Esto aparece en la señal detectada del espectro de reflexión de la rejilla como un defecto muy marcado (parecido a un mínimo en reflexión). El corrimiento de este defecto permite medir cambios en el SRI, reportándose sensibilidades de 0.41 nm/RIU cuando el SRI = 1.333 (Paladino et al. 2009).

Una variante que no usa FBG es la que utiliza una película de oro en uno de los extremos clivados, muy cerca de la sección abruptamente ahusada. Con ello se obtienen resoluciones de hasta 5.1×10^{-4} , para el corrimiento de la longitud de onda de resonancia en la señal espectral (Tian et al. 2008). En otra variante se usa el confinamiento óptico de una nano-punta creada por agua fuerte en HF (ácido fluorhídrico) en el extremo de una fibra óptica ahusada. Los cambios obtenidos en el SRI, evaluados a través de las fluctuaciones en la amplitud del espectro para la longitud de onda de resonancia, alcanzaron una resolución de ~ 2.5×10^{-5} RIU y una estabilidad en la intensidad de 0.2% (Tai & Wei, 2010).


Figura 15. Esquema de elaboración de una MSFBG, a) Diagrama esquemático (no a escala) del arreglo b) FBG localmente reducida (no a escala) c) Diagrama esquemático (no a escala) del arreglo para el proceso al agua fuerte de la FBG d) FBG después del proceso al agua fuerte en HF (no a escala).

II.2.2.6 Refractómetro de cristal fotónico

Como consecuencia del alto contraste de índice de refracción presente en una fibra de cristal fotónico con cubierta microestructurada, la contribución a los modos de propagación debido al arreglo periódico de oquedades es despreciable si la longitud de onda de la luz empleada es mayor al grueso del material que separa las oquedades, pero más pequeña que el diámetro del núcleo. Por otra parte, para los modos menos confinados ó, cuando la longitud de onda de la luz empleada es similar o menor al espacio intersticial entre las oquedades, así como al tamaño del núcleo mismo, la red periódica provee condiciones de fase que permiten esparcimiento coherente de luz y por lo mismo confinamiento por difracción. Este fenómeno resonante ha sido observado en pruebas de pérdidas por torsión donde la luz escapa del núcleo a la cubierta, generando una longitud de corte más corta en la banda de transmisión de la fibra, que es sensible tanto a las perturbaciones aplicadas a la fibra como a las que son aplicadas al material dentro de las oquedades.

La figura 16 muestra como, empleando las oquedades de la fibra y haciendo uso de la condición de Bragg para la luz que se propaga en el núcleo de la misma, se puede sensar el índice de refracción de la sustancia en las oquedades (Martelli et al. 2007).



Figura 16. Refractómetro en fibra de cristal fotónico, a) Imagen óptica de la sección transversal de una PCF, b) Esquema de la sección transversal de la fibra mostrando las propiedades radiales que determinan la dispersión de Bragg lineal simple, c) Esquema mostrando la condición de empatamiento de fases requerida a lo largo de la fibra.

Una configuración que hace uso de una LPG inscrita en el núcleo de la PCF, informa sobre un cambio mínimo detectado en el índice de refracción del agua de 30 pm/(1500 nm/RIU) = $2x10^{-5}$, asociado al corrimiento de la longitud de onda de resonancia de la señal espectral (Rindorf & Bang, 2008). Otra configuración que incluye una PCF de ~32 mm de largo, empalmada en ambos extremos a fibra monomodal, permite la recombinación de los modos del núcleo y la cubierta de la PCF. En este caso el cambio se da en el patrón de interferencia; la resolución reportada es ~2.9x10⁻⁴ para mediciones del índice de refracción en el rango de 1.33 a 1.44 (Jha et al. 2009).

II.2.2.7 Refractómetro por SPR

Hay tres maneras convencionales para hacer que los modos del campo evanescente interaccionen con el medio circundante y por ende medir el SRI. 1) Remoción de la cubierta hasta un valor tal que la amplitud de la luz guiada en el núcleo siga siendo no nula tanto en la cubierta como en el medio analizado. 2) Uso de una LPG para acoplar luz guiada por el núcleo a los modos que se propagan en el mismo sentido en la cubierta. 3) Uso de una TFBG para acoplar la luz guiada dentro del núcleo a los modos que se propagan en sentido opuesto a través de la cubierta (Chan et al. 2007). Debido a que la luz que incide en el núcleo con un ángulo cercano al valor crítico aporta menos a la zona del campo evanescente, se deposita una película metálica y así la SPR mejora la intensidad del campo evanescente, produciendo un aumento en la sensibilidad del refractómetro.



Figura 17. Representación de los rayos del campo de onda evanescente, para indicar la penetración más profunda del campo de ondas evanescentes cuando el ángulo del rayo incidente se aproxima al ángulo critico.

Un modelado preciso y validaciones experimentales sucesivas han revelado que mediante el depósito de cubiertas metálicas con índice de refracción alto, la onda TEpolarizada es insensible a cualquier cambio en el índice de refracción de la muestra analizada (dentro de un error experimental $\Delta\lambda_B < 1$ pm). Esta característica de la onda de plasmón superficial permite la separación por diafonía de efectos refractométricos, debidos a temperatura y tensión. La figura 18, muestra un esquema que emplea la reflexión del modo TE proveniente de la FBG como referencia para efectos de temperatura y tensión que pueden aparecer durante las mediciones refractométricas (Cusano et al. 2008).



Figura 18. SPR basado en una FBG accesada por un costado pulido de la fibra.

Algunos estudios reportados para refractómetros con depósitos de TiO_2 han producido sensibilidades de 2872.73 nm/RIU para un espesor de 460 nm, superior en este caso al de LPG optimizadas (2000 nm/RIU) y acorde al rango sensible para sensores por SPR; 1000 a 10000 nm/RIU, para el corrimiento de los picos de absorción en la señal espectral (Hernáez et al. 2010). Una configuración que usa una TFBG de 10 mm de largo y un ángulo de 10°, con una película de oro con 50 nm de espesor depositada alrededor de la cubierta de la fibra en la zona de la rejilla, reporta una sensibilidad medida de 571.5 nm/RIU y una resolución de 10^{-4} RIU (Shao et al. 2010).

II.2.3 Sumario

Los refractómetros de prismas refractores emplean óptica de volumen con prismas de alta calidad y control de temperatura. Mediante la medición del ángulo crítico se obtiene el valor del índice de refracción para la muestra analizada. A pesar de tener una gran precisión; e. g., el de Abbe tiene resoluciones del orden 10^{-4} a 10^{-5} , su tamaño es relativamente grande en comparación con los refractómetros de fibra óptica. Esta es una desventaja que se añade a las periódicas calibraciones a las que deben someterse sus componentes.

La mayoría de los sensores de fibra óptica monitorean la longitud de onda de resonancia mediante mediciones espectrales precisas, las cuales son indispensables para la determinación del índice de refracción. Estas deben tener buena repetitividad, resolución espectral y exactitud de los espectros para obtener una resolución y exactitud alta en las mediciones del índice de refracción. Esto se traduce en un costo potencial alto en los métodos de medición del índice de refracción respecto a los métodos tradicionalmente empleados.

Podemos entonces concluir que:

- Las mediciones del índice de refracción son importantes.
- Se han desarrollado diferentes configuraciones de sensores para medir el índice de refracción.
- En años recientes ha crecido el interés por desarrollar sensores de fibra óptica para medir el índice de refracción.
- Los refractómetros de fibra óptica utilizan reflexión de Fresnel y los cambios en la constante de propagación inducidos por medios (líquidos) externos. Estos últimos hacen uso de diferentes configuraciones interferométricas que incluyen FBG, LPG e interferómetros de Fabry-Perot

• La necesidad de hacer mediciones espectrales exactas resulta en la utilización de equipos muy complejos y costosos.

El propósito de este proyecto es desarrollar e investigar un refractómetro interferométrico de fibra óptica basado en los interferómetros formados por tres rejillas de Bragg, con una zona de interacción con el campo evanescente entre dos rejillas de Bragg. La señal del interferómetro sin acceso al campo evanescente se utiliza como referencia para cambios relacionados con la inestabilidad de la fuente de luz empleada y también para cambios debidos a variaciones en la temperatura ambiente.

III Desarrollo experimental

Este capítulo presenta el proceso seguido en la elaboración y pruebas de la cabeza sensora de un refractómetro interferométrico de fibra óptica y ondas evanescentes. Para construirlo fue necesario: 1) Desarrollar una técnica manual para desbastar mecánicamente la fibra, 2) aplicar un método original para monitorear en tiempo real la grabación de tres rejillas de Bragg de reflectancia similar para formar el interferómetro sensible al SRI, además del interferómetro de referencia, 3) controlar por monitoreo en tiempo real el ahusado con ácido fluorhídrico (HF) para establecer la distancia final entre el núcleo de la fibra y la zona rebajada; 4) evaluar el funcionamiento mediante la toma cuidadosa de datos para distintos especímenes presentes en la zona sensible, con el fin de verificar el sensado por campo evanescente de cambios en el SRI.

El sensor desarrollado usa la medición simultánea de las fases contenidas en la señal en reflexión proveniente de dos interferómetros formados por tres FBG inscritas en fibra monomodal. Entre dos de las FBG se forma un acceso al campo evanescente de la fibra óptica rebajando el grosor de la cubierta, mientras que en el otro interferómetro se deja la cubierta sin tratamiento alguno. Las señales de los interferómetros están afectadas de igual manera por variaciones en la temperatura ambiente y por la posible inestabilidad del equipo de interrogación. La señal en reflexión de los interferómetros está formada por los espectros de reflectancia generados por barrido espectral usando un diodo láser con regeneración distribuida (DFB, por sus siglas en inglés)



Figura 19. Esquema de la cabeza sensora (no a escala).

Las tres amplitudes de las ondas ópticas reflejadas podemos representarlas como

$$A_1 = \sqrt{I} r_1, \tag{21}$$

 $A_2 = \sqrt{I} (1 - R_1)^2 r_2 \exp(-2i\beta d_{12}), \qquad (22)$

$$A_3 = \sqrt{I} (1 - R_1)^2 (1 - R_2)^2 r_3 \exp(\Psi), \qquad (23)$$

con

$$\Psi = [-2i\beta(d_{12} + d_{23} - L) - 2i\beta_1 L], \qquad (24)$$

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda} n_{\rm ef},\tag{25}$$

$$\beta_1 = \frac{2\pi}{\lambda} n_{\rm ef}^{\rm mod} \,, \tag{26}$$

donde L es la longitud de interacción con la onda evanescente, β es la constante de propagación del modo sin modificar, β_1 es la constante de propagación del modo modificado, n_{ef} es el índice efectivo de la fibra sin modificar, n_{ef}^{mod} es el índice efectivo de la fibra modificar, n_{ef}^{mod} es el índice efectivo de la fibra modificado por la sustancia externa, I el valor de la irradiancia, λ la longitud de onda empleada, r_1 , r_2 , r_3 , los valores de los coeficientes de reflexión para cada rejilla, R_1 , R_2 , la reflectancia de cada rejilla, d_{12} la separación entre la primer y segunda rejilla, d_{23} la separación entre la segunda y tercer rejilla.

En el fotodetector, la suma de las tres señales reflejadas produce tres señales de interferencia correspondientes a tres interferómetros con diferentes caminos ópticos. Cada señal se representa como

$$I_{12} = I(1 - R_1)^2 r_1 r_2 \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda} n_{ef} d_{12}\right),$$
(27)

$$I_{23} = I(1 - R_1)^4 (1 - R_2)^2 r_2 r_3 \cos\left\{\frac{4\pi}{\lambda} \left[n_{ef}(2d_{12} + d_{23}) + L\left(n_{ef}^{mod} - n_{ef}\right)\right]\right\}, (28)$$

$$I_{13} = I(1-R_1)^2 (1-R_2)^2 r_1 r_3 \cos\left\{\frac{4\pi}{\lambda} \left[n_{ef}(d_{12}+d_{23}) + L\left(n_{ef}^{mod}-n_{ef}\right)\right]\right\}, \quad (29)$$

cuando $r_1 \approx r_2 \approx r_3 = r$ y r << 1, con lo cual $(1 - R_1)^2 \approx 1$, quedando

$$I_{12} = I R(\lambda) \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda} n_{ef} d_{12}\right), \tag{30}$$

$$I_{23} = I R(\lambda) \cos\left\{\frac{4\pi}{\lambda} \left[n_{ef} (2d_{12} + d_{23}) + L \left(n_{ef}^{mod} - n_{ef} \right) \right] \right\},\tag{31}$$

$$I_{13} = I R(\lambda) \cos\left\{\frac{4\pi}{\lambda} \left[n_{ef} (d_{12} + d_{23}) + L \left(n_{ef}^{mod} - n_{ef} \right) \right] \right\},$$
(32)

donde $R(\lambda)$ representa el espectro de reflectancia de la FBG.

Cuando la longitud del láser DFB se cambia linealmente en el tiempo, $\lambda(t) = \lambda + \gamma t$, tenemos para el caso que nos ocupa

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\lambda_{final} - \lambda_{inicial}}{\lambda_{inicial}} \ll 1,$$
(33)

 $con \lambda \approx 1500 \text{ nm y} \Delta \lambda \approx 2 \text{ nm.}$ Así, el término

$$\frac{1}{\lambda(t)} \approx \frac{1}{\lambda_o} \left(1 - \frac{\gamma}{\lambda_o} t \right), \tag{34}$$

y las señales, pueden ser representadas en un formato $cos(\omega_x t + \phi_x)$ como

$$I_{12}(t) = I R(t) \cos(\omega_1 t + \varphi_1),$$
 (35)

$$I_{23}(t) = I R(t) \cos(\omega_2 t + \varphi_1),$$
 (36)

$$I_{13}(t) = I R(t) \cos(\omega_3 t + \varphi_3),$$
(37)

donde

$$\omega_1 = \frac{4\pi}{\lambda_o^2} \gamma \, n_{\rm ef} d_{12}, \tag{38}$$

$$\varphi_1 = \frac{4\pi}{\lambda_0} n_{\rm ef} d_{12}, \tag{39}$$

$$\omega_2 = \frac{4\pi}{\lambda_0^2} \gamma \left[n_{\rm ef} (2d_{12} + d_{23}) + L \left(n_{\rm ef}^{\rm mod} - n_{\rm ef} \right) \right], \tag{40}$$

$$\varphi_2 = \frac{4\pi}{\lambda_o} \Big[n_{ef} \left(2d_{12} + d_{23} \right) + L \Big(n_{ef}^{mod} - n_{ef} \Big) \Big], \tag{41}$$

$$\omega_3 = \frac{4\pi}{\lambda_o^2} \gamma [n_{ef} (d_{12} + d_{23}) + L (n_{ef}^{mod} - n_{ef})], \qquad (42)$$

$$\varphi_3 = \frac{4\pi}{\lambda_o} \left[n_{ef} (d_{12} + d_{23}) + L \left(n_{ef}^{mod} - n_{ef} \right) \right]. \tag{43}$$

En el fotodetector, las tres componentes de la señal tienen diferentes frecuencias, proporcionales a las longitudes de los interferómetros. Estas pueden separarse a través de una transformación de Fourier, apareciendo tres picos de amplitudes casi iguales. Los picos que corresponden a las frecuencias ω_2 y ω_3 se ven afectados por el cambio del índice efectivo de la fibra debido a la influencia del líquido externo. Por ejemplo, en la ecuación (41) la fase del segundo pico va a cambiarse por el valor $\frac{4\pi}{\lambda_o}L n_{ef}^{mod}$ cuando el índice del líquido es diferente al índice de la cubierta.

Es posible ver que las fases de las señales dependan de igual manera de la temperatura (efecto termo-óptico) y también de la inestabilidad del láser (cambio de λ_o ó del intervalo de barrido espectral). Esto puede ser compensado al procesar los datos.

La forma en la que el índice del líquido puede afectar al n_{ef}^{mod} depende de los parámetros de la fibra rebajada (el volumen de onda evanescente accesible) y de la longitud de onda de trabajo, que es un parámetro del sensor.

III.1 Desbaste mecánico y ahusado por ácido fluorhídrico

El acceso al campo evanescente se hizo ahusando una sección de la fibra (Corning, SMF-28), primero mecánicamente hasta obtener un perfil D, para luego concluir el ahusado al agua fuerte (etching, en inglés) con el ácido fluorhídrico (HF).

III.1.1 Obtención del perfil D

La sección sensible se confeccionó desarrollando una técnica manual al no disponer de maquinaria calibrada para repetir una técnica de desbaste conocida; después se encontraron semejanzas con otra metodología previamente reportada que emplea máquinas para pulido longitudinal y alúmina (Gaston et al. 2003). Nuestra técnica fue desarrollada usando fibra Corning SMF-28. La planicidad del perfil al rebajar la fibra se garantizó al sujetarla entre un par de calibres de espesor fijo o galgas (Calibrador maestro con 26 hojas –45025–, OEM Company) sobre un sustrato de vidrio (portaobjetos comunes).

La planicidad del sustrato se verificó mediante el patrón de franjas de interferencia formado entre el sustrato y un patrón de calibración bajo la luz proveniente de una lámpara de mercurio. El espesor de las galgas se verificó con ayuda de un micrómetro (Brown & Sharpe, No. Kingston, R. I., USA, 0 - 1", min 0.0001"), siendo para ambas 0.005" o 127 µm como lo indica el grabado hecho por el fabricante en ellas.



Figura 20. Esquema para obtención de perfil D.

Con la fibra y las galgas sujetadas al sustrato se retiró con cuchilla (Gillette Super Thin Mejorada) el forro de la fibra, para comenzar a desgastar manualmente la fibra a lo largo de ~1 cm con alúmina para pulir de diferentes tamaños. Primero se usó alúmina de 5 μ m, luego de 3 μ m y finalmente de 1 μ m, para lograr un acabado tipo espejo. El desgaste se fue verificando con ayuda de un sistema óptico consistente de un tubo de microscopio con un objetivo de 10x y un ocular de 15x, adosado a una plataforma con un sistema de 3 cremalleras que permiten movimientos en ejes x, y, z del tubo y una lámpara de inspección. Antes de cada verificación, así como, antes del cambio en el tamaño de la alúmina para pulir, se limpió la sección rebajada con la ayuda de un hisopo humedecido en alcohol isopropílico, en el primer caso para identificar fracturas en la fibra y la homogeneidad del desgaste (Dávalos, com. pers.) y en el segundo para evitar rayones que induzcan fracturas en la fibra o bien inhomogeneidades indeseadas (Dávalos, com. pers.). Las muestras estuvieron iluminadas por arriba de manera oblicua, por ello la verificación final del desgaste se llevo a cabo con un microscopio de reflexión por contraste de polarización (Zeiss, 47 17 05-9901), previo baño de ultrasonido por 25 minutos con agua potable seguido de limpieza con hisopo humedecido en alcohol isopropílico.



Figura 21. Esquema del perfil de la fibra utilizada. Sin rebajar (izq.), ya rebajada (der.)

Con el propósito de calcular lo rebajado a la fibra se tomaron fotografías a través del ocular del microscopio a cada una de las fibras rebajadas junto con una fibra desforrada y sin rebajar. Similar a una micrografía, mediante un programa de gráficos profesional se obtuvo la distancia transversal de la fibra de referencia y de la superficie rebajada a cada fibra, con los datos obtenidos, simplemente se usó razones trigonométricas y la noción de círculo unitario para calcular lo rebajado a cada fibra.



Figura 22. Vista superior de la sección rebajada a una de las fibras. Los bordes laterales corresponden al forro de polímero.

Para las más de 50 muestras obtenidas en tres grupos correspondientes a fechas diferentes entre sí, el rango para lo rebajado a las fibras dentro de cada grupo varió; siendo más amplio el del último grupo respecto al del primero, en cambio el promedio para lo rebajado a las fibras de cada grupo siguió siendo muy cercano a las veinte micras.

III.1.2 Obtención de la tasa de remoción con ácido fluorhídrico

A partir del ácido fluorhídrico (HF) disponible (Fermont, Acido fluorhídrico 40%, RA/PA, 500g, P.M. 20.01, $\rho = 1.13$ g/ml) fue necesario hacer diluciones al 20% y 10%. Para ello se consiguió una probeta de plástico, suficiente agua desmineralizada, recipientes de polietileno de alta densidad (High-density polyethylene, HDPE), instalaciones adecuadas para realizar las diluciones y los cálculos necesarios para las mismas.

Sabiendo que el agregar agua no cambia el número de moles de soluto; esto es, "el número de moles de soluto presente en la solución diluida será igual al número de moles en la solución concentrada", se usó la ecuación de dilución

$$V_c \cdot M_c = V_d \cdot M_d, \tag{44}$$

equivalente a

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2, \tag{45}$$

en la primer ecuación V_c y M_c representan el volumen y masa de la concentración, V_d y M_d representan el volumen y masa de la dilución, en la segunda ecuación C_1 y V_1 representan la concentración y el volumen de la solución concentrada, C_2 y V_2 representan la concentración y el volumen de la dilución. Sabiendo que la concentración está dada en % en masa y el volumen de la solución problema para ambos casos es 200 g, se tiene que:

$$V_1 = \frac{20\% \cdot 200g}{40\%} = 100g$$

así mismo,

$$V_1 = \frac{10\% \cdot 200g}{40\%} = 50g$$

Personal del laboratorio de Palinología del CICESE realizó las diluciones al tener la experiencia, instalaciones y el equipo de seguridad personal requerido para el manejo del HF al usarlo de manera corriente en los experimentos que ahí se realizan.

El procedimiento fue el siguiente, bajo campana extractora encendida, se despejo un área suficiente para colocar todos los materiales y poder maniobrar manteniendo la cubierta de la campana lo más abajo posible. El personal a cargo de realizar la dilución uso guantes de nitrilo, bata de manga larga, mascarilla con filtro y mandil plástico. Para cada caso se vertió en la probeta de plástico el ácido requerido para la dilución y luego se aforo a 200 ml con agua desmineralizada (18.2 M Ω). Cada dilución se vertió desde la probeta al contenedor previamente rotulado y esté se colocó dentro de una bolsa de plástico.

La persona que hizo la dilución (Quim. Edna Collins) recomendó para seguridad personal el uso en todo momento de guantes de nitrilo al manejar los contenedores con HF.

Puesto que el HF es un líquido fumante y el gas está en la lista de químicos extremadamente peligrosos de la US Environmental Protection Agency, EPA, 40 CFR sección 302, se debe tratar de mantener cubierto el ácido durante los experimentos para evitar que los vapores producidos sigan un camino aleatorio, por lo mismo es importante tener en cuenta el alto riesgo existente al usar un flujo laminar ascendente; como lo es el de la mayoría de las campanas de extracción comerciales (Weber, com. pers.), por otra parte, considerando tanto la pureza de los químicos empleados como el re-uso de los recipientes es preferible el uso de recipientes de teflón (Weber, com. pers.) y la limpieza de los mismos con agua desmineralizada (Rendón, com. pers.)

Considerando lo expuesto en el párrafo anterior, los experimentos con el HF y la fibra SMF-28 comenzaron con un sistema semi-cerrado para progresivamente continuar hasta el uso de un sistema descubierto, al tiempo que la cantidad de HF empleado fue reduciéndose progresivamente. El propósito final de la serie de experimentos con el HF es el minimizar los riesgos en el manejo del HF al utilizarlo sin campana de extracción, simplemente porque monitorear en tiempo real el proceso final de elaboración de la cabeza del sensor por medios interferométricos es en la práctica muy difícil de implementar bajo una campana de extracción.

III.1.2.1 Sistema semi-cerrado

Se hicieron 6 orificios igualmente espaciados en la cara circular de 3 taparroscas de plástico, para usarlas como "trampa". Se prepararon tramos de fibra SMF-28 de 5.0 cm de longitud con uno de sus extremos desforrado y clivado, cuidando que la distancia entre el

forro y la cara clivada fuera de 1.5 cm, se marcó después en el forro a 2.7 cm de la cara clivada una línea para a partir de ella fijar la lengüeta de plástico en la fibra. Se rotuló cada fibra en la lengüeta.



Figura 23. Esquema sistema semi-cerrado.

En tres recipientes cilíndricos de HDPE con dimensiones: $\emptyset_{interior} = 3.0$ cm, altura interior = 4.8 cm, se marcó a cada recipiente una línea de afore a 2.0 cm desde su base interna. Bajo una campana de extracción encendida se aforó cada recipiente cilíndrico con HF de la concentración adecuada (40%, 20% o 10%), se colocaron las fibras en la trampa y se colocó la misma junto con las fibras en el recipiente. Se puso a andar el cronómetro para proceder a retirar una fibra a la vez a intervalos de tiempo fijos a partir del momento en que las fibras se pusieron en contacto con el HF, cada fibra retirada se sumergió por 10 minutos en agua desmineralizada para neutralizar la acción del HF. Por último las fibras se colocaron en un contenedor recubierto en su interior por papel de micro fibra para revisarlas posteriormente bajo el microscopio (Zeiss, 47 17 05-9901).

Se realizaron dos pruebas para cada una de las tres concentraciones disponibles (40%, 20% y 10%) usando intervalos de 15 min entre fibras, en cada segunda prueba se reutilizó el HF de la primera con el propósito de comparar la eficiencia del proceso.

Para cada concentración empleada, se apreció que la cantidad de material disuelto para las fibras retiradas en idéntico momento fue diferente, también fue diferente la degradación del polímero que cubre a la fibra. Las fibras en concentraciones al 20% y 10% tuvieron muy poco desgaste y menor degradación en el polímero.

Se realizó una tercera prueba para las concentraciones al 20% y 10% con el propósito de establecer un tiempo estimado para el cual el HF disuelve por completo la

fibra para dichas concentraciones, se uso HF "fresco" con intervalos de 20 min entre las fibras a partir de retirar la primera del HF; en el caso del HF al 20% la primer fibra se retiro después de 120 min, mientras que para el HF al 10% la primer fibra se retiro después de 280 min de estar en contacto con el ácido. Las imágenes finales de las fibras con mayor tiempo en contacto con el HF mostraron para cada caso una mayor cantidad de material removido lo que permitió una mejor estimación del tiempo necesario para ser disueltas.

III.1.2.2 Sistema cubierto

Con el propósito de corroborar que no es un factor determinante la cantidad de solución empleada, los experimentos sucesivos se realizaron usando cada solución en una cantidad menor. Para contrastar los resultados de las pruebas anteriores, se colocó dentro de una caja de Petri hecha en HDPE una sección de la fibra desnuda del forro plástico, se llenó el recipiente con HF para después ponerle la tapa, sin embargo, todas las pruebas fallaron al poco tiempo, en todos los casos la fibra se rompió en la parte en contacto con los bordes de la caja de Petri, el calor y vapor de la reacción debilitó la fibra ocasionando la fractura de la misma a dicho punto.

Se confeccionó entonces un recipiente adecuado para los experimentos y se utilizó un tramo de ~1.2 m de SMF-28 con conector temporal en uno de sus extremos y clivado en el extremo opuesto. Bajo una campana de extracción encendida, se colocó en el recipiente tallado en teflón una sección de la fibra desforrada en ~1.0 cm cuidando que quedará al centro de la hendidura más ancha del recipiente, se agrego HF de la concentración deseada (40%, 20% o 10%), se puso a andar el cronómetro, se cubrió la zona en donde se encontraba el HF con la tapa trasparente de una caja de Petri hecha en HDPE.



Figura 24. Esquema sistema cubierto.

Se encendió después la fuente acoplada a la fibra (probador de continuidad en fibra óptica, 650 nm, < 5 mW de salida) para monitorear "a ojo" la caída de potencia a la salida

de la misma. Se marcó en el cronómetro el momento en que la potencia comenzó a caer y se detuvo cuando no se apreció luz a la salida de la fibra óptica.

Se optimizaron los experimentos con el HF al 40%; cambiando la posición del sistema dentro de la campana de extracción y la altura de la cubierta de la misma con lo cual se eliminó el poner peso sobre la tapa que cubrió el ácido durante el experimento al reducirse significativamente el flujo de aire sobre la zona con HF, consecuentemente los tiempos medidos para cada concentración presentaron una distribución más estrecha para cada concentración.

Los tiempos respecto de los experimentos de la sección anterior fueron por algunos minutos diferentes para cada concentración, indicando la posibilidad de obtener similares resultados con menos cantidad de solución.

III.1.2.3 Sistema descubierto

Con el propósito de evitar confinar los vapores y el calor desprendido por la reacción, se procedió como en el caso anterior omitiéndose el paso de cubrir la zona donde se encontraba el HF con la tapa de HDPE.

Como en el caso anterior, se encendió la fuente (probador de continuidad en fibra óptica, 650 nm, < 5 mW de salida) para monitorear "a ojo" la caída de potencia a la salida de la fibra. Se marcó en el cronómetro el momento en que la potencia comenzó a caer y se detuvo cuando no se apreció luz a la salida de la fibra óptica.

Se realizaron varias pruebas para el HF: tres al 40%, tres al 20% y una al 10%.



Figura 25. Esquema sistema descubierto.

Los tiempos obtenidos indicaron que para una misma cantidad de solución la temperatura es importante al momento de disolver la fibra. Con los resultados obtenidos se estimo para un par de fibras; rebajadas ambas en 22.0 µm, el tiempo requerido por el HF al 20% para disolver la fibra hasta obtener un espesor de cubierta de 3µm respecto al núcleo

de la fibra en la zona rebajada. El tiempo calculado fue de 177.7 min. La revisión al microscopio (Zeiss, 47 17 05-9901) de estas fibras puso de manifiesto la necesidad de colocar las fibras en un soporte adecuado después del experimento. Se observaron depósitos insolubles en ambas fibras al revisarlas con el microscopio.

III.1.2.4 Monitoreo en tiempo real

Para monitorear en tiempo real la estabilidad y cambios en la potencia de la señal acoplada a la fibra rebajada mientras es disuelta por el HF, se conectó una muestra con perfil D; previamente empalmada a fibras con conectores adecuados, a una unidad de medición de potencia (Agilent, 8163A Lightwave Multimeter System), un extremo se conectó a la señal del láser DFB ($\lambda = 1536.6$ nm, 5 mW) y el extremo opuesto a uno de los dos foto detectores disponibles en la unidad. Se sujetó sobre un sustrato de HDPE la sección con el perfil D con el propósito de facilitar su manejo, colocándose después sobre un recipiente de HDPE localizado bajo una campana de extracción encendida para entonces con un gotero graduado poner 2.0 ml de HF; i. e. menor cantidad de ácido respecto a todas las pruebas anteriores, sobre la zona en cuestión.

Con el propósito de registrar en tiempo real la estabilidad y cambios en la potencia de la señal acoplada a la fibra al irse disolviendo por el HF, se desarrolló un programa de computó para la interfaz GPIB de la unidad de medición de potencia.



Figura 26. Esquema de monitoreo.

Se realizaron seis experimentos, cinco con HF al 10% y el otro a manera de testigo con HF al 20% debido a cambios en la línea de alimentación eléctrica al momento de realizar los experimentos. Para la concentración al 20% la fibra se puso sobre el recipiente de teflón, la zona con el HF se cubrió con la caja de Petri hecha en HDPE con el propósito de reducir el tiempo del proceso y obtener una curva de referencia.

Para la concentración al 10%, dos de los experimentos se realizaron hasta que la potencia registrada fue prácticamente cero de la potencia inicial registrada, otro más hasta que la potencia llegó al 20% de la potencia máxima registrada. En otro par de ellos usando fibras rebajadas se trató de verificar sin éxito el acceso al núcleo de la fibra al terminar la acción del HF cuando la potencia bajo al 90% y 65% respectivamente. No obstante, los tiempos respecto de los experimentos de la sección anterior fueron; como se esperaba, menores al tratarse de fibras rebajadas.

Se confirmó la estabilidad en la señal acoplada a la fibra al irse disolviendo; también, la factibilidad de obtener similares resultados con menos cantidad de solución para una misma concentración de HF.

III.2 Grabado de FBG

Para monitorear de manera efectiva los cambios en la señal para el espectro de reflexión y con ello correlacionarlos al fenómeno investigado, se necesitó formar interferómetros con rejillas de Bragg iguales de baja reflectancia grabadas en fibra estándar SMF-28.

Utilizamos dos sistemas de monitoreo en tiempo real al grabar las rejillas:

- El primero se basa en el método comúnmente empleado de monitoreo del espectro de reflexión de la rejilla con una analizador de espectros ópticos.
- El segundo utiliza un método original basado en mediciones de espectros de reflexión con un láser sintonizable en longitud de onda.

El segundo método permite tener la capacidad de monitorear en tiempo real la grabación de la segunda y tercer rejilla, la longitud de coherencia del láser sintonizable en longitud de onda empleado fue bastante para observar patrones de interferencia, debido a que el espectro de reflexión monitoreado contiene tres componentes harmónicas en la transformada de Fourier del espectro en cuestión se observan tres picos, las reflectancias de las rejillas son iguales cuando las amplitudes de los picos del primer y segundo interferómetro son iguales, garantizando el grabar rejillas de Bragg con igual reflectancia.

III.2.1 Grabado de rejillas de Bragg en el núcleo de la fibra

El grabado se hizo mediante el método conocido como mascarilla de fase. Consiste esencialmente en irradiar con un tren de pulsos UV una fibra óptica desnuda de su forro plástico colocada muy cerca de una rejilla de difracción. Por absorción de fotones se induce el cambio de índice de refracción en el núcleo de la fibra óptica.



Figura 27. Esquema para grabación de rejillas de Bragg.

El proceso de formación de la primera rejilla de Bragg es monitoreado en tiempo real con un OSA. Consiste esencialmente en verificar el proceso de grabado mediante los cambios en amplitud y ancho de banda de la señal reflejada, proveniente de una fuente de espectro amplio acoplada a la fibra; con ello se determina el momento de inicio y finalización del proceso.



Figura 28. Esquema para monitoreo por espectro óptico.

El sistema consistió de una fibra dopada con erbio (Er^+) bombeada por un diodo láser de resonador F-P sintonizado a 980 nm. El diodo láser se alimentó con un controlador de corriente (Thor Labs, LDC 500) y su temperatura se estabilizó con un controlador (Thor Labs, TEC 2000). A la salida de la fibra un acoplador 50/50 permitió obtener la señal en reflexión proveniente de la fibra irradiada, monitoreada con el OSA. Tomando como referencia el nivel de la señal para el extremo libre (clivado) de la fibra a irradiar, se atenúa la señal mediante un bobinado de diámetro menor a 1 cm; se comienza a irradiar la fibra y se detiene cuando la señal monitoreada alcanza el nivel deseado, respecto al nivel de referencia.

La formación de interferómetros por dos o tres rejillas de Bragg se monitoreó en tiempo real usando un osciloscopio. Se verificó el desarrollo del proceso en tiempo real mediante los cambios en la amplitud de la transformada rápida de Fourier (FFT, por sus siglas en inglés) de la señal medidos por el osciloscopio cuando una señal de barrido espectral se acopla a la fibra.



Figura 29. Esquema para monitoreo por barrido espectral.

El sistema consistió de un circulador que en el puerto 1 tenía conectada la señal de barrido espectral proveniente de un láser DFB (JDS Uniphase, CQF 933/408-19540) alimentado por un controlador de corriente (Thor Labs, LDC 500) y estabilizado en temperatura por un controlador (Thor Labs, TEC 2000). El láser DFB se sintonizó por temperatura mediante un generador de funciones (Rigol, DG2041A). El puerto 3 del circulador se conectó a un fotodetector, que a su vez estaba conectado a un osciloscopio (Agilent, 54622A). La longitud de onda central (λ_c = 1534.08 nm) emitida por el láser DFB se estableció al ajustar el control de temperatura en modo activo (23.78°C) y la corriente del láser a 68.00 mA. Con una señal triangular con simetría al 50%, offset de 440.00 mVDC, amplitud de 6.35 Vpp y frecuencia de 0.3 Hz, se moduló por temperatura la emisión del diodo láser. Esta modulación por temperatura del diodo láser es igual a un barrido espectral de ~2 nm y fue bastante para grabar los espectros de reflexión de las rejillas de Bragg.

Como se mencionó en párrafos anteriores, se tomó como referencia la amplitud del pico para la señal muestreada de un interferómetro en el espacio de Fourier, se grabó la tercer rejilla hasta que la altura del pico de la FFT para esta nueva rejilla fuera el mismo respecto al nivel de referencia (ver figura 30).



Figura 30. Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo por barrido espectral al grabar la tercer rejilla.

III.2.2 Monitoreo de estabilidad del sistema

Cuando la luz se propaga en una guía de onda, el modo ocupa un área transversal más grande que el área del núcleo. Cualquier cambio en el índice de refracción del material que encuentra esta onda evanescente produce un cambio en la constante de propagación del modo, y por lo mismo, en el índice de refracción de la guía de onda (Coote, et. al., 2007).

En adelante se utilizó el sistema de monitoreo por barrido espectral.



Figura 31. Esquema para monitoreo de la estabilidad del sistema.

Con el propósito de tener una referencia futura de los cambios en la señal medidos al ahusar la fibra con HF, respecto a los de la inestabilidad tanto de la temperatura ambiente, como del sistema de medición mismo, se grabaron (usando un programa en LabView y el puerto GPIB del osciloscopio) los espectros de reflectancia durante más de 6 horas; i. e., el tiempo que le toma al HF disolver la fibra rebajada, para dos rejillas, con una separación de ~10 cm entre ellas, quedando la zona rebajada al centro de dicha separación (figura 31).

Las señales de los espectros fueron después procesadas con un programa escrito en MatLab. Para ello se aplicó una ventana Hanning a cada espectro, registrando el valor de la frecuencia, amplitud y fase para la frecuencia de resonancia de su FFT.



Figura 32. Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo de estabilidad en el sistema.

La figura 33 muestra los cambios en la fase del pico de resonancia para uno de los experimentos de la estabilidad del sistema de medición. Al modularse el diodo por temperatura se alcanzó estabilidad en la fase después de una hora de iniciado el experimento, los cambios pequeños son inherentes al barrido por temperatura utilizado.



Figura 33. Fase de la frecuencia resonante al pasar el tiempo para el total de muestras obtenidas durante más de 6 horas (1070 muestras cada hora). Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.

Los experimentos en que se ahusó la fibra con HF presentaron cambios en la fase de la señal antes de diluirse el núcleo. Se observó al comparar con experimentos anteriores; realizados bajo la campana de extracción, un aumento de una hora para la disolución de la misma por el HF; solo que en esta ocasión se utilizaron 0.5 ml en lugar de 2.0 ml.

Empleando 3 FBG en la fibra se esperaba que una vez estabilizado el barrido espectral por temperatura, los cambios en la fase de las señales procesadas fueran pequeños para el primer interferómetro; mientras para el segundo (al entrar el HF en contacto con el campo evanescente del fibra) fueran más notorios (considerando que los cambios en la temperatura ambiente y la inestabilidad del sistema afectan igual las señales).

Las fibras con 3 FBG (separadas ~5 cm las primeras dos y ~10 cm la siguiente) con la zona rebajada al centro de las mismas (figura 36), presentaron buena estabilidad durante el procesado con HF de la fibra y requirió de un tiempo similar para disolver la fibra al de los experimentos anteriores (2 FBG). Esto permitió entonces estimar el tiempo necesario para llegar al campo evanescente de la fibra sin destruirla. Se observó independencia en la fase de las señales procesadas entre la señal del primer interferómetro con la señal de los dos restantes afectados por el HF (figura 34). En la figura 34 y figura 35, cada 1070 muestras corresponden a una hora de monitoreo, la curva (I) corresponde al primer interferómetro, la (II) al segundo y la (III) al tercero que es formado por las señales reflejadas del primer o y segundo.



Figura 34. Evolución temporal de la fase de la frecuencia resonante para el total de muestras obtenidas durante más de 8 horas al disolver con HF una fibra con tres FBG grabadas. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 35. Amplitud de la frecuencia resonante al pasar el tiempo para el total de muestras obtenidas durante más de 8 horas al disolver con HF una fibra con tres FBG grabadas. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.

El procesamiento de las señales usando la transformada rápida de Fourier permitió medir cambios en la posición (frecuencia de resonancia), amplitud y fase, para cada uno de los tres picos de resonancia. Como se esperaba, una vez estabilizado el barrido espectral por temperatura, los cambios en la fase de las señales procesadas fueron pequeños en la señal del primer interferómetro, mientras que los cambios en el modo de propagación debidos al HF cuando entra en contacto con el campo evanescente de la fibra al momento de ahusar la fibra, fueron más notorios.

III.2.3 Obtención de la cabeza sensora y cambios en el SRI

La cabeza sensora se logro fabricar ahusando la zona rebajada con HF hasta que la potencia registrada alcanzó un 70% del valor promedio máximo registrado. Los cambios durante el proceso, debidos a variaciones en la temperatura, se minimizaron cubriendo la región con las 3 FBG. Neutralizado el HF, se procedió a limpiar y secar la zona sensible al SRI (la zona ahusada entre las dos FBG separadas ~10 cm entre ellas) para iniciar las pruebas de sensibilidad por cambio en el SRI.



Figura 36. Esquema del sistema sensor. La imagen insertada muestra la zona donde se colocó el HF durante el ahusado y las distintas muestras analizadas.

Las pruebas de sensibilidad a cambios en el SRI se realizaron por barrido espectral. Una vez estabilizado el barrido, se puso en contacto con la zona sensible de la fibra un volumen de 0.5 ml de la sustancia de prueba en turno. Un minuto después se retiró con papel absorbente y por cinco minutos se dejó secar al aire la zona sensible.

Se realizaron tres pruebas para alcohol isopropílico (0.5 ml c/u), seguidas de igual número de pruebas con glicerina (0.5 ml c/u), glicerina con agua (0.5 ml de glicerina + 1.0

ml de agua c/u) y nuevamente alcohol isopropílico (0.5 ml c/u) para asegurar la limpieza de la zona sensible.



Figura 37. Espectro en el tiempo y FFT del mismo para un par de las muestras tomadas, (a) antes de aplicar liquido igualador de índice de refracción, (b) aplicado el líquido igualador de índice de refracción.

Al final se colocó líquido igualador de índice en la zona sensible, lo que aparentemente acoplo más luz a la cubierta de la fibra, disminuyendo la amplitud del segundo y tercer pico en la señal muestreada (figura 37). El cambio de la señal con el tiempo y la atenuación de los picos segundo y tercero sugieren la interacción del campo evanescente de la fibra con el SRI en la zona rebajada.

Importante es mencionar que cada sustancia presentó un cambio de fase distinto en la señal muestreada, con base en ello es posible aseverar que la configuración empleada hace posible el sensar por campo evanescente cambios en el SRI de la fibra.

IV Resultados

Este capítulo presenta los resultados de los experimentos descritos en el capítulo anterior y el análisis de los mismos.

IV.1 Desbaste mecánico y ahusado por ácido fluorhídrico

La técnica original desarrollada para desbastar mecánicamente la fibra y las series de experimentos realizados con ácido fluorhídrico dieron como resultado un método repetible y consistente para ahusar la fibra.

IV.1.1 Obtención del perfil D

Con la técnica manual desarrollada se obtuvieron más de 50 muestras distribuidas en distintos grupos, correspondientes a fechas diferentes entre sí. Los resultados del cálculo de la distancia rebajada a cada fibra empleando los principios de la micrografía arrojó una distribución de los mismos alrededor del valor de 20.0 µm, siendo más amplio el rango de la distribución para el último grupo, respecto al del primer grupo de fibras procesadas. No obstante que durante el desarrollo de esta técnica la longitud procesada de la fibra fue en algunos casos de 0.8, 1.0, 1.2, 1.5 y 2.0 cm, el promedio para la distancia rebajada en cada grupo de fibras procesadas siguió siendo muy cercano a las veinte micras.

Tabla I. Resultado para los extremos de la zona desbastada del penúltimo grupo de fibras procesadas.

1	19.4 µm	19.4 µm	8	26.4 µm	26.4 µm	15	20.9 µm	20.9 µm
2	25.4 µm	25.4 µm	9	18.6 µm	17.2 µm	16	25.4 µm	25.4 µm
3	19.4 µm	16.6 µm	10	20.2 µm	19.4 µm	17	19.4 µm	19.4 µm
4	17.2 µm	17.2 µm	11	29.6 µm	29.6 µm	18	19.4 µm	19.4 µm
5	20.2 µm	20.2 µm	12	13.5 µm	14.7 µm	19	21.8 µm	21.8 µm
6	17.2 µm	17.2 µm	13	19.4 µm	20.2 µm			
7	16.6 µm	16.6 µm	14	20.9 µm	20.9 µm			

Las diferencias para la distancia rebajada entre las fibras del penúltimo grupo; así como en algunos casos para los extremos de una misma muestra (ver tabla I) se debieron al desgaste natural ocurrido en el único par de galgas usadas desde el principio hasta el final del procesado de las muestras. Fueron factores determinantes la firmeza con la que se sujetaron la fibra y las galgas al sustrato, así como la cantidad y consistencia de la alúmina. Emplear calibres más delgados no incrementó la distancia rebajada debido a que los

recursos disponibles para sujetar la fibra y galgas fueron limitados. Sin embargo, elacabado tipo espejo se logró siempre que se realizó una limpieza meticulosa durante el proceso de rebajado (figura 38).



Figura 38. Acabado de una de las muestras rebajadas (izq.) y esquema que representa el perfil obtenido (der.)

Hasta donde sabemos es la primera ocasión en el CICESE que se obtiene perfil D en fibra óptica SMF-28. A pesar de ser una técnica nueva, simple, artesanal y en estado incipiente, los resultados que se obtienen son repetibles y consistentes. Mejoras futuras de esta técnica permitirán rebajar más las fibras implicando un menor tiempo de procesamiento con HF y todo lo que ello conlleva, además de comprometer menos la integridad mecánica de la fibra siendo deseable el rebajar $\approx 45 \,\mu$ m la fibra con este método.

IV.1.2 Obtención de la tasa de remoción con HF

Cada etapa del proceso con el HF confirmó para una misma concentración que:

- Un mejor aislamiento de la reacción reduce el tiempo necesario para disolver la fibra. Por lo tanto, la temperatura es un factor importante.
- Usar menor cantidad de solución solamente aumenta el tiempo que le toma al HF disolver la fibra. Por lo tanto, la cantidad de reactivo limitante es un factor preponderante.

IV.1.2.1 Sistema semi-cerrado

Las 6 fibras de cada uno de los segundos experimentos (figura 23); i. e., cuando fue reutilizado el HF (40%, 20% ó 10%), mostraron menor cantidad de material disuelto y menos degradación del polímero de la fibra, siendo esto más notorio para las dos muestras

inmersas por 75 min en la concentración al 40%. La muestra del primer experimento estaba totalmente disuelta no siendo así para la muestra del segundo experimento. Se observó también menor afectación por los gases desprendidos a partir de la reacción en el forro de polímero de la fibra (figura 39) para los 14.1 ml de HF empleados en cada experimento.



Figura 39. Fotografía después de 75 min de estar inmersas en 14.1 ml de HF al 40%, primera prueba (a), segunda prueba (b).

Teniendo en cuenta la reacción para un medio hidratado

$$6HF + SiO_2 \rightarrow H_2SiF_6 + 2H_2O + \Delta, \tag{44}$$

tenemos que la solución inicial al retirar cada muestra debe encontrarse más diluida que al principio de la misma. La cantidad de moles de HF (6) disminuye mientras los de H₂O (2) aumentan; en consecuencia aumenta el pH. Con base en los resultados observados se confirma que la cantidad de reactivo limitante disminuye durante la reacción (el HF) con lo cual se incrementan el pH y la cantidad de agua presente; en consecuencia el tiempo necesario para disolver la fibra se incrementa. Las diferencias en la cantidad de material removido para una misma concentración justificaron los reportes donde se emplea una solución amortiguada para regenerar el ácido; i. e., conservar la cantidad de moles de HF, cuando se reutiliza frecuentemente el HF para disolver vidrio (HF Etching, 2008).



Figura 40. Fotografía después de 60 min de estar inmersas en HF, (a) al 40%, (b) al 20% y (c) al 10%.

Por ser las concentraciones de HF empleadas diluciones de una solución, la cantidad de material disuelto en las fibras inmersas el mismo tiempo en HF de diferente concentración no presentó una reducción de las fibras en la misma proporción que guardan los valores de las concentraciones empleadas (figura 40).

Los dos experimentos con HF al 40% permitieron estimar un tiempo de entre 60 a 75 min para disolver la fibra. Los experimentos sin reutilizar HF al 20% y 10% retirando del HF la primer fibra después de 120 y 280 min respectivamente a intervalos de 20 min entre las fibras a partir de retirar la primera, dio como resultado un tiempo estimado de alrededor de 4 hrs para HF al 20% y de más de 6 hrs para HF al 10%.

IV.1.2.2 Sistema cubierto

Una vez optimizados los experimentos con el HF al 40% en la configuración empleada con éxito para esta sección (figura 24), los tiempos para los experimentos presentaron una distribución más uniforme para cada concentración. Los tiempos para los cuales se diluyó la fibra y la tasa de remoción (t.r.) para cada concentración se muestran en la tabla II.

40%	20%	10%
~77.40 min	~253.00 min	~414.00 min
~55.00 min	~256.00 min	~418.00 min
~70.00 min	~254.00 min	
~58.20 min		
~59.50 min		
~61.30 min		
$\overline{t} = 63.57 \text{ min}$	$\bar{t} = 254.33 \text{ min}$	$\bar{t} = 416.00 \text{ min}$
$\bar{t} = 1:03:34 \text{ hrs}$	$\bar{t} = 4:14:20 \text{ hrs}$	$\bar{t} = 6:56:00 \text{ hrs}$
$t.r. = 1.0 \min/\mu m$	t.r. = 4.1 min/µm	t.r. = 6.7 min/µm

Tabla II. Sistema cubierto, tiempos en que la fibra fue disuelta para las distintas pruebas.

Para las concentraciones de HF disponibles se obtuvo el tiempo que en promedio le toma el disolver la fibra cuando el calor y gases que resultan de la reacción se limitan en un volumen pequeño. El tiempo promedio obtenido para las concentraciones al 40% y 20% fueron acordes a los estimados con los experimentos de la sección anterior. Los resultados indicaron que al emplear 2.0 ml de HF en lugar de 14.1 ml se obtienen tiempos similares para disolver la fibra, corroborando que no es un factor determinante la cantidad de

solución empleada. Se obtuvo con los experimentos con HF al 10% el tiempo requerido para disolver la fibra.

IV.1.2.3 Sistema descubierto

En este sistema se omitió el cubrir la zona con el HF (figura 25). Para el sistema empleado los tiempos para los cuales se diluyó la fibra y la tasa de remoción (t.r.) para cada concentración se muestran en la tabla III.

Los tiempos promediados para cada concentración fueron mayores respecto al arreglo anterior indicando que para una misma cantidad de solución la temperatura es importante al momento de disolver la fibra. Este hecho corrobora las recomendaciones hechas por un investigador del departamento de Ciencias de la Tierra del CICESE concernientes a calentar y mantener constante la temperatura del ácido durante los experimentos. En la experiencia personal de esté investigador, evaporando HF y diluyendo cristales de rocas con soluciones de HF ha observado que el proceso se acelera hasta en ~40% cuando la temperatura del HF permanece constante y por encima de la temperatura ambiente durante los experimentos (Weber, com. pers.)

40%	20%	10%
~120.00 min	~332.30 min	543.70
~121.50 min	~327.50 min	
~127.50 min	~337.50 min	
$\bar{t} = 123.00 \text{ min}$	$\bar{t} = 332.43 \text{ min}$	$t = 543.70 \min$
$\bar{t} = 2:03:00 \text{ hrs}$	$\bar{t} = 5:32:26$ hrs	t = 9:03:42 hrs
$t.r. = 2.0 \min/\mu m$	t.r. = 5.3 min/µm	t.r. = 8.7 min/µm

Tabla III. Sistema descubierto, tiempos en que la fibra fue disuelta para las distintas pruebas.

Es importante limpiar a fondo con agua desmineralizada el recipiente de teflón antes de cada experimento ya que los depósitos insolubles inhiben la acción del HF sobre la fibra (Rendon, com. pers.)



Figura 41. Depósitos insolubles sobre la superficie rebajada en fibras (franja central) después 184.4 min en HF al 20%, primera prueba (izq.), segunda prueba (der.)

Los resultados obtenidos hasta este punto confirmaron lo siguiente:

- La temperatura es un factor que afecta en gran medida la velocidad de la reacción.
- Los gases desprendidos por la reacción dañan el forro plástico, observándose daños mayores a mayor concentración de HF empleada.
- La correcta limpieza a fondo de los recipientes con agua desmineralizada permite obtener resultados en tiempo similares a un mismo volumen de una misma concentración.

IV.1.2.4 Monitoreo en tiempo real

Sin problemas en la línea eléctrica durante los experimentos se observó que los máximos locales durante la caída en la potencia transmitida son parte del proceso. Según datos publicados (Markos et al. 2003), las oscilaciones locales durante la caída de potencia ocurren cuando la luz alcanza la región ahusada de la fibra, la transición no adiabática acopla parte de la potencia a los modos de cubierta y a los modos de radiación. Debido a que la distribución de potencia para los modos de cubierta y radiación no está concentrada en la región del núcleo, un poco de sus potencias es re-acoplada en el núcleo aún sin ahusar de la fibra.



Figura 42. Curva de referencia para caída de potencia obtenida con HF al 20%, monitoreada durante 3:24:25 hrs.

En la sección anterior se obtuvo para HF al 10% que t.r. = 8.7 min/ μ m (ver tabla III). En dos de los casos monitoreados se utilizaron fibras rebajadas 20.96 μ m, obteniéndose entonces que el tiempo requerido para disolverlas fue de 361.40 min.



Figura 43. Curva para caída en potencia a cero en HF al 10%, monitoreada durante 6:00:09 hrs.

La figura 43 corresponde a una de las muestras rebajadas 20.96 μ m. El monitoreo se realizó de principio a fin hasta que la potencia detectada fue prácticamente cero. Las diferencias con la curva de referencia al principio de la prueba (primeros 120 minutos) son resultado de un mal contacto en los conectores temporales empleados. No obstante, el tiempo fue prácticamente el mismo que el calculado (361.40 minutos).



Figura 44. Curva para caída en potencia al 20% en HF al 10%, monitoreada durante 5:54:01 hrs.

La figura 44 corresponde a la segunda muestra rebajada 20.96 µm. Se detuvo la prueba al caer la potencia al 20%. En estos resultados, tomando en cuenta para la caída de potencia (del 95% al 20% para ambos casos) el coeficiente de Pearson; 0.81 (1er. muestra) y 0.92 (2da. muestra), solo el tiempo de la segunda muestra tiende al valor calculado. Con base en el tiempo medido para la primera muestra y la tendencia para la segunda, podemos afirmar que el método empleado para los cálculos de la distancia rebajada a las fibras es confiable. Un resultado importante fue el confirmar que el usar una menor cantidad de solución (2.0 ml en lugar de 14.1 ml) solamente aumentó el tiempo que le tomó al HF disolver la fibra. Por lo tanto, la cantidad de reactivo limitante es un factor preponderante.

En los experimentos donde se intentó el acceso al núcleo de la fibra (caída de potencia al 90% y 65%), la fragilidad de las fibras en la zona ahusada, aunado a su longitud, impidió obtener imágenes al microscopio de las mismas.

Sin embargo, según datos publicados (López-Higuera, 2002), la dilución por HF para el núcleo es de cuatro a seis veces más rápida que para la cubierta, como puede observarse al comparar las curvas mostradas para cada concentración los tiempos obtenidos durante la disolución del núcleo de la fibra. Además, otros reportes indican que incluso con una tasa de ahusado razonablemente lenta no es posible saber el tiempo exacto que se requiere para producir un perfil particular debido al hecho de que las fibras varían de un lote a otro y la tasa de remoción depende de una variedad de parámetros tales como la concentración del ácido, temperatura, humedad, dopado del vidrio (Markos et al. 2003). Todos los factores mencionados, junto con los resultados obtenidos indican que los tiempos de tratamiento esperados pueden variar mucho, siendo necesario utilizar un monitoreo en tiempo real del cambio en la fase de la señal para llegar a un valor deseable del grueso de la cubierta.

IV.2 Grabado de FBG y pruebas de estabilidad en el sistema

El método usado al grabar las FBG mejoró la razón señal a ruido en la FFT de la señal (figura 30 y figura 45(b)) permitiendo al procesar las señales, observar los cambios debidos al barrido espectral, temperatura ambiente y al SRI. Por otra parte, al mejorarse el traslape espectral entre los espectros de las rejillas grabadas se redujo significativamente la variación temporal tanto en los valores de las frecuencias de resonancia (figura 46), como en las amplitudes de los picos de resonancia (figura 47) de las señales usadas para monitorear la estabilidad del sistema al ahusar la fibra.



Figura 45. Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras con tres FBG al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG.

En los resultados de las señales procesadas para las primeras FBG grabadas se presentaron los siguientes inconvenientes:

- Razón señal a ruido menor a 15 dB para la FFT de la señal.
- Deficiente traslape espectral entre los espectros de las rejillas grabadas.
- Variación temporal de la frecuencia de resonancia para las señales procesadas antes del cambo en la fase en la señal inducido por el desbaste.

En consecuencia, los resultados de las señales procesadas para las primeras FBG grabadas, usadas en las pruebas de estabilidad en el sistema en que se ahusó la fibra con 0.5 ml de HF (figura 31, figura 36) no permitieron observar de forma clara cambios en la fase debidos al cambio en el SRI (figura 48(a)), por ello, para registrar cambios en la fase de la señal del interferómetro afectado por el SRI se modifico la metodología original usada en el proceso de grabación de las FBG.

La figura 45(a) presenta dos de los inconvenientes antes mecionados, los cuales contrastan con la figura 45(b) que presenta el resultado de FBG grabadas usando el método modificado para el grabado de las FBG.

Durante la grabación de las FBG, mediante el monitoreo espectral en tiempo real se logró grabar una primer rejilla con un valor de reflectancia ~0.5%. Esto permitió obtener en la FFT de la señal una razón señal a ruido mayor a 30 dB para la frecuencia de resonancia del primer resonador. Mediante el monitoreo en tiempo real (por barrido espectral del láser DBF) se logró, usando la FFT de la señal, que la diferencia más pequeña entre las amplitudes para el primer y segundo interferómetro fuera menor a 2 dB durante la grabación de la tercer FBG (figura 30). Finalizada la grabación y estando la fibra relajada, la diferencia entre las mismas amplitudes fue menor a 5 dB (figura 45(b)) lográndose con este método grabar rejillas con un valor de reflectancia similar.

Usando FBG grabadas con mejoras en el proceso, se obtuvo en promedio un tiempo para disolver el núcleo mayor en una hora al usar 0.5 ml de HF en lugar de 2.0 ml para las señales procesadas usando 2 FBG (figura 31) y 3 FBG (figura 36). Tal como se esperaba, el resultado más importante de las mejoras en la grabación de las FBG fue el observar de manera más clara, al usar 3 FBG, independencia en la fase de las señales procesadas del primer interferómetro respecto a las fases del segundo y tercero.


Figura 46. Cambios temporales en la frecuencia de resonancia de cada interferómetro (3 FBG) obtenidos al monitorear la inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG la inestabilidad del sistema es evidente, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 47. Evolución temporal de la amplitud del pico de resonancia de cada interferómetro (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 48. Evolución temporal de la fase del pico de resonancia de cada interferómetro (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) antes de mejorar el grabado de las FBG, (b) con las mejoras en el grabado de las FBG. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.

En la figura 46, figura 47 y figura 48 las curvas corresponden al primer interferómetro (**I**), segundo (**II**) y tercero (**III**). En ambos casos el tiempo en que el HF disolvió el núcleo de la fibra fue prácticamente el mismo, como se observa en los cambios alrededor de la muestra 7000 para ambos experimentos, siendo más evidente en las curvas correspondientes a la utilización de rejillas grabadas con mejoras en el proceso (figura 46(b), figura 47(b) y figura 48(b)).

En la figura 48(b) la variación en la señal se atribuye al calor desprendido por la reacción, la variación es más fuerte al inicio del experimento por lo mismo después de pasar una hora de iniciado el experimento (1070 muestras) son observables las variaciones encerradas en óvalos. Estas variaciones no son ruido estrictamente hablando, aparecen debido a variaciones de temperatura ambiente, o bien, a variación en el punto inicial del barrido del láser; debido a que las distancias entre rejillas son diferentes puede realizarse una compensación restando la fase de la señal del primer interferómetro de las fases del segundo y tercer interferómetros mediante diferentes coeficientes de proporción para las separaciones entre las rejillas, debido a que el primer interferómetro actúa como compensador de cambios en temperatura ambiente y/o barrido.

Con base en la figura 19 tendremos para las separaciones entre rejillas que

$$K_{12} \approx \frac{d_{23}}{d_{12}},$$
 (45)

$$K_{13} \approx \frac{d_{12} + d_{23}}{d_{12}} \approx 1 + K_{12},$$
 (46)

así,

$$\varphi_{2,corregida} = \varphi_2 - K_{12}\varphi_1, \tag{47}$$

$$\varphi_{3,corregida} = \varphi_3 - K_{13}\varphi_1. \tag{48}$$

En nuestro caso a partir de la plantilla utilizada para marcar en la fibra la posición de las rejillas a grabar tenemos que: $d_{12} = 5.0 \pm 0.1$ cm y $d_{23} = 10.0 \pm 0.1$ cm. El resultado de aplicar el coeficiente adecuado a los datos de la figura 48(b) se presenta en la figura 49(b) en la que las variaciones de temperatura ambiente, o bien, del punto inicial del barrido del láser han sido compensadas en las señales (II) y (III), mientras que en la figura 50 se presenta un acercamiento a un grupo de muestras sin la compensación (figura 50(a)) y con una salida estable con menor ruido después de la compensación aplicada (figura 50(b)).



Figura 49. Evolución temporal de la fase del pico de resonancia de cada interferómetro (3 FBG) al monitorear la posible inestabilidad del equipo de interrogación, (a) sin compensar cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente, (b) después de compensar los cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 50. Evolución temporal de la fase del pico de resonancia en un grupo de muestras de cada interferómetro (3 FBG), (a) sin compensar cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente, (b) después de compensar los cambios por temperatura e inestabilidad de la fuente. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.

No obstante que al mejorar el grabado de las FBG los resultados de las señales procesadas presentan una distribución más compacta; como puede apreciarse en las figuras 46, 47 y 48, el usar una señal interferométrica tiene en sí mismo el inconveniente relacionado con los cambios en la fase de la señal (problema de $\pm N2\pi$), por ello en la figura 48(b) los saltos en el periodo por cambios graduales en la fase debidos al HF fueron compensados en su mayoría para la zona entre líneas (muestras 7200-7800). La zona entre líneas corresponde a la caída en la amplitud de la señal para el segundo interferómetro desde ~95% hasta llegar a ~2% (figura 47(b)). El fuerte cambio en la frecuencia del segundo interferómetro (figura 46(b)) después de la muestra 7800 indica que el HF disolvió el núcleo. Tomando en cuenta la escasa potencia registrada para dichas muestras y el promedio de muestras registradas por hora (1070 muestras), se tiene que en este caso particular le tomó \approx 7 hrs 18 min al HF alcanzar el núcleo hasta disolverlo (en la zona rebajada de la fibra). Le toma una hora más cuando se usa 0.5 ml de HF en lugar de 2.0 ml.

Con el método original implementado para grabar las FBG se mejoró la razón señal a ruido, se obtuvo una diferencia mayor a 30 dB para la amplitud máxima en la FFT de la señal muestreada del primer interferómetro, respecto al nivel promedio del ruido. También permitió mejorar la diferencia de amplitudes entre la FFT del primer y segundo interferómetro al momento de grabar las FBG, logrando una diferencia menor a 2 dB. En consecuencia la mejora en la señal permitió, a partir de las señales procesadas, compensar las variaciones de temperatura ambiente, y lo más importante, registrar cambios en la fase de la señal debidos al SRI.

IV.3 Obtención de la cabeza sensora y cambios en el SRI

En la obtención de la cabeza sensora las señales procesadas mostraron para las amplitudes correspondientes al segundo (II) y tercero (III) interferómetros un valor inferior al esperado, después de neutralizar el ácido con agua desmineralizada (figura 52). La poca efectividad del agua se debió seguramente al tiempo transcurrido desde su desmineralización hasta su aplicación en este experimento (mayor a 15 días). La fragilidad de la fibra no permitió un secado a fondo con el papel absorbente utilizado para retirar la solución presente en la zona ahusada por lo mismo se debieron dejar secar al aire libre los

residuos que no fueron removidos, lo cual seguramente contribuyó por varios minutos más a que el HF continuará ahusando la fibra.



Figura 51. Frecuencia de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con 0.5 ml de HF al 10%. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 52. Amplitud de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con 0.5 ml de HF al 10%. Cada muestra es el resultado de un espectro de reflexión procesado.



Figura 53. Fase de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con HF al 10%. Cada muestra representa un espectro grabado.



Figura 54. Fase de la señal procesada al ahusar la fibra sin destruirla con HF al 10% reconstruida y compensada en cambios por temperatura y barrido. Cada muestra representa un espectro grabado.



Figura 55. Espectro en el tiempo y FFT del mismo para una de las muestras tomadas durante el monitoreo para obtener la cabeza sensora, (a) antes de neutralizar el ácido, (b) durante la neutralización del ácido.



Figura 56. Frecuencia de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI.



Figura 57. Amplitud de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI.



Figura 58. Fase de la señal procesada para la estabilidad del sistema antes de iniciar mediciones de cambios en el SRI.

Un posterior monitoreo de estabilidad en el sistema mostró la amplitud final alcanzada en las señales procesadas (figura 56), presentando una buena estabilidad de la cabeza sensora tanto en frecuencia (figura 55) como en fase (figura 57). Al neutralizar el ácido aparecieron en la FFT de la señal resonancias espurias que dificultaron compensar el periodo en la fase de las señales procesadas, estas resonancias aparecen en los picos de los tres interferómetros (figura 55(b)) y suponemos son producto de una posible inestabilidad en el barrido, puesto que el nivel de amplitud para el primer interferómetro (I) se mantiene a lo largo del experimento (figura 52). Sin embargo empleando los resultados de experimentos con semejantes condiciones se pudo reconstruir la curva en esta zona (figura 54) y con ello corregir la tendencia en la fase al final de la prueba, aplicando entonces la correspondiente compensación en las señales de los interferómetros (II) y (III); exceptuando desde luego la zona reconstruida con los datos del otro experimento.

La sensibilidad de la cabeza sensora se estimó tomando la razón entre el cambio en el RIU cuando el índice de refracción del HF (1.37) remplaza al de la cubierta (1.47)

durante el ahusado sobre el cambio en el valor en la fase registrado para el segundo interferómetro a lo largo de la prueba (10 rad), así la sensibilidad estimada es 100 rad/RIU. Para la resolución tomamos la razón entre el menor cambio registrado en la fase de la señal del segundo interferómetro para cinco muestras (0.01 rad) entre la sensibilidad estimada (100 rad/ RIU), así la resolución que puede ser alcanzada por este sensor es de hasta 10⁻⁴.

La minuciosidad requerida para elaborar la cabeza sensora desde el rebajado de la fibra hasta el ahusado de la misma con HF; pasando por el grabado de las FBG, nos llevó a realizar con esta cabeza sensora las mediciones de cambios en el SRI apoyados en los resultados en la prueba de estabilidad que indicaron una buena razón señal a ruido y estabilidad en la frecuencia, amplitud y fase de las señales correspondientes a cada interferómetro.



Figura 59. Fase de la señal procesada para cambios en el SRI debidos a alcohol.

Durante las mediciones realizadas los valores de las frecuencias de los picos se mantuvieron prácticamente constantes, sin embargo a pesar de que cada sustancia presentó un cambio de fase diferente en las señales procesadas, la cuantificación de estos cambios no pudo precisarse debido a que cada muestra tarda ≈ 3.3 s en ser registrada, razón por la cual

los cambios rápidos en la fase no pueden ser seguidos de forma correcta con este sistema de monitoreo. Por lo mismo el número de periodos en que la fase cambia no puede ser determinado.

La figura 59 presenta las señales procesadas para los cambios en la fase por la presencia de alcohol isopropílico (índice de refracción 1.38), la zona marcada con un óvalo presenta un cambio de fase que no se presenta en el primer interferómetro y es menor en el tercero, consecuencia de los problemas en el seguimiento de los cambios en la fase antes mencionados.



Figura 60. Frecuencia de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol.



Figura 61. Amplitud de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol.



Figura 62. Fase de la señal procesada para cambios en el SRI por glicerina, glicerina con agua y alcohol.

En las sustancias empleadas los índices de refracción fueron; 1.38 para el alcohol isopropílico, 1.47 de la glicerina comercial, 1.37 de la glicerina comercial al 33% (0.5 ml de glicerina comercial + 1.0 ml de agua) y \approx 1.0 para el sensor en aire. Con respecto al sensor en aire las diferencias de índices de refracción fueron de 0.38 para el alcohol, 0.47 para la glicerina comercial y 0.10 entre la glicerina comercial y al 33%.

Con la glicerina comercial tenemos que en la figura 62 los cambios de periodo compensados en la fase del segundo y tercer interferómetro presentan una buena correlación, sin embargo las amplitudes correspondientes (figura 61) indican un aumento en la amplitud (zona entre líneas discontinuas). Tomando en cuenta la diferencia entre las amplitudes del primer interferómetro respecto al segundo y tercero (mayor a 10 dB) debemos considerar que durante el proceso seguido para obtener la cabeza sensora, el ácido alcanzó el núcleo de la fibra, con lo cual la geometría final de la guía es compleja y difícil de determinar. La baja concentración de ácido en la solución (HF al 10%) ayuda a la aparición en la fibra de microfracturas e irregularidades que pueden influenciar por esparcimiento y reflexión, la amplitud de la señal. Con base en los cambios registrados para la amplitud y fase correspondientes a la glicerina comercial podemos suponer que ésta "cura" el núcleo de la fibra. Sin embargo se requiere de un análisis más amplio para justificar el aumento en la amplitud con la glicerina.

Los resultados obtenidos con la cabeza sensora desarrollada permitieron corroborar la posibilidad de sensar cambios en el SRI, a pesar de que algunos de los resultados suponen haber rebasado la zona de campo evanescente de la fibra, lo que resulta en una geometría compleja de la guía. Debido a que la observación directa del acabado es complicada por la fragilidad mecánica de la cabeza sensora, la determinación del momento en que el HF alcanza la zona de campo evanescente de la fibra con el método de monitoreo empleado requiere de más pruebas y un detallado análisis de los resultados que involucren el encontrar una correlación entre el cambio en la fase de la señal y los correspondientes cambios en la amplitud, después de compensarse las variaciones por temperatura y estabilidad de la fuente durante el experimento. El sistema sensor desarrollado podría actuar como un sensor por absorción de campo evanescente basado en la modulación de la intensidad, al explotar la interacción entre el campo evanescente penetrando el medio absorbente presente en la región sensible (Khijwania & Gupta, 1999). Para ello debe abatirse la diafonía por presión mecánica originada por la reducción en el diámetro de la fibra en la región sensible. También puede emplearse para medir cambios relativos del índice de refracción que sean lentos, e. g., cambios en la salinidad a partir de un valor de referencia, al tener la ventaja de compensar cambios por temperatura ambiente e inestabilidad en el equipo empleado.

V Conclusiones

El objetivo principal del presente trabajo fue el desarrollar e investigar un refractómetro interferométrico de fibra óptica basado en los interferómetros formados por tres rejillas de Bragg con una zona de interacción con el campo evanescente entre dos de las rejillas de Bragg, mientras que la señal del interferómetro sin acceso al campo evanescente se utiliza como referencia a cambios relacionados a la inestabilidad de la fuente de luz empleada y los debidos a variaciones en la temperatura ambiente.

El desarrollo se basó en el desgaste mecánico de la fibra SMF-28, para luego controlar la distancia al núcleo de la fibra por ahusado con HF en la zona entre dos de las tres FBG de la fibra empleada. Finalmente se sensaron cambios en el SRI a través de los cambios en las fases de las señales demoduladas por FFT a partir de la señal de interferencia obtenida por barrido espectral.

Para rebajar mecánicamente la fibra se desarrolló una técnica original al interior del CICESE para obtener el perfil D en la fibra óptica SMF-28, aunque solo se pudieron rebajar en promedio, 20.0 μ m a la cubierta de las fibras; incluso al emplear calibres más delgados, los resultados que se obtienen con esta técnica son repetibles y consistentes. Por otra parte, se observó que la calidad del terminado de la superficie depende siempre en mayor medida de la limpieza antes de continuar el desbaste cuando se cambia de tamaño de la alúmina para desbastar.

Se concluyó que de continuar empleando esta técnica solo restaría mejorar la sujeción de la fibra y calibres al sustrato. En caso contrario pueden utilizarse los calibres para elaborar una matriz con algún material adecuado. En ambos casos se logrará rebajar más las fibras y reducir con ello el tiempo de procesamiento con HF, además de todos los riesgos a la salud que ello conlleva.

Al ahusar la fibra se ensayaron varias configuraciones con HF (40%, 20% o 10%) que permitieron verificar que el resultado no es reproducible ya que la tasa de remoción depende de una variedad de parámetros tales como la concentración del ácido, la temperatura, la humedad, el dopado del vidrio (Markos et al. 2003) y así mismo del volumen en que son contenidos el calor y vapor producidos durante la reacción. Se observó además que los gases desprendidos por la reacción dañan el polímero de la fibra, con daños

mayores a mayor concentración de HF empleado. Se observó que, independientemente de la concentración de HF empleada al ahusar la fibra, aparecen, al monitorear la caída en la potencia transmitida, oscilaciones que según datos publicados (Markos et al. 2003) ocurren cuando la luz alcanza la región ahusada de la fibra; la transición no adiabática acopla parte de la potencia a los modos de cubierta y a los modos de radiación. Debido a que la distribución en la potencia para los modos de cubierta y radiación no está concentrada en la región del núcleo, un poco de sus potencias se reacopla al núcleo aún sin que la fibra se haya disuelto en su totalidad.

Se concluyó con base en los resultados obtenidos que: los tiempos de tratamiento esperados pueden variar mucho haciendo necesario utilizar un monitoreo en tiempo real del cambio en la fase de la señal para llegar a un valor deseable del grueso de la cubierta; que en 0.5 ml de HF al 10% hay suficiente reactivo limitante para ahusar 1.0 cm de fibra SMF-28 con 20 µm de su cubierta previamente rebajada mecánicamente; que está concentración comprometería menos la integridad mecánica de la fibra una vez ahusada, respecto a las otras concentraciones disponibles; y que la tasa de remoción sería ligeramente más baja que al usar 2.0 ml.

Importante es recalcar que los riesgos en el manejo del HF son independientes de la cantidad de solución empleada debiendo procurarse siempre trabajar bajo una campana de extracción encendida.

No obstante que las rejillas de Bragg en fibra son el resultado de un proceso no lineal; por lo mismo el obtener rejillas idénticas es en la práctica imposible, con el método de monitoreo en tiempo real por barrido espectral se grabaron rejillas con reflectancias semejantes, al obtener una diferencia de amplitudes en los picos de resonancia menor a 2 dB durante la grabación de las FBG. Adicionalmente se mejoró la razón señal a ruido (mayor a 30 dB). Inclusive teniendo en cuenta que la FFT es un promedio de señales senoidales, las posiciones de los picos resonantes, valores de amplitudes y fases durante el monitoreo de estabilidad del sistema tuvieron una distribución más compacta.

En consecuencia el monitoreo de cambios en la fase de las señales muestreadas se mejoró permitiéndose registrar cambios debidos a variaciones en la temperatura, inestabilidad de la fuente, en la presión ejercida sobre la fibra, así como en el índice circundante; especialmente cuando se tiene acceso a la zona de campo evanescente de la fibra.

Con base en los resultados registrados antes y después de usar el método original para monitorear el grabado de las FBG se concluye que el resultado de las mejoras resultado introducidas al método original usado para grabar las FBG facilitan registrar con más claridad los cambios en la fase de la señal; por ello cuando se usan 3 FBG el cambio en la fase debido al cambio en el SRI puede ser compensado de los ocasionados por la temperatura e inestabilidad de la fuente.

Los cambios en la fase de la señal durante la caída en la potencia al ahusar la fibra con HF están relacionados al reacoplamiento de la señal conforme la geometría de la guía se va cambiando, puesto que, según la teoría de índice de refracción efectivo al cambiar la geometría de la guía la constante de propagación de los modos en el núcleo cambia al igual que cambia al variar el índice de refracción del sustrato y/o de la cubierta de la guía (Yariv & Yeh, 2007) (Iadicicco et al., 2005). Tomando en cuenta que las señales procesadas estuvieron condicionadas por el intervalo de tiempo entre cada señal tomada (≈3.3 s por muestra) y con base en los pequeños cambios presentados en la fase de la señal del primer interferómetro, podemos concluir que los cambios registrados en la fase de las señales del segundo y tercer interferómetro son debidos al cambio del índice de refracción circundante, presente en la zona de campo evanescente de la fibra y al cambio en la geometría de la misma por efectos del HF al momento del ahusado.

La condición del tiempo entre muestras registradas impidió en la mayoría de los casos determinar el número de periodos en que cambia la fase en las señales afectadas por cambios en el SRI. Por lo mismo, para las señales procesadas los resultados fueron inconsistentes cuando se puso alcohol isopropílico, glicerina comercial y glicerina comercial con agua sobre la cabeza sensora. Sin embargo, con base en los resultados de las pruebas de ahusado con HF podemos concluir que es posible seguir cambios lentos en el SRI con esta configuración.

Los cambios registrados por la cabeza sensora con la glicerina comercial nos hacen concluir que debemos considerar que durante el proceso seguido para obtener la cabeza sensora, el ácido alcanzó el núcleo de la fibra, con lo cual la geometría final de la guía es compleja y difícil de determinar. La baja concentración de ácido en la solución (HF al 10%) ayuda a la aparición de microfracturas e irregularidades en la fibra que pueden influenciar la amplitud de la señal por esparcimiento y reflexión. Con base en los cambios registrados para la amplitud y fase correspondientes a la glicerina comercial podemos suponer que ésta "cura" el núcleo de microfracturas y ausencia de material, debido a su valor de índice de refracción muy similar al del núcleo de la fibra. Sin embargo se requiere de un análisis más amplio para justificar el aumento en la amplitud con la glicerina, teniendo en cuenta que no ocurrió algo similar con el líquido igualador de índice (figura 37).

Finalmente tenemos que durante el desarrollo del presente trabajo se investigó un refractómetro interferométrico de fibra óptica basado en los interferómetros formados por tres rejillas de Bragg, donde se considera que la zona de interacción con el campo evanescente entre dos de las rejillas de Bragg fue rebasada. Se desarrolló una técnica para accesar al campo evanescente del modo fundamental de fibra óptica estándar Corning SMF-28. Pulido mecánico de la cubierta de la fibra seguido de ahusado químico con monitoreo simultaneo en tiempo real de las amplitudes y fases de la señal proveyó resultados consistentes y repetibles. Debido al uso como fuente de luz de un diodo láser DFB con barrido en longitud de onda por modulación de temperatura. La influencia en las mediciones por baja repetitividad del barrido en longitud de onda fue compensada por un procesamiento adecuado de las señales empleando la señal del interferómetro de referencia. Los resultados experimentales indican que la sensibilidad del sensor se acerca a 100 rad/RIU y una resolución de 10⁻⁴ puede ser obtenida usando un aparato de interrogación simple y de bajo costo. Este refractómetro puede ser útil para monitorear pequeñas variaciones del índice de refracción en líquidos.

V.1 Trabajo futuro

Ampliar el intervalo de medición mediante un estudio que conjunte los cambios en la fase y amplitud de la señal del segundo interferómetro, al relacionarlos a los cambios en el índice de refracción.

Optimizar los parámetros del sensor, investigando a detalle los cambios en la fase y amplitud de las señales durante el ahusado con HF para precisar el momento en que se accede al campo evanescente del modo fundamental. Realizar un estudio de la atenuación en la potencia óptica de la señal del segundo interferómetro para con ello determinar concentraciones de fluidos absorbentes.

Siendo un trabajo novedoso al interior del CICESE la técnica desarrollada para rebajar la fibra SMF-28, queda como trabajo posterior el mejorar la técnica de desbaste. Futuras mejoras en la sujeción de las fibras y calibres al sustrato permitirán rebajar más las fibras implicando un menor tiempo de procesamiento con HF y una disminución de los riesgos que ello conlleva. La meta deseable será lograr rebajar al menos 45.0 µm de la cubierta, lo que permitirá comprometer menos la integridad mecánica de las fibras y con ello, estimar por medios directos la distancia final al núcleo después del ahusado con HF, e. g., observando la fibra a través de un microscopio por contraste de fases.

Otra alternativa es emplear los calibres en la fabricación de una matriz para desbaste a la medida, que permita aumentar la cantidad de material desbastado, reduciendo el tiempo de procesado con HF y facilitando el manejo de la fibra ahusada al comprometer muy poco su estabilidad mecánica.

Un punto importante a mejorar es el monitoreo por barrido espectral, usar una fuente que no deba ser controlada en temperatura permitirá reducir los tiempos de muestreo, mejorando el tiempo de respuesta a los cambios en la fase debidos al SRI de la fibra.

Este sensor desarrollado puede, a futuro, servir para medir cambios relativos en el índice de refracción; e. g., cambios en la salinidad a partir de un valor de referencia, puesto que pueden compensarse cambios por temperatura ambiente e inestabilidad en el equipo empleado.

Referencias

- Allinger, N. L., M. P. Cava. 1979. Química orgánica. Reverté. Primera edición. Barcelona. 1476 p.
- Caucheteur, Ch., P. Mégret, A. Cusano. 2009. Tilted Bragg grating multipoint sensor based on wavelength-gated cladding-modes coupling. Applied Optics. 48(20):3915-20.
- Chan, Ch., Ch. Chen, A. Jafari, A. Laronche, D. J. Thomson, J. Albert. 2007. Optical fiber refractometer using narrowband cladding-mode resonance shifts. Applied Optics. 46(7):1142-9.
- Chryssis, A. N., S. M. Lee, S. B. Lee, S. S. Saini, M. Dagenais. 2005. High sensitivity evanescent field fiber Bragg grating sensor. IEEE Photonics Technology Letters. 17(6):1253-55.
- Connors, K. A. 1981. Curso de análisis farmacéutico. Reverté. Primera edición. Barcelona. 678 p.
- Coote, J., S. Reddy, S. J. Sweeney. 2007. Optimisation of distributed feedback laser biosensors. Optoelectronics, IET. 1(6):266-71.
- Cornejo Rodríguez, A. y G. Urcid Serrano. 2006. Óptica Geométrica, Resumen de Conceptos y Fórmulas. INAOE. Segunda edición. Tonanzintla. 73 p.
- Corning Incorporated. 2001. Mode-Field Diameter, Measurement Method. Corning Incorporated. Corning. MM16:1-4p.
- Corning Incorporated. 2007. Corning SMF-28e Optical fiber, product information. Corning Incorporated. Corning. PI1344:1-4.
- Cusano, A., A. Cutolo, M. Giordano. 2008. Fiber Bragg gratings evanescent wave sensors: A view back and recent advancements. En: Mukhopadhyay, S. C., R. Y. M. Huang. Sensors. Springer-Verlag. Berlin. 40 p.
- Deng, M., Ch. Tang, T. Zhu, Y. Rao, L. Xu, M. Han. 2010. Refractive index measurement using photonic crystal fiber-based Fabry–Perot interferometer. Applied Optics. 49(9):1593-98.
- Frazão, O., J. M. Baptista, J. L. Santos, J. Kobelke, K. Schuster. 2009. Refractive index tip sensor based on Fabry-Pérot cavities formed by a suspended core fibre. J. Europ. Opt. Soc. Rap. Public. 4(09041):1-4.

- Frazão, O., P. Caldas, J. L. Santos, P. V. S. Marques, C. Turck, D. J. Lougnot, O. Soppera. 2009. Fabry–Perot refractometer based on an end-of-fiber polymer tip. Optics Letters. 34(16):2474-6.
- Gaston, A., I. Lozano, F. Perez, F. Auza, J. Sevilla. 2003. Evanescent Wave Optical-Fiber Sensing (Temperature, Relative Humidity, and pH Sensors). IEEE Sensors Journal. 3(6):806-11.
- Guo, T., H. Tam, P. A. Krug, J. Albert. 2009. Reflective tilted fiber Bragg grating refractometer based on strong cladding to core recoupling. Opt. Express. 17(7):5736-42.
- Gusken, E., R. Estombelo-Montesco, K. Raizer, R. T. Takeishi, H. G. E. de Souza, B. M. Meirelles, M. T. M. Rodrigues, C. E. V. Rossell, C. K. Suzuki. 2009. Quality and productivity improvements of Bioethanol production by using an on-line optical fiber sensor system. CORI. UNICAMP [En línea]. 2009. http://www.cori.unicamp.br/centenario2008/2007/completos/b21%20-%20quality%20and%20productivity%20improvements%20of%20bioethanol%20production%20by%20using%20AN%20on-line%20optical%20fiber%20sensor%20system.pdf. Accedido: 25/05/2009.
- Han, M., F. Guo, Y. Lu. 2010. Optical fiber refractometer based on cladding-mode Bragg grating. optics Letters. 35(3):399-401.
- Hernáez, M., I. Del Villar, C. R. Zamarreño, F. J. Arregui, I. R. Matias. 2010. Optical fiber refractometers based on lossy mode resonances supported by TiO2 coatings. Applied Optics. 49(20):3980-85.
- Iadicicco, A., A. Cusano, S. Campopiano, A. Cutolo, M. 2005. Thinned Fiber Bragg Gratings as Refractive Index Sensors. IEEE Sensors Journal. 5(6):1288-95.
- Jha, R., J. Villatoro, G. Badenes, V. Pruneri. 2009. Refractometry based on a photonic crystal fiber interferometer. Optics Letters. 34(5):617-9.
- Khijwania, S. K., B. D. Gupta, 1999. Fiber optic evanescent field absorption sensor: Effect of fiber parameters and geometry of the probe. Optical and Quantum Electronics 31: 625-36.
- Laffont, G. y P. Ferdinand. 2001. Tilted short-period fibre Bragg grating induced coupling to cladding modes for accurate refractometry. Meas. Sci. Tech. 12(7):765-70 p.
- Levitt, B. P. 1979. Química física práctica de Findlay. Reverté. Novena edición. Barcelona. 494 p.
- López-Higuera, J. M. 2002. Handbook of optical fibre sensing technology. John Wiley & Sons. Primera Edición. New York. 795 p.

- Markos, D. J., B. L. Ipson, K. H. Smith, S. M. Schultz, R. H. Selfridge, T. D. Monte, R. B. Dyott, G. Miller. 2003. Controlled Core Removal from a D-Shaped Optical Fiber. Applied Optics. 42(36):7121-25.
- Martelli, C., J. Canning, M. Kristensen, N. Groothoff. 2007. Refractive Index Measurement within a Photonic Crystal Fibre Based on Short Wavelength Diffraction, Sensors. 7:2492-98.
- Mosquera, L., D. Sáez-Rodriguez, J. L. Cruz, M. V. Andrés. 2010. In-fiber Fabry–Perot refractometer assisted by a long-period grating. Optics Letters. 35(4):613-5.
- Olsen, E. D. 1990. Métodos ópticos de análisis. Reverté. Primera edición. Barcelona. 678 p.
- Paladino, D., A. Iadicicco, S. Campopiano, A. Cusano. 2009. Not-lithographic fabrication of micro-structured fiber Bragg gratings evanescent wave sensors. Opt. Express. 17(2):1042-54.
- Patrick, H. J., A. D. Kersey, F. Bucholtz. 1998. Analysis of the Response of Long Period Fiber Gratings to External Index of Refraction. Lightwave Tech. 16(9):1606-12.
- Ran, Z. L., Y. J. Rao, W. J. Liu, X. Liao, K. S. Chiang. 2008. Laser-micromachined Fabry-Perot optical fiber tip sensor for high-resolution temperature independent measurement of refractive index. Opt. Express. 16(11):2252-63.
- Ran, Z., Y. Rao, J. Zhang, L., Z. Liu, B. Xu. 2009. A Miniature Fiber-Optic Refractive-Index Sensor Based on Laser-Machined Fabry-Perot Interferometer Tip. Journal of Lightwave Technology. 27(23):5426-29.
- Rindorf, L., O. Bang. 2008. Highly sensitive refractometer with a photonic-crystal-fiber long-period grating. Optics Letters. 33(6):563-5.
- Shao, L., Y. Shevchenko, J. Albert. 2010. Intrinsic temperature sensitivity of tilted fiber Bragg grating based surface plasmon resonance sensors. Optics Express. 18(11):11464-71.
- Shlyagin, M. G., R. Martínez Manuel, O. Esteban. 2009. Wide range refractive index sensor using a twin-grating interferometer for intensity reference. Proc. of SPIE. 7503:1-4.
- Silva, S. F. O., O. Frazão, P. Caldas, J. L. Santos, F. M. Araújo, L. A. Ferreira. 2008. Fibre Refractometer based on a Fabry-Pérot Interferometer. Proc. of SPIE. 7004(700446):1-4.
- Tai, Y., P. Wei. 2010. Sensitive liquid refractive index sensors using tapered optical fiber tips. Optics Letters. 35(7):944-6.

- Tian, Z., S. S-H. Yam, H-P. Loock. 2008. Refractive index sensor based on an abrupt taper Michelson interferometer in a single-mode fiber. Opt. Lett. 33(10):1105-07.
- Wei, T., Y. Han, Y. Li, H. Tsai, H. Xiao. 2008. Temperature-insensitive miniaturized fiber inline Fabry-Perot interferometer for highly sensitive refractive index measurement. Opt. Express. 16(8):5764-69.
- Yariv, A., P. Yeh. 1984. Optical Waves in crystals, propagation and control of laser radiation. John Wiley and Sons. Primera edición. New York. 589 p.
- Yariv, A., P. Yeh. 2007. Photonics, optical electronics in modern communications. Oxford University Press. Sexta edición. New York. 836 p.
- Zhou, K., Y. Lai, X. Chen, K. Sugden, L. Zhang, I. Bennion. 2007. A refractometer based on a micro-slot in a fiber Bragg grating formed by chemically assisted femtosecond laser processing. Optics Express. 15(24):15848-53.
- Zysk, A. M., S. G. Adie, J. J. Armstrong, M. S. Leigh, A. Paduch, D. D. Sampson, F. T. Nguyen, S. A. Boppart. 2007. Needle-based refractive index measurement using low-coherence interferometry. Opt. Lett. 32(4):385-87.