

BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE CIENCIAS DE LA ELECTRÓNICA
MAESTRÍA EN INGENIERÍA ELECTRÓNICA,
OPCIÓN INSTRUMENTACIÓN ELECTRÓNICA



Sensor fotónico para el monitoreo de gas metano

TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN INGENIERÍA ELECTRÓNICA

Presenta:

Roberto Guevara Carbino*

Asesores:

Dra. Luz Del Carmen Gómez Pavón

Dr. Arnulfo Luis Ramos

Resumen

Las micro/nanofibras ópticas con diámetros cercanos a la longitud de onda, presentan fuertes campos evanescentes, estos responden rápidamente a cambios leves en su entorno, modificando uno o más parámetros (potencia, polarización) de la luz que viaja a través de la fibra, lo cual las hace una buena opción como sensores, el estudio de este fenómeno ya se ha estudiado en conjunto con nanomateriales para mejorar la respuesta y poder detectar diferentes elementos en estado líquido o gaseoso. En la literatura se trabaja ampliamente con fibras ópticas ya que presentan una buena opción como sensores, es gran potencial que presentan las fibras ópticas para la medición de distintos parámetros físicos.

En este trabajo se presenta el desarrollo experimental de un sensor para la detección de gas metano, usando micro/nanofibras ópticas cónicas (taper) recubiertas de nanopartículas metálicas (oro y/o plata). Las micro/nanofibras ópticas se fabrican a partir de fibras ópticas estándar, con la técnica flame-brushing que utiliza un sistema mecatrónico para adelgazar las fibras. Además, para la deposición de nanopartículas metálicas se utiliza la técnica de deposición láser y la técnica de goteo. Se construye un dispositivo para la detección de gas usando el elemento fotónico fabricado, una fuente de radiación láser, un sensor para la medición de potencia y una cámara para pruebas.

La micro/nanofibra óptica se coloca dentro de la cámara, se conecta la fuente de radiación láser y se monitorea la potencia óptica de salida mientras se introduce el gas metano. Se establece la metodología para la deposición de nanopartículas, y las pruebas de detección de gas metano, con la variación de parámetros como potencia de entrada, longitud de onda, tipo de nanopartículas metálicas y cantidad de gas introducido. Al introducir el gas, se tomará como medida el tiempo que se mantiene abierta la salida de gas. Se analizan las respuestas de potencia de las pruebas variando los parámetros, para establecer los valores que generen la mejor respuesta.

Índice general

1. Introducción	2
1.1. Sensores de fibra óptica	3
1.2. Sensado químico con nanomateriales	5
1.3. Sensores de gases	7
1.4. Microfibra óptica	8
1.5. Justificación	10
1.6. Objetivos	11
1.7. Metodología de la tesis	12
1.8. Estructura de la tesis	13
2. Marco Teórico	14
2.1. Sensor	14
2.1.1. Características de un sensor	16
2.2. Sensores de fibra óptica	17
2.2.1. Reflexión total interna	18
2.2.2. Ventajas de los sensores de fibra óptica	19
2.3. Micro/nanofibras ópticas	20
2.3.1. Propiedades ópticas: modos guiados en micro/nanofibras ópticas	20
2.4. Campo evanescente	21
2.5. Fabricación de micro/nanofibras ópticas	22
2.5.1. Técnica flame-brushing	23
2.6. Técnica de deposición láser a lo largo de micro/nanofibras ópticas . . .	24
3. Desarrollo experimental	25
3.1. Fabricación micro/nanofibras ópticas	25
3.2. Caracterización óptica mediante propagación de radiación óptica	27
3.3. Deposición de nanopartículas metálicas	28
3.4. Detección de gases usando micro/nanofibras ópticas	29
4. Resultados	31
4.1. Simulaciones	31
4.2. Caracterización por espectrometría de dispersión de energía de rayos X	33
4.3. Deposición de nanopartículas sobre micro/nanofibras ópticas	36

ÍNDICE GENERAL

4.3.1. Variación de parámetros	39
4.4. Pruebas con gases	41
4.4.1. Pruebas con plata	42
4.4.2. Pruebas con oro	44
4.4.3. Pruebas con gas metano	47
4.4.4. Prueba de gas metano sin nanoesferas	51
Bibliografía	55
A. Equipo de laboratorio	56
A.1. Diodo láser	56
A.1.1. Diodo láser de 980 nm	56
A.1.2. Diodo láser de 1550 nm	57
A.1.3. Sensor de potencia óptica	58
A.1.4. Medidor de potencia óptica	59
A.1.5. Fusionadora de fibra óptica	59

Índice de figuras

1.1.	Configuraciones de fibra óptica [1] a)Fibra óptica pulida, b)Fibra óptica tipo D, c)Fibra óptica taper	5
1.2.	Clasificación de métodos de sensado[2]	7
1.3.	Esquema de la morfología de una TOF	9
1.4.	imagen de una TOF usando microscopia electrónica de barrido (SEM) [3]	9
2.1.	Esquema del funcionamiento básico de un sensor	14
2.2.	Esquema del funcionamiento de la reflexión total interna	18
2.3.	Diagrama esquemático de la técnica de dibujo cónico [4]	23
2.4.	Esquema de la técnica flame-brushing para la fabricación de MNFO	23
3.1.	Esquema de una MNFO	26
3.2.	Fotografía de bases de plástico para las MNFOs	27
3.3.	Esquema del arreglo experimental para caracterizar la transmisión de potencia óptica en una MNFO	27
3.4.	Frasco con nanopartículas de oro	28
3.5.	Fotografía de limpiador ultrasónico	28
3.6.	Deposición de gota con disolución de nanopartículas sobre la MNFO	29
3.7.	Esquema del arreglo experimental para la detección de gas utilizando una TOF con nanopartículas ya depositadas	30
3.8.	Fotografía del arreglo experimental usando la cámara de gas.	30
4.1.	Captura de pantalla de COMSOL 5.3	31
4.2.	Micro-nano fibra óptica con diámetro de (a) $8\mu\text{m}$ y (b) $1\mu\text{m}$	32
4.3.	Sección lateral de la micro-nano fibra óptica con diámetro de (a) $8\mu\text{m}$ y (b) $1\mu\text{m}$	32
4.4.	Funcionamiento de la espectrometría de dispersión de energía de rayos x	33
4.5.	Composición química obtenida por EDS para (a) Portaobjetos, (b) fibra óptica sin revestimiento y (c) MNFO.	34
4.6.	(a) Imagen de SEM de la sección más delgada de la MNFO, (b) componentes químicos detectados por EDS y (c) porcentaje correspondiente.	35
4.7.	MNFO de $2.5\mu\text{m}$ de diámetro vista a través de microscopio óptico con aumento de 40x	36

4.8. Arreglo experimental de deposición de nanopartículas, ubicando la área adelgazada con un microscopio digital	37
4.9. Puntos brillantes en la MNFO al transmitir radiación óptica de 980 nm	37
4.10. Imágenes SEM de la TOF funcionalizada con Au-NTs a diferencias potencias de transmisión de potencia óptica	38
4.11. Valores de potencia óptica de deposición de Au-NTs en la MNFO. . . .	39
4.12. MNFO 3 μm sin deposición dentro de la cámara usando láser de 980nm	41
4.13. MNFO 3 μm sin deposición dentro de la cámara usando láser de 1550nm	42
4.14. Deposición de nanopartículas con 200 mW de potencia	42
4.15. Deposición de nanopartículas con 100 mW de potencia de entrada y exposición a gas	43
4.16. MNFO con deposición de nanopartículas con 100 mW de potencia de entrada y exposición a gas	43
4.17. MNFO con deposición de nanopartículas de oro a 980nm.	44
4.18. MNFO con deposición de nanopartículas de oro con 90 mW de potencia de entrada expuesta a gas	45
4.19. MNFO con deposición de nanopartículas de oro 7 mW de entrada expuesta a gas.	45
4.20. Gráfica de potencia durante la prueba con gas con 47 mW de potencia de entrada.	46
4.21. Gráfica de potencia durante la prueba con gas con 7 mW de potencia de entrada.	47
4.22. Deposición de Nanoesferas a 1550 nm con 34 mW.	48
4.23. Gráfica de potencia de la primera prueba con gas metano	48
4.24. Gráfica de potencia de la segunda prueba con gas metano	49
4.25. Gráfica de potencia de la tercera prueba con gas metano	50
4.26. Gráfica de potencia de la cuarta prueba con gas metano	50
4.27. Gráfica de potencia de la quinta prueba con gas metano	51
4.28. Gráfica de potencia de la primera prueba con gas metano sin nanoesferas	52
4.29. Gráfica de potencia de la segunda prueba con gas metano sin nanoesferas	52
4.30. Gráfica de potencia de la tercera prueba con gas metano sin nanoesferas	53
A.1. a) Controlador de corriente LDX-3220 [5] y b) Controlador de temperatura LDT-5525 [6]	56
A.2. Controlador de diodo láser compacto CLD1015	57
A.3. Sensor S122C Thorlabs [7]	58
A.4. Medidor de potencia modelo PM100D de Thorlabs [7]	59
A.5. Fusionadora de fibra óptica [8]	60

Índice de tablas

2.1. Tabla de clasificación de estímulos	15
4.1. Tabla de combinaciones para deposición usando láser de 980 nm y 1550 nm	39
4.2. Tabla de resultados de las deposiciones usando el láser de 980 nm	40
4.3. Tabla de resultados de las deposiciones usando el láser de 1550 nm	40
A.1. Especificaciones LDX-3220 [5]	57
A.2. Especificaciones LDT-5525 [6]	57
A.3. Especificaciones CLD1015	58
A.4. Especificaciones Sensor S122C [7]	58
A.5. Especificaciones Medidor de potencia PM100D [7]	59
A.6. Características de la fusionadora Sumitomo [8]	60

Capítulo 1

Introducción

En la actualidad la electrónica está presente en cada aspecto de nuestra vida, con diversas funciones, una de estas son los sensores. Los sensores nos permiten medir y cuantificar las magnitudes físicas. Cada vez se desarrollan más sensores que nos permiten medir con mayor exactitud, o detectar componentes que serían letales para las personas [9]. Los sensores en el sector industrial, son de gran utilidad para la monitoreo en procesos, reduciendo pérdidas y contribuyendo a su automatización[9].

Las fibras ópticas estándar son una plataforma interesante para detectar diversos parámetros, incluidos químicos, biológicos y físicos. Para la detección química, solo el sensor basado en fibra desnuda no es una plataforma ideal, ya que tiene ciertas limitaciones que incluyen una baja sensibilidad y una baja selectividad. Por otro lado, los Sensores de Fibra Óptica (FOS por sus siglas en inglés) funcionalizados con nanomateriales mejoran la sensibilidad, la potencia de la señal y la selectividad en múltiples ocasiones. Desde la última década, la nanotecnología ha crecido enormemente en términos de nuevos materiales, metodologías y técnicas versátiles. Esto proporciona una plataforma muy sensible, miniaturizada y robusta para la detección química. Los nanomateriales proporcionan una gran área de superficie, una rápida respuesta en el índice de refracción o cambios en las propiedades dieléctricas, que generalmente se requieren para el desarrollo de sensores químicos.

Con el uso de fibra óptica en sensores y el uso de nanociencia se han obtenido buenos resultados, en cuanto a sensibilidad y detección selectiva de analitos. La nanociencia es una ciencia que comprende dimensiones de trabajo en un rango de 10^{-10} m a 10^{-7} m, es decir, de 0.1 a 100 nm. Al trabajar con sensores en estas magnitudes todo puede observarse desde una dimensión mucho más específica, pudiendo detectar errores de mucho menor tamaño que lo que se hacía hasta ahora y poder obtener resultados mucho mejores y más precisos.

Usando la nanociencia se han logrado realizar estructuras a base de moléculas nanométricas, estas proporcionan características concretas en el ámbito deseado. Podrán lograrse eficiencias mucho mayores que lo que se está acostumbrado a tener hoy en día, como podría verse por ejemplo en el área de sensores. A parte de esta gran ventaja, también habría que tener en cuenta la reducción de gasto y protección del medio am-

biente, dada su eficiencia. En definitiva, una tecnología muy conveniente en esta nueva era para el ser humano con los tiempos que corren en necesidad de eficiencia y menor consumo posible, para evitar gastos de fabricación y para salvar el medio ambiente [10].

Gracias a sus diversas propiedades, como inmunidad a interferencia electromagnética, estructura miniaturizada, funcionamiento en alta temperatura, biocompatibilidad y capacidad de detección remota, la fibra óptica ofrece una plataforma muy atractiva para la detección. Debido a la naturaleza miniaturizada y biocompatible, la fibra óptica se ha convertido en un enfoque versátil para la detección química[11].

Combinar las propiedades de los nanomateriales y las características que presentan las fibras ópticas da como resultado una nueva plataforma para la detección química. Sensores de fibra óptica (FOS) se han utilizado para aplicaciones tales como biomedicina, acústica, ambiental, monitoreo de salud estructural y en varias aplicaciones industriales. La detección de residuos peligrosos como gases es una preocupación constante, ya que muchos de estos no tienen olor, color o son difíciles de detectar. En este aspecto existen métodos para su detección, los cuales varían su eficacia dependiendo del mecanismo de funcionamiento, de las condiciones del entorno, y las propiedades de la sustancia gaseosa a detectar. Actualmente la mayoría de los sensores de gas son películas metálicas y funcionan en base a transistores MOS(Metal-Oxido-Semiconductor)[12] los cuales tienen la capacidad de reaccionar a la presencia de compuestos orgánicos ya sea en forma líquida o gaseosa, como lo sería el gas metano.

El metano es un compuesto orgánico en estado gaseoso (CH_4), inodoro e incoloro, que se produce de forma natural o industrial, el cual tiene un potencial energético es utilizado en gran medida en hogares como combustible y en vehículos[13]. Además, es una de las moléculas que más contribuyen al efecto invernadero; siendo parte del calentamiento global, dañando al ambiente. Cuando el metano llega a una concentración superior al 5% en un ambiente con poca ventilación en combinación con el aire representa un peligro explosivo[14][15][16].

En los últimos cinco años se ha hecho un progreso en el campo de los sensores de fibras ópticas funcionalizadas con nanomateriales. Estos sensores se dividen en dos grupos: el primero comprende metales óxidos metálicos (MOX) y sus compuestos, y en el segundo grupo comprende grafeno, óxidos de grafeno y nanotubos de carbono (CNT), y sus compuestos. Al combinar estos nanocompuestos con diversas geometrías de fibra óptica, se han realizado numerosos sensores [10].

En este capítulo se presentan los avances en el campo de sensores de fibras ópticas, el uso de diferentes combinaciones de nanomateriales, especialmente el desarrollo de sensores de fibra óptica para la detección de gases.

1.1. Sensores de fibra óptica

En 1870, el científico inglés John Tyndall (1820-1893), durante una sesión de la Royal Academy, demostró un experimento que ahora forma parte del repertorio

estándar de experimentos de demostración del curso de física: se coloca un cubo de agua en su parte inferior en un lado con un pequeño agujero para que salga el agua, y en el lado opuesto con una ventana a través de la cual la luz de una lámpara brillante ilumina el agujero desde adentro. El agua cae en una curva parabólica, y este arco de agua guía la luz. Parte de la luz se dispersa de las irregularidades de la superficie, de modo que, en una sala de conferencias oscura, la columna de agua brilla en la oscuridad con un efecto espectacular, esta demostración es el inicio de como se podía confinar la luz en una guía de onda que podría ser transparente.....sin saberlo era el inicio de la FO como guía de onda óptica. [17].

En la década de 1960, el láser acababa de ser inventado, y la posibilidad de tener dispositivos prácticos y viables en el futuro cercano se volvió realista.

Hasta 1977 tenían problemas para su total confinamiento de la luz, por su pureza, imperfecciones, cuando era doblada, había muchas pérdidas. En 1970 la empresa Corning logra hacer fibras de 99.99% puras. fue gracias al desarrollo de la tecnología en comunicaciones que permitió aplicarla a sensores [9]. La fibra óptica actúa como una guía de onda que propaga la luz. La luz se propaga dentro de la fibra óptica por el fenómeno de reflexión total interna”. Según la ley de Snell, si el ángulo incidente es mayor que el ángulo crítico, se produce la reflexión interna total.

Cuando la fibra se introdujo por primera vez en un mercado masivo en 1981, la fibra estándar tenía un precio de alrededor de 5 dólares/m. En menos de 2 años, ese número se redujo a una décima parte, y hoy el precio puede estar por debajo de 10 centavos / m. En el caso del dominio sensores ópticos de fibra (FOS), existen distintos tipos de técnicas conocidas por su variada geometría, principio de trabajo y sensibilidad [10]. Algunos de estos son: los interferómetros, otros basados en el principio de Resonancia de plasmón superficial (SPR), las rejillas y el principio de absorción de campo evanescente.

La tendencia actual en el desarrollo de FOS que incluye la miniaturización. Hasta ahora, se han diseñado varias fibras ópticas y se han utilizado de manera efectiva para numerosos sensores de parámetros. La mayoría de las aplicaciones de FOS en biología y medicina funcionaban en longitud de onda visible e infrarroja.

En la referencia [13] se presenta un sensor para la detección de compuestos volátiles orgánicos (VOCs), donde se usa una fibra óptica estándar con pulido lateral para acoplar las ondas evanescentes, el uso de una membrana especial y colorante solvocrómico para mejorar la sensibilidad del sensor y selectividad.

En el trabajo de la referencia [1], en la figura 1.1 se muestran algunas configuraciones funcionales con fibras ópticas, usadas como sensores.

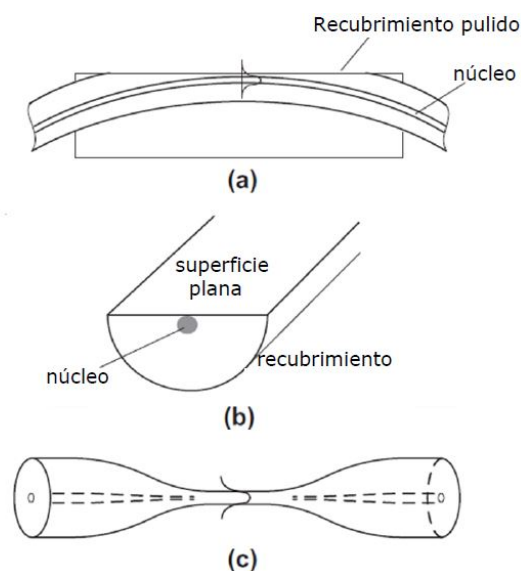


Figura 1.1: Configuraciones de fibra óptica [1] a)Fibra óptica pulida, b)Fibra óptica tipo D, c)Fibra óptica taper

1.2. Sensado químico con nanomateriales

Los sensores químicos se definen como dispositivos capaces de detectar distintos elementos llamados analitos, que pueden proporcionar información en tiempo real sobre la presencia de compuestos o iones específicos en muestras complejas. Por lo tanto, una fibra óptica se considera como un dispositivo sensible y miniaturizado con la capacidad de proporcionar información de monitoreo en tiempo real.

Con la evolución y el avance de la nanotecnología, se ha iniciado una nueva era en el campo del FOS y se ha explorado con éxito la detección de diversos productos químicos. La nanotecnología se ha utilizado como una herramienta agregada a los sensores de fibra para hacer que su rendimiento sea más eficiente. Por lo tanto, los FOS que utilizan nanomateriales han sido un área de creciente interés para los investigadores en los últimos tiempos. Tales sensores podrían mostrar una mayor sensibilidad, una mejor selectividad y una reversibilidad más rápida.

En FOS, la señal óptica de salida es la función de la medición. Por lo tanto, las propiedades de la luz se ven afectadas una vez que interactúan con los nanomateriales, que ayudan a identificar y cuantificar los analitos. En FOS, manera común de sensar sigue varias maneras; o bien el material de detección está recubierto en la punta o en la superficie de la fibra óptica, o incrustado en cualquier matriz de soporte compatible y se debe permitir que el analito de detección interactúe con el material de detección.

De esta manera, la guía de la señal luminosa que pasa a través de una fibra óptica se modifica una vez que interactúa con el material de detección y al ser absorbida la energía resultante del campo evanescente. El campo evanescente sensible al medio que

lo rodea, resulta absorbido en diferente medida por los materiales cercanos a la fibra óptica, por lo tanto, un factor crucial en la detección, particularmente, en el FOS. Debido a la área que comprenden los nanomateriales, materiales metálicos como la plata y el oro resultan gas-reductores, que cambian sus propiedades dieléctricas al entrar en contacto con gases, modificando la conducción de la onda evanescente. Además, se puede detectar pequeñas concentraciones de moléculas y, por lo tanto, la concentración de parte por millón (ppm) de entidades moleculares peligrosas se puede detectar debido a estas nanopartículas pequeñas. La nanotecnología ha facilitado a los investigadores ajustar las propiedades físicas como el grosor, la rugosidad, el área de la superficie, las propiedades eléctricas y otras, incluido el índice de refracción para hacer un sensor superior inteligente [10][18].

El grosor de unos pocos micrones o rango nanométrico es ideal para mejorar el rendimiento de la detección. Por lo tanto, para que el rendimiento del sensor sea ideal y superior, es necesario controlar el grosor y la morfología de la superficie de la película de detección. Gracias a varias técnicas avanzadas que se han establecido para la deposición de las películas de detección en o sobre la superficie de fibra óptica para diseñar una nueva plataforma de detección de FOS. Algunas técnicas tales como *Langmuir – Blodgett* (LB) y *Layer – By – Layer* (LBL), técnica de *self – assembly* y *DropCasting* se implementaron para la fabricación de FOS con grosor controlado de algunos micrómetros.

Para algunos FOS basados en SPR o evanescentes, el espesor de película nanométrica es altamente deseable. Por lo tanto, con los métodos mencionados anteriormente, el espesor de la película nanométrica no se puede realizar para tales aplicaciones. Por lo tanto, es necesario emplear algunas otras técnicas avanzadas sofisticadas para lograr el espesor nanométrico. Algunas otras técnicas, como la evaporación térmica, la deposición química de vapor (ECV) y la pulverización catódica, se han empleado de manera efectiva para el desarrollo del FOS. En la actualidad existen varios artículos de revisión sobre estas técnicas de recubrimiento con sus ventajas y limitaciones. Sin embargo, dependiendo de la aplicación del sensor, uno debe implementar la técnica de recubrimiento específica que podría mejorar aún más el rendimiento del sensor en términos de su tasa de respuesta, tiempo de respuesta y estabilidad [10]. Recientemente en el 2013 se utilizó la técnica de fotodeposición, para depositar nanopartículas metálicas en la superficie de una fibra, pudiendo controlar la deposición al manipular los parámetros de deposición como el tiempo e intensidad óptica [19], siendo una técnica de fácil implementación, de bajo costo y sin necesidad de material adicional. La técnica de foto fotodeposición se ha usado en la referencia [2] teniendo buenos resultados en la detección de gases y el uso de nanomateriales metálicos.

Entre todas los nanomateriales, los óxidos metálicos se exploran ampliamente para el desarrollo de sensores químicos. En general, los óxidos metálicos son térmicamente estables, sensibles y robustos. En presencia del analito objetivo, la conductividad eléctrica / constante dieléctrica de los óxidos metálicos cambia, lo que modifica la salida del sensor.

1.3. Sensores de gases

Durante la última década, el campo de sensores fibra óptica ha experimentado un crecimiento exponencial en el campo de detección química. Se observó que la investigación se ha centrado especialmente en los gases típicos, como NH_3 , CH_4 , H_2 , H_2S , NO_2 , O_2 y CO_2 . Entre estos gases, H_2 y CH_4 se consideran altamente inflamables y extremadamente peligrosos. En la revisión de la literatura en la referencia [2] se muestra en la figura 1.2 un esquema de la clasificación de sensores de gas separados por las propiedades en las que están basados.



Figura 1.2: Clasificación de métodos de sensado[2]

Como ya se ha mencionado anteriormente el metano es un gas incoloro, extremadamente inflamable y altamente explosivo con un límite explosivo de 4.3% -16.2%, y puede explotar en el aire muy fácilmente; por lo tanto, el uso seguro del gas CH_4 y la detección de fugas de CH_4 se vuelven muy importantes.

En la referencia [12] se presenta un sensor para la detección de gas metano usando películas delgadas de ZnO activadas con paladio-plata (70-30%), este sensor de ZnO porosas se depositaron sobre sustratos de vidrio recubiertos con óxido de estaño fluorado (FTO) mediante una técnica galvánica. La aleación de Pd-Ag (70-30%) se depositó en dichas películas de ZnO mediante la técnica de evaporación por ebeam. Las técnicas usadas en este trabajo presentan un grado alto de dificultad, y requieren de un tratamiento especial para su uso.

Recientemente en el 2018 [15] se utilizó un sistema de detección de gas metano usando un LED MIR, un fotodetector infrarrojo y una celda de gas de 20 mm con un sistema de mezclador de gas. Se usó una fibra óptica micromaquinada, desafortunadamente este proceso requiere de equipo de alto costo para la elaboración de fibra.

La fibra óptica y el uso de nanomateriales ha dado buenos resultados en el monitoreo de CH_4 , con limitaciones que dependen de la cantidad a muestrear, la temperatura o la geometría de la fibra, así como la deposición de los nanomateriales[1].

Las propiedades únicas del grafeno y los CNT, como el área de superficie muy grande, la alta conductividad y la capacidad de trabajar a temperatura ambiente lo hacen atractivo para detectar concentraciones muy pequeñas de gas CH_4 . Debido a la naturaleza reductora del gas CH_4 , la mayoría de los MOX se han utilizado en la detección de CH_4 . Pero para aumentar la sensibilidad del sensor, estos materiales deben operarse a una temperatura de operación más alta y, por lo tanto, no se pueden usar con el sistema de calefacción debido a la naturaleza altamente inflamable del gas CH_4 . Sin embargo, los sensores de CH_4 basados en fibras de núcleo de plástico (PCF) tienen ciertas limitaciones, ya que el tiempo de respuesta / recuperación es bastante alto porque lleva tiempo llenar los agujeros de PCF. También se ha realizado algún sensor de CH_4 basado en SPR, ya que ofrece una alta sensibilidad, pero el costo de fabricación es alto. Los sensores basados en campo evanescentes se han utilizado para la monitorización de CH_4 , pero solo miden el índice de refracción en masa.

1.4. Microfibra óptica

En los últimos 50 años, la detección de fibra óptica ha sido una de las aplicaciones más exitosas y poderosas de la fibra óptica y la tecnología de detección. Al reducir las dimensiones de una fibra óptica de una escala de unos cuantos micrómetros a unos cientos de nanómetros, adquieren el nombre de microfibras, estas mejoran sus características de sensado conservando las propiedades generales de una fibra óptica estándar.

Las microfibras tienen diversas aplicaciones, siendo de nuestro interés la detección óptica, en los años recientes esta ha atraído un gran interés en la investigación de sensores miniaturizados con alta sensibilidad, rápida respuesta, flexibles y bajo consumo de energía óptica.

Las microfibras son guías de onda de micro o nanoescala, con un diámetro cercano o por debajo de la longitud de onda de la luz guiada y un alto índice de contraste entre el material del núcleo de la fibra y el entorno, una microfibra óptica muestra una variedad de interesantes propiedades de guía de onda, que incluyen confinamiento óptico altamente adaptable, campos evanescentes, baja pérdida óptica y dispersión de guía de onda. Estas propiedades la convierten en una nueva plataforma miniaturizada para la detección óptica con ventajas especiales que incluyen una respuesta más rápida, una mayor sensibilidad y un bajo consumo de energía.

Al igual que con las fibras ópticas estándar existen diferentes estructuras para la detección basadas en microfibras, algunas de ellas son rejillas ópticas, cavidades circulares, interferómetros y microfibras recubiertas / dopadas funcionalmente [20]. Teniendo diferentes áreas de aplicaciones, las microfibras son capaces de sensar el índice de refracción,

concentraciones, temperatura, tensión y mediciones de corrientes en diferentes entornos con presencia de gas.

En el 2016 se reportó en la referencia [14] el uso de una microguía de onda cristal de calcogenuro en espiral en un chip para la detección de metano, este sensor es muy versátil ya que se puede usar para la detección en diferentes longitudes de onda, permitiendo detectar diferentes moléculas, podría implementarse en entornos hostiles, como aquellos con niveles altos de Radiación, productos químicos agresivos, o altas temperaturas. Las desventajas de este sensor es la elaboración de la microguía de onda, el uso de diferentes técnicas, las pérdidas por daño en radiación y la saturación del sensor.

Las microfibras que presentan una sección cónica en su morfología les da su nombre de fibra óptica cónica (Taper Optic Fiber, TOF por sus siglas en inglés), son fabricadas a partir de fibras ópticas estándar con distintas técnicas, con una uniformidad en el diámetro, así como en sus diferentes secciones como se observa en la figura 1.3.

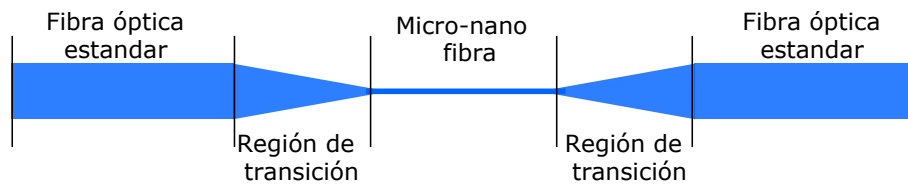


Figura 1.3: Esquema de la morfología de una TOF

En la Figura 1.4 se observa dos imágenes tomadas con el microscopio electrónico de barrido, en estas se observa su tamaño en comparación de dos elementos de una escala muy pequeña, en la imagen de la izquierda es una microfibras sobre una oblea de silicio y en el lado derecho una microfibras sobre un cabello humano.

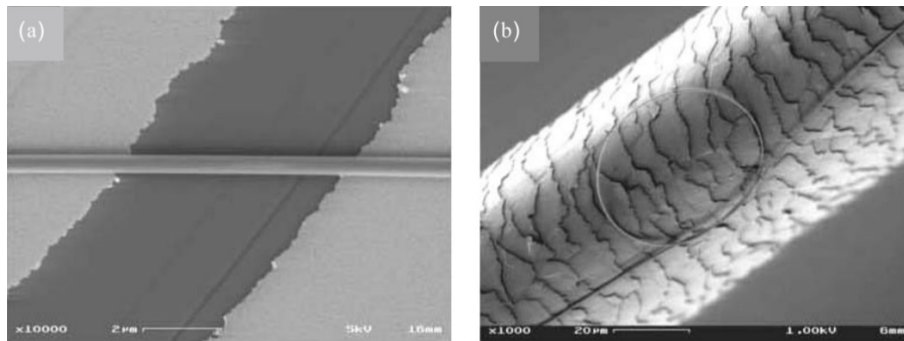


Figura 1.4: imagen de una TOF usando microscopia electrónica de barrido (SEM) [3]

Actualmente existen trabajos donde se han demostrado la efectividad en sensores ópticos a base de fibra óptica en la detección de metano, utilizando diferentes estructuras, configuraciones, materiales y el uso de microfibras como las fibras taper.

En la referencia [11] se presenta el uso de una TOF para la detección de compuestos orgánicos volátiles(VOCs), y el uso de nanomateriales metálicos para mejorar la

sensibilidad del sensor. Este tipo de sensores se ha convertido en una nueva plataforma para detectar gases tóxicos o especies biológicas que aprovechan el intenso campo evanescente (altamente sensible a su entorno) generado en la región de fibra cónica. Los sensores basados en TOF depende del mecanismo de absorción de ondas evanescentes. El campo evanescente se presenta en la frontera del núcleo de la fibra y su recubrimiento, se vuelve más intenso al quitar el recubrimiento de la fibra óptica, este campo se intensifica cuando las dimensiones de la fibra óptica convencional se reducen. Por lo tanto, cualquier perturbación en el entorno que rodea al TOF modifica el campo evanescente por dispersión o absorción, lo que afecta la señal de salida del sensor óptico (intensidad, fase o espectro de luz) [11].

1.5. Justificación

El metano siendo un gas incoloro e inodoro resulta difícil de detectar y representa un riesgo, ya que presenta propiedades inflamables y explosivas, para esto es necesario la rápida detección de este a concentraciones bajas[16]. Los sensores a base de fibras ópticas presentan ventajas en comparación de otros métodos de sensado como los sensores químicos de película metálica, ya que estos no requieren de fuentes activas de voltaje en el lugar del sensado reduciendo los riegos en entornos flamables[13]. Las fibras ópticas poseen propiedades físicas únicas que se pueden explotar para el desarrollo de dispositivos de sensado; son inmunes a interferencias eléctricas; son de bajo consumo de potencia; no afectan al medio que las rodea[21], son flexibles y compactas; se componen esencialmente de vidrio (silicio), de los materiales más abundantes en el planeta, siendo de bajo costo; perfectas para transmitir información a grandes distancias de la zona de medición. La implementación de un sensor usando fibras ópticas taper, es un avance en el mundo de los sensores, ya que poseen una sensibilidad mayor debido a los intensos campos evanescentes que producen[13], siendo de utilidad para la reducción de tamaño de nuevos sensores [21]. Actualmente existen diferentes sensores a base de fibras ópticas taper TOF (taper optic fiber), y diferentes técnicas para la elaboración de estas, algunos de estos de mayor costo o dificultad para su elaboración. El método flame-brushing resulta ser uno de los de menor costo y dificultad para su elaboración, dando fibras adelgazadas con características reproducibles[21].

1.6. Objetivos

Los objetivos planteados para el desarrollo de esta tesis, se definen a continuación.

El objetivo general de esta tesis es:

- Desarrollo experimental de un sensor de gas metano basado en la interacción de nanopartículas de oro y/o plata en fibra óptica taper.

Objetivos específicos

- Analizar teóricamente la interacción del campo evanescente en una fibra óptica taper (TOF) con nanopartículas (NPs) depositadas, así como la dinámica de interacción de las nanopartículas y el gas metano.
- Fabricar las TOF por medio de la técnica *flame – brushing* a partir de fibra monomodo estándar con diámetros de 10 μm hasta 1 μm .
- Caracterizar las TOF fabricadas óptica, morfológica y estructuralmente.
- Depositar nanopartículas comerciales en las fibras ópticas taper fabricadas (NPs comerciales/TOF) y caracterizarlas óptica, morfológica y estructuralmente.
- Analizar la respuesta de las NPs comerciales/TOF al interactuar con gases, tales como el metano.
- Analizar la relación de la potencia de salida de la fibra óptica taper, con respecto a la longitud de onda, potencia del láser y la cantidad de gas.
- Desarrollo experimental de un sensor de gas metano basado en la interacción de nanopartículas de oro y/o plata en fibra óptica taper.

1.7. Metodología de la tesis

La metodología que se llevará a cabo para cumplir con el objetivo de este proyecto es la siguiente:

- Revisión bibliográfica sobre sensores ópticos de gas.
- Revisión de la teoría y análisis de las propiedades del campo evanescente que se produce en la zona adelgazada de las fibras ópticas taper, y la interacción con las NPs y el gas metano.
- Se fabricarán las fibras ópticas taper (TOF) con el sistema de fabricación de micro-nano fibras ópticas con el que cuenta el laboratorio de sistemas Fotónicos y Nanoóptica de la FCE BUAP, con la técnica *flame – brushing*, a partir de fibras monomodo estándar, teniendo diámetros de 10 μm hasta 1 μm .
- Las fibras ya fabricadas se caracterizarán, analizando su morfología la cual se hará con el uso de un microscopio electrónico de barrido (SEM) el cual nos permite tener imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra, determinando su diámetro, así como la uniformidad de la superficie de la fibra óptica taper y su respuesta óptica, con el uso de un fotodetector observar las pérdidas de transmisión por el adelgazamiento.
- La deposición de nanopartículas metálicas comerciales en la superficie de la fibra óptica taper (TOF) se llevará a cabo usando un láser de 1550nm, con la técnica *Dropcasting*.
- Se caracterizará la respuesta óptica respecto a la intensidad y espectro transmitido en las fibras ópticas taper con NPs en un entorno con gas metano en diversas concentraciones, con el campo evanescente usando medidores de potencia y analizador de espectros (OSA).
- Se analizará el efecto de la variación de los parámetros de la fuente utilizada: longitud de onda (980nm y 1550nm), potencia de la radiación y tiempo de deposición. Se colocará el sensor en una cámara sellada en donde se introducirá el gas metano.
- Se realizará el monitoreo de las variaciones de potencia óptica al modificar la concentración del gas, así como su conversión en voltaje para medir el tiempo de respuesta y de recuperación.

1.8. Estructura de la tesis

En este capítulo se presentaron las diferentes configuraciones y tipos de sensores a base de fibra óptica, así como la importancia de un sensado más preciso de gas metano, los objetivos y la justificación de este trabajo. En el capítulo 2 se expondrán los fundamentos teóricos de los sistemas ópticos en los cuales se basan los sensores ópticos, así como las aplicaciones y alcances de estos sistemas. Además de una revisión de las técnicas existentes para la elaboración de este tipo de sensores. En el capítulo 3 se hablará sobre el desarrollo experimental necesario para el desarrollo del trabajo, describiendo los procesos y las pruebas para el desarrollo del sensor. En el capítulo 4 se hará un repaso de los resultados obtenidos en las pruebas.

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1. Sensor

La definición general de un transductor es un dispositivo que convierte una señal de magnitud física en una señal correspondiente, pero de otra forma física distinta. Existen distintas señales que se pueden clasificar en seis tipos: mecánicas, térmicas, magnéticas, eléctricas, ópticas y moleculares (químicas). Sensor y transductor se emplean a veces como sinónimos, pero sensor sugiere un significado más extenso: un sensor da una señal de salida en función de la energía de entrada del medio donde se mide, para adquirir un conocimiento de cantidades físicas que, por su naturaleza o tamaño, no pueden ser percibidas directamente por nuestros sentidos. Un transductor de entrada es aquel que como entrada tiene una señal física y como salida una señal eléctrica como se observa en la figura 2.1 y el transductor de salida, aquel con un entrada eléctrica y una salida como una respuesta física (actuador). Actualmente se utiliza el término sensor para designar un transductor de entrada [9].

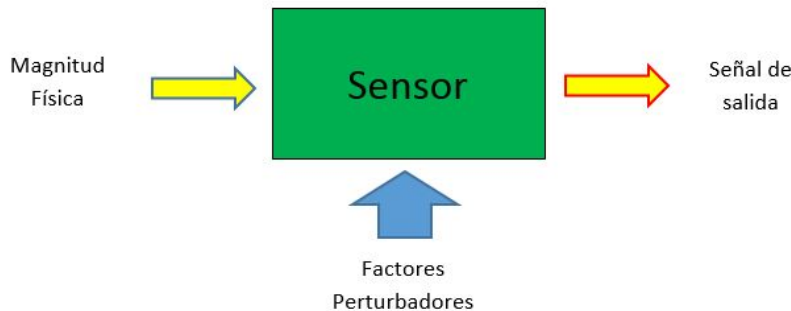


Figura 2.1: Esquema del funcionamiento básico de un sensor

Existen un gran número de sensores para la medición de distintas magnitudes físicas,

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

que deben clasificarse bajo algún criterio. Los sensores se pueden dividir en dos grupos por el aporte de energía, son: moduladores y generadores. Los sensores moduladores (activos), su señal de salida procede en su mayoría de una fuente de energía externa y su salida es controlada por la entrada. Los sensores generadores (pasivos), en cambio la energía de salida es suministrada por la entrada.

Los sensores moduladores requieren en general a más conexiones que los generadores ya que la energía de alimentación suele suministrarse mediante una conexión distinta a la usada para la señal, el uso de una energía externa presenta un peligro en algunos ambientes. La desventaja, su sensibilidad se puede modificar a través de la señal de alimentación, a diferencia de los sensores generadores.

Desde el punto de vista de ingeniería electrónica, es más atractiva la clasificación de sensores de acuerdo con el parámetro variable: resistencia, capacidad, inductancia, añadiendo los sensores generadores de tensión carga o corriente y otros no incluidos en los grupos anteriores, esta clasificación fue tomada de la referencia [9]. En la referencia [22] se obtuvo la siguiente tabla en ella se enlistan y clasifican una serie de estímulos para sensores. En esta tabla encontramos los estímulos ópticos los cuales es el interés de este trabajo.

Acústico	Mecánico
Amplitud de onda, fase, polarización	Posición (lineal, angular)
Espectro	Aceleración
Velocidad de onda	Fuerza
Otros	Estrés, presión
Biológico	Tensión
Biomasa (tipos, concentración, estados)	Masa, densidad
Otros	Momento, torque
Químico	Velocidad de flujo, tasa de transporte masivo
Componentes (identidades, concentración, estados)	Forma, rugosidad, orientación.
Otros	Rigidez, cumplimiento
Eléctrico	Viscosidad
Carga, corriente	Cristalinidad, integridad estructural
Potencial, voltaje	Otros
Campo eléctrico (amplitud, fase, polarización, espectro)	Radiación
Conductividad	Tipo
Permitividad	Energía
Otros	Intensidad
Magnético	Otros
Campo magnético (amplitud, fase, polarización, espectro)	Térmico
Flujo magnético	Temperatura
Permeabilidad	Flujo
Otros	Calor específico
Óptico	Conductividad térmica
Amplitud de onda, fase, polarización y espectro	Otros
Velocidad de onda	
Índice de refracción	
Emisividad, reflectividad, absorción	
Otros	

Tabla 2.1: Tabla de clasificación de estímulos

2.1.1. Características de un sensor

Para que un sensor nos dé una señal de salida eléctrica, puede tener una gran cantidad de pasos de conversión. Por ejemplo, la presión infligida en el sensor de fibra óptica primero produce una tensión en la fibra, que a su vez provoca una deflexión en su índice de refracción, lo que a su vez produce un cambio general en la transmisión óptica y la modulación de la densidad del fotón. Finalmente, el flujo de fotones es detectado y convertido en corriente eléctrica [22]. En esta sección se revisarán las características de un sensor, sin tener en cuenta su naturaleza física o su forma de conversión.

El rendimiento de un sensor se determina generalmente por una serie de características, las cuales se definirán de manera breve [9]:

- **Exactitud.** Es la propiedad que caracteriza al instrumento de medida de entregar los valores que más se aproximen al valor real de la magnitud de medida. Al referirse al valor real, se supone la magnitud que se obtendría si se midiera con un método sin error alguno. La exactitud se determina a partir de la curva de calibración estática. Para obtener esta última se mantienen todas las entradas constantes excepto una, la entrada a estudiar se varia paulatinamente por lo que se registran los valores que toma a la salida dentro de un rango de medida. La representación de los valores que toma a la salida en función de la entrada define la curva de calibración. La diferencia entre la indicación del instrumento de medición y el valor verdadero de la medida se denomina error.
- **Precisión.** Es la capacidad de un instrumento de medida de ofrecer el mismo valor de medida al realizar la medición varias veces en determinadas condiciones experimentales (ambientales, físicas, etc), sin tomar en cuenta la diferencia o similitud con el valor real de dicha magnitud. La precisión implica registrar la misma lectura, entre mediciones realizadas sucesivamente, obteniendo un número alto de cifras significativas, esto nos garantiza la portabilidad del sensor.
- **Sensibilidad.** Describe un cambio en el parámetro detectado como resultado de un cambio en la medición. Es el factor de escala, se define a partir de la pendiente de la curva de calibración. **Selectividad.** Es la habilidad que posee el sensor para identificar específicamente la especie de interés.
- **Tiempo de respuesta (τ).** Se define como el tiempo que le toma al parámetro de detección pasar del 10 por ciento al 90 por ciento del valor final.
- **Resolución.** Denominada también detección del sistema, indica el cambio detectable más pequeño usado para la detección, es decir, es el incremento mínimo que debe tener la entrada para que se registre un cambio en la salida.
- **Límite de detección (LD).** Es el valor más pequeño de medida que puede ser detectado por el sensor. En función de la resolución y sensibilidad se define mediante la relación: $LD=R \setminus S$, donde R representa la resolución y S la sensibilidad.

- Reversibilidad. Es la propiedad que tienen los materiales (que intervienen en la detección) de poder regresar a su estado original después de la detección.
- Rango de operación. Es el rango de valores permitidos del parámetro bajo estudio, el cual es medido a través del sensor.
- Reproducibilidad. Nos indica la concordancia de las medidas tomadas entre diferentes muestras bajo las mismas condiciones experimentales. Cuando la reproducibilidad es ideal, se garantiza que se puedan fabricar múltiples sensores que posean las mismas especificaciones.

2.2. Sensores de fibra óptica

La detección es una tecnología clave en muchas áreas, desde el entretenimiento hasta la salud, el transporte y tecnologías industriales. En muchas de estas aplicaciones la miniaturización, la sensibilidad y la medición remota son vitales, las técnicas de detección basadas en fibra óptica pueden proporcionar soluciones novedosas. Como resultado de esto, la tecnología de sensores de fibra óptica (FOS) se desarrolla como una tecnología poderosa y rica que actualmente se está implementando en una amplia variedad de aplicaciones [23].

En 1960 se iniciaron los primeros trabajos de investigación sobre FOS, no fue hasta el desarrollo de las modernas fibras ópticas con pérdidas muy bajas, lo que ha llevado a los FOS de la etapa de desarrollo a aplicaciones prácticas. La enorme capacidad de transmisión de información de las fibras ópticas combinada con ventajas adicionales, como bajas pérdidas, inmunidad a las interferencias electromagnéticas, tamaño pequeño, peso ligero y aislamiento eléctrico, las convierte en el medio más eficaz para transportar información. Décadas de investigación llevaron al desarrollo de instrumentos de medición de fibra óptica precisos, que incluyen giroscopios, hidrófonos, sondas de temperatura y monitores químicos. Como el campo FOS es complementario a la comunicación óptica, ha aprovechado los beneficios de los avances en fibras ópticas y en la instrumentación optoelectrónica. Debido al rápido desarrollo de los sistemas de comunicación de fibra óptica, el costo de los sistemas de sensores de fibra óptica también se ha reducido significativamente debido a los componentes clave comercialmente viables, como las fuentes de luz y los detectores fotográficos.

La fibra óptica es una alternativa a los sensores tradicionales, los sensores de fibra óptica se pueden definir como un medio a través del cual los medidores físicos, químicos y biológicos interactúan con la luz guiada a través de una fibra óptica o la luz es guiada a una región de interacción por una fibra óptica, para producir una señal óptica modulada con información relacionada con el parámetro de medición. El concepto básico de un sistema de detección de fibra óptica, donde la fibra (luz guiada) interactúa con un parámetro externo y lleva la señal de luz modulada desde la fuente hasta el detector. La información de medición de entrada se puede extraer de esta señal óptica modulada.

Según el tipo de sensor de fibra y su principio de funcionamiento, el sistema de sensor puede funcionar en modo de transmisión o en modo de reflexión.

2.2.1. Reflexión total interna

En óptica los cálculos a menudos se realizan con una técnica llamada trazado de rayos. Esta técnica proporciona una visión clara, pero limitada, de las propiedades de los sistemas ópticos. La propagación de la luz debe tratarse teniendo en cuenta la naturaleza de **onda de la luz**. Las propiedades de onda dan lugar a fenómenos de difracción e interferencia que **no** se tienen en cuenta en óptica de rayos. Cuando las dimensiones geométricas del problema son tan pequeñas que se vuelven comparables a la longitud de onda de la luz, el tratamiento óptico de rayos se rompe. Este es el caso de las fibras monomodo. Si se considera un rayo de luz que incide en algún límite a un medio ópticamente menos denso. Menos denso es el lenguaje óptico y significa "tener un índice de refracción más bajo". A un ángulo de incidencia adecuado, el rayo se reflejará completamente, en lugar de pasar a través. Este proceso se denomina "reflexión total interna. La reflexión interna total juega un papel en muchos contextos: los prismas en binoculares o visores de cámara lo usan, y es la razón por la cual para un buzo la superficie del agua parece un espejo.

Como se observa en la figura 2.2 el fenómeno de "reflexión total interna" en el caso 1 el rayo que ingresa desde la parte inferior izquierda en el ángulo α , interactúa con el límite hacia el medio menos denso (aire) y se refracta (ángulo β) y se transmite o, si α es demasiado grande, como en el caso 3, se refleja totalmente hacia la parte inferior derecha. El caso 2 representa la situación límite con un ángulo de rozamiento de la viga saliente [17].

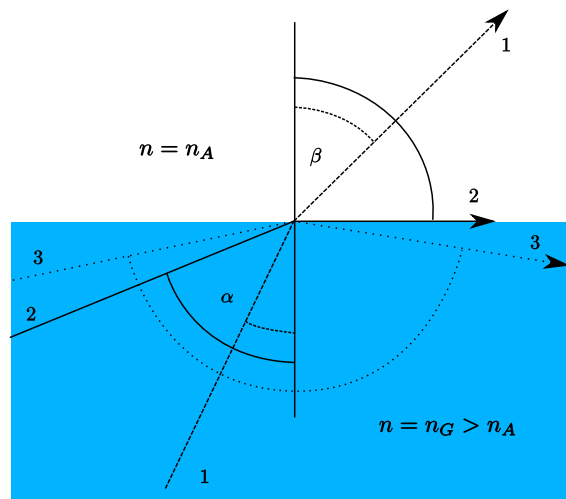


Figura 2.2: Esquema del funcionamiento de la reflexión total interna

Esto queda mas claro después de revisar la ley de refracción de Snell

$$\frac{\sin\alpha}{\sin\beta} = \frac{n_A}{n_G} \quad (2.1)$$

Y teniendo en cuenta que el seno de alfa no puede superar la unidad. En ese caso limitante

$$\sin\alpha_{crit} = \frac{n_A}{n_G} < 1 \quad (2.2)$$

2.2.2. Ventajas de los sensores de fibra óptica

Una de las mayores ventajas de los sensores de fibra es que tiene la capacidad de medir una amplia gama de parámetros en función de los requisitos del usuario final, una vez que se utiliza el tipo de sensor de fibra adecuado. Las ventajas de los sensores de fibra óptica, comparten todos los beneficios de las fibras ópticas y son excelentes candidatos para monitorear cambios ambientales / externos. Algunas de las ventajas de los sensores de fibra sobre los sensores electrónicos convencionales se enumeran a continuación:

- Ligero
- Pasivo / baja potencia.
- Resistente a interferencia electromagnética
- Alta sensibilidad.
- Complementario a las telecomunicaciones / optoelectrónica.
- Capacidad de multiplexación
- Posibilidad de detección multifuncional.
- Fácil acoplamiento a sistemas fotónicos.
- Robusto, más resistente a ambientes hostiles.

Aunque los sensores de fibra óptica tienen muchas ventajas en comparación con su contraparte eléctrica, existen algunas preocupaciones también con esta tecnología. Los principales inconvenientes incluyen el costo, la estabilidad a largo plazo, el mecanismo de transducción menos eficiente y la complejidad de sus sistemas de interrogación. Otra desventaja del sistema de detección de fibra es la falta de familiaridad del usuario final al tratar con el sistema. A medida que se realizan más esfuerzos de investigación, comercialización y estandarización, se espera que algunas de las desventajas actuales se extingan en un futuro cercano[23].

2.3. Micro/nanofibras ópticas

En las últimas dos décadas, los avances en microfabricación y una serie de métodos de fabricación innovadores, como el taladrado por láser, el micromoldeo y el mecanizado avanzado de descarga eléctrica, llevaron a la producción de una gran cantidad de componentes de microescala a precios económicos. Algunos ejemplos incluyen sistemas microelectromecánicos (MEMS), micromáquinas, microfluidos, dispositivos y circuitos de laboratorio en un chip, MEMS ópticos, pantallas planas en miniatura y células solares [23]. Los avances en el desarrollo de tecnología de fibras ópticas desempeñan un papel importante para el monitoreo y seguridad del medio ambiente, así como el sensado de parámetros biológicos y químicos. La nanotecnología promueve el desarrollo de dispositivos miniaturizados, rápidos, y de menor consumo de potencia, a base de fibra óptica. Las micro/nanofibras ópticas (MNFOs) han surgido como una combinación de la nanotecnología y la tecnología de fibras ópticas [2]. Las dimensiones del transductor para un sensor de fibra convencional están determinadas por las dimensiones de la fibra óptica estándar, de la cual, el diámetro de la fibra, normalmente se encuentra en el orden de cientos de micrómetros. La fabricación de sensores a nanoescala requiere técnicas capaces de fabricar fibras ópticas con núcleos de diámetro submicrométrico o, alternativamente, la modificación de las fibras estándar existentes mediante la fabricación de nanoestructuras en el extremo o en el lado de las fibras. Las sondas de fibra de tamaño submicrométrico generalmente se fabrican calentando y estirando fibras ópticas de tamaño regular [3].

El resultado es un estrechamiento biconico que proporciona una conexión sin pérdidas sin problemas a otros componentes de fibra. Al controlar la velocidad de tracción durante el proceso de fabricación, el perfil cónico se puede ajustar para adaptarse a la aplicación. Fabricadas con esta técnica, las micro y nanofibras (MNF) exhiben propiedades ópticas y mecánicas notables, que incluyen grandes campos evanescentes, fuerte confinamiento óptico, flexibilidad, capacidad de configuración y robustez. Estas características deseables que han llamado mucho la atención en los últimos años hace de las MNF una excelente plataforma para sensores ópticos [23].

2.3.1. Propiedades ópticas: modos guiados en micro/nanofibras ópticas

La principal de las propiedades de las fibras ópticas es el guiado óptico, esta propiedad se mantiene presente en las MNFOs siendo de gran importancia para aplicaciones ópticas y fotónicas. En las MNFOs la radiación se propaga a través del núcleo en forma de modos (posibles configuraciones del campo eléctrico en la guía de onda), estos modos son descritos a partir de su estado cuando el índice efectivo se encuentra entre los índices de refracción del núcleo y el revestimiento de la fibra óptica. El índice efectivo decreciente a medida que las dimensiones de la fibra óptica se reducen, por lo que los modos son guiados en la fibra óptica debido a la interfaz creada entre el

revestimiento y el aire.

Para el análisis de los modos de propagación en MNFOs se deben resolver las ecuaciones de Maxwell mediante la aproximación analítica de los modos guiados débilmente, y las propiedades de las MNFOs son descritas a través de su modelo matemático[2].

2.4. Campo evanescente

Los sensores de fibra de campo evanescente realizan la función de detección a lo largo de la longitud de la fibra utilizando la interacción entre las ondas evanescentes y el entorno local que rodea la superficie de la fibra. En las fibras convencionales monomodo o multimodo, la luz se propaga por medio de la reflexión interna total (TIR). Sin embargo, para la luz que se refleja en ángulos cerca del ángulo crítico, una parte significativa del campo electromagnético se extiende hacia el revestimiento que rodea el núcleo. Este fenómeno se conoce como campo evanescente. La potencia dentro de este campo evanescente decae exponencialmente con la distancia desde la superficie del núcleo. La profundidad de penetración de la onda evanescente, d_p , es la distancia a la que la intensidad del campo se ha reducido a $1/e$ [23]:

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{n_{co}^2 \sin^2\theta - n_{cl}^2}} \quad (2.3)$$

Donde:

λ es la longitud de onda de la fuente de luz

θ es el ángulo de incidencia de la luz en la interfaz núcleo / revestimiento

n_{co} y n_{cl} son los índices de refracción del núcleo y del revestimiento.

En una fibra de diámetro uniforme, el campo evanescente decae a casi cero dentro del revestimiento. Por lo tanto, la luz que se propaga en fibras revestidas de diámetro uniforme estándar no puede interactuar con el entorno de la fibra (Figura 2.10b). Si bien las fibras ópticas originalmente estaban destinadas a la propagación de la luz con una pérdida mínima, para la detección, es fundamental que la luz interactúe con el entorno de la fibra. Una forma de lograr esta interacción es exponer el campo evanescente de la luz transmitida. Por ejemplo, si el revestimiento de una fibra se reduce o elimina, el campo evanescente penetra en el medio adyacente al núcleo de la fibra. Los primeros estudios de sensores de campo evanescentes incluyeron estructuras de fibra en las que el revestimiento se retiró uniformemente a lo largo de una distancia de la fibra y se expuso al medio circundante o se reemplazó por el analito. El mensurando se detecta a través de la absorción de la onda evanescente, lo que crea fugas y modula la intensidad de la luz.

Desafortunadamente, en esta sencilla configuración sin revestimiento, la profundidad de penetración del campo evanescente suele ser demasiado pequeña para una detección eficiente. Para superar este problema, se han propuesto varias técnicas para aumentar

la interacción con el campo evanescente hasta la fecha. Algunos de ellos son los siguientes: el uso de fibras especiales, como fibras D o fibras microestructuradas, flexión de fibras, que altera el ángulo de lanzamiento de la luz, incrementa la longitud de onda, y reducción de la fibra. La última técnica, la reducción de la fibra, ha demostrado ser la más versátil y probablemente la más popular hasta la fecha, tanto en entornos de laboratorio como industriales. Los cambios en la respuesta del sensor que surgen del campo de evanescencia son muy versátiles, ya que se pueden detectar solos, amplificados o detectados junto con varios métodos ópticos. Los mecanismos utilizados en la detección de evanescentes dependen de los analitos y de la aplicación del sensor. Incluyen cambios en la potencia de salida debido a cambios de RI solos (sensores evanescentes basados en la intensidad), absorción del campo evanescente (sensores basados en la absorción), fluorescencia (sensores basados en la fluorescencia), sensores basados en SPR y modos de galería de susurros (WGM) (Sensores basados en resonador de microfibra WGM). En general, los sensores basados en la excitación de la onda evanescente tienen la ventaja de la detección específica de la superficie. La profundidad de penetración limitada de la onda evanescente permite la separación espacial de las moléculas unidas a la superficie de las especies interferentes presentes en la solución global.

2.5. Fabricación de micro/nanofibras ópticas

Las microfibras típicas se fabrican a partir de materiales amorfos, como vidrio y polímeros. Para estos materiales amorfos, el dibujo físico de arriba hacia abajo ha demostrado ser muy exitoso para producir microfibras con sección transversal circular, diámetro uniforme, superficie lisa y gran longitud [4]. A continuación, una breve descripción de las técnicas más comunes. Las microfibras de vidrio generalmente se fabrican mediante un dibujo cónico de fibra de vidrio o vidrio a granel a alta temperatura, como se ilustra en la figura 2.3. La fuente de calentamiento puede ser una llama (generalmente una llama de hidrógeno), un calentador eléctrico o un tubo calentado con láser[4]. Las condiciones de la fuente de calor y propiedades del material, intervienen en la fabricación, en aspectos como la velocidad de estiramiento variando de micrómetros a metros por segundo. Al controlar con precisión la velocidad de estiramiento, las condiciones de calentamiento y, posteriormente, el perfil geométrico de la región que se estrecha, puede exhibir una microfibra extraída de una fibra de vidrio estándar, con ambos extremos conectados naturalmente a la fibra original (generalmente llamada microfibra bicónica o fibra cónica (taper fiber)).

Para el guiado óptico, una excelente uniformidad geométrica, así como una superficie lisa en las MNFOs son características críticas para garantizar que se tengan pocas **perdidas** y la menor relación señal a ruido, por ello, es importante el proceso de fabricación de las MNFOs[24].

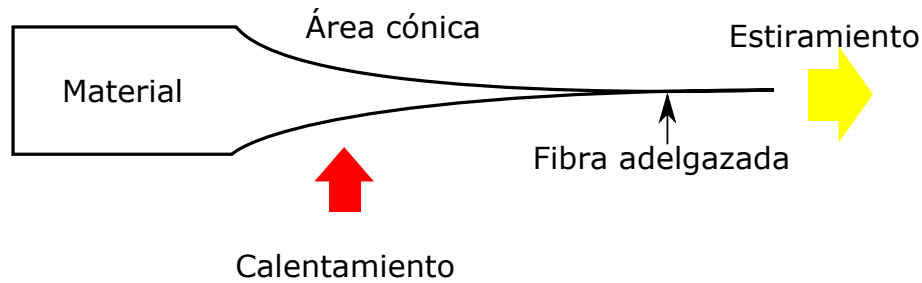


Figura 2.3: Diagrama esquemático de la técnica de dibujo cónico [4]

En la siguiente sección se muestra una técnica que permite tener el adelgazamiento en la zona central de nuestra fibra, manteniendo los extremos de tamaño estándar para asegurar la conexión sin **perdidas** con otros dispositivos.

2.5.1. Técnica flame-brushing

En la literatura podemos encontrar que los métodos más utilizados en la fabricación de MNFO, consisten en el calentamiento a partir una fibra óptica estándar. En esta técnica, la fibra óptica estándar es sujeta en sus extremos a dos bases. La región central de la fibra óptica es calentada por una fuente de calor (por ejemplo, una flama de hidrógeno) que recorre una sección de la fibra óptica para calentarla hasta que el material presente un estado viscoso que permite el estiramiento al aplicar una fuerza, en este caso, mediante las bases a las que se sujeta la fibra óptica [2]. El nombre flame brushing se debe a que la flama barre cierta sección de la fibra óptica, lo que permite su estiramiento mediante la fuerza de arrastre de las bases a la que está sujeta la fibra óptica, las bases se mueven en sentido contrario, como se aprecia en el esquema en la figura 2.4. La mayor ventaja de esta técnica, es que permite la conexión de dispositivos ópticos y las MNFOs en el proceso de fabricación.

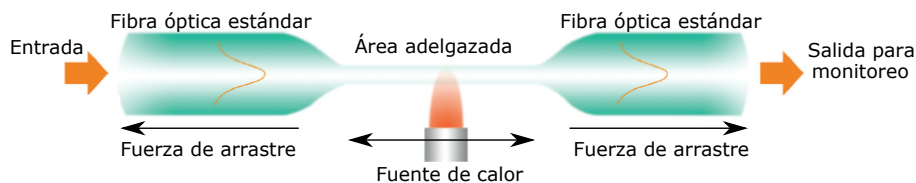


Figura 2.4: Esquema de la técnica flame-brushing para la fabricación de MNFO

2.6. Técnica de deposición láser a lo largo de micro/nanofibras ópticas

En los años recientes el uso de nanotecnología ha sido de gran interés, las propiedades que presentan los nanomateriales son de gran utilidad en diferentes áreas, con deposiciones de nanomateriales se han logrado películas delgadas, que presentan características muy interesantes. En el uso de sensores de fibra óptica, al combinar las propiedades de estas dos tecnologías se han mejorado la selectividad, sensibilidad y tiempo de respuesta de sensores. La deposición de nanomateriales lleva un grado de dificultad dependiendo la técnica que se desea usar. En este capítulo se abordan algunas técnicas de deposición, y se hace énfasis en la técnica por radiación óptica para la deposición de nanoestructuras a lo largo de las fibras ópticas.

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En este capítulo se describen los pasos realizados en los diferentes procesos para la preparación, revisión y fabricación de las MNFOs. Más adelante se describe el proceso para la deposición de nanopartículas metálicas sobre las MNFOs, para después hacer la comparación de sus características ópticas antes y después de la deposición de nanopartículas metálicas, y finalmente se describe el proceso experimental para analizar el comportamiento del dispositivo óptico fabricado, con gases como el metano. Los procesos que se llevaron a cabo para el desarrollo experimental son los siguientes:

- Preparación de los materiales para la fabricación de las MNFOs.
- Fabricación de las MNFOs usando el sistema mecatrónico mediante la técnica *flame – brushing*.
- Revisión de la MNFO fabricada utilizando microscopio óptico.
- Caracterización de la MNFO mediante la propagación de radiación óptica.
- Deposición de nanopartículas metálicas en la superficie de las MNFO usando la técnica de goteo y Fotodeposición.
- Elaboración de cámara hermética para pruebas con gas.

3.1. Fabricación micro/nanofibras ópticas

La fabricación de MNFOs se hace mediante el sistema mecatrónico con el que cuenta el Laboratorio de Sistemas Fotónicos y Nanoóptica de la FCE BUAP, mediante la utilización de la técnica *flame – brushing*, el cual ha sido utilizado anteriormente en otros trabajos [2][3], donde se ha demostrado que la técnica *flame – brushing* ofrece un mejor control sobre la fabricación de MNFOs y ha dado buenos resultados. El proceso de fabricación, consiste en el adelgazamiento de una sección intermedia de una fibra óptica estándar; manteniendo los extremos de tamaño original de la fibra estándar, dando la oportunidad de conexión directa con otros dispositivos ópticos.

En la figura 3.1 se observan el esquema de una MNFO, adelgazada usando la técnica *flame – brushing*, en este esquema se tienen los extremos del tamaño normal de una fibra óptica estándar, siguiendo el esquema tenemos las áreas de transición, las cuales le dan el nombre de fibra cónica, que conectan con el área adelgazada en la fibra, también conocida como *cintura*. Se consideran MNFO, a partir de las dimensiones de la *cintura*; en inglés se les conoce como fibras ópticas taper por la región cónica.

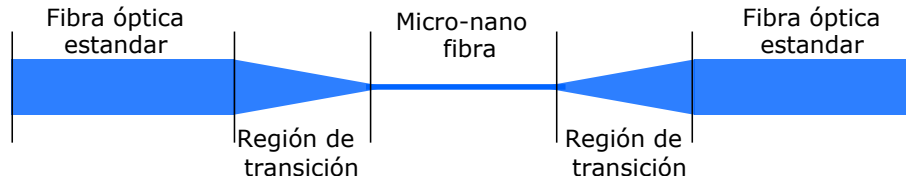


Figura 3.1: Esquema de una MNFO

A continuación, se da una breve descripción del proceso que hace el sistema para la fabricación de MNFOs:

1. El sistema para la fabricación utiliza una interfaz diseñada en LabVIEW, a través de esta se controlan los parámetros para la fabricación de las MNFOs, se determinan los pasos para los motores encargados del estiramiento de la fibra óptica estándar y la configuración del sistema de calentamiento.
2. El sistema de calentamiento; está conformado por dos partes:
 - a) La fuente de calor, un soplete comercial, a base de gas butano, el cual se aplica en el área a estirar de la fibra óptica.
 - b) Mecanismo de posición, mecanismo encargado de la oscilación de la fuente de calor sobre el área a adelgazar, este se configura usando la interfaz de estiramiento, además de la posición de la flama.
 - c) El sistema de estiramiento, conformado por dos bases Newport 561-D, donde cada una cuenta con su propio soporte. Estas bases ejercen una fuerza igual en sentidos opuestos, lo que permite el adelgazamiento de la fibra óptica.

Los contenedores de plástico (figura 3.2) se fabricaron a la medida de los porta objetos para almacenar las MNFOs fabricadas, con la finalidad de poder manipularlas para la deposición de las nanopartículas, mantenerlas protegidas del polvo y para transportarlas al equipo para caracterizarlas.



Figura 3.2: Fotografía de bases de plástico para las MNFOs

3.2. Caracterización óptica mediante propagación de radiación óptica

Al terminar la fabricación de las MNFOs, se determinan las pérdidas de radiación, a partir de la potencia transmitida, por lo cual se lleva a cabo la conexión de la MNFO con un láser. En la figura 3.3 se muestra el esquema experimental del arreglo utilizado para la caracterización de las MNFOs, este arreglo se compone de tres partes, la fuente de radiación óptica o láser, que está conectada de un extremo de la MNFO, la MNFO y el sensor óptico que muestra la potencia de salida de nuestra fibra fabricada.

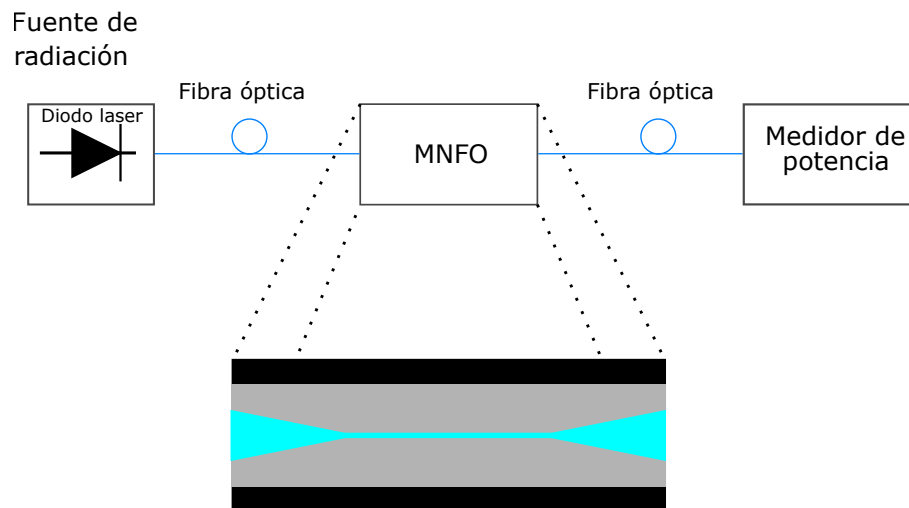


Figura 3.3: Esquema del arreglo experimental para caracterizar la transmisión de potencia óptica en una MNFO

Para la conexión de la MNFO, una vez fabricada se coloca en un portaobjeto para

transportarla y evitar dañarla. Se preparan los extremos de la MNFO para la conexión, retirando aproximadamente 5 cm de recubrimiento, los limpiamos usando un paño con alcohol isopropílico, usando una cortadora de fibra se hace un corte transversal, al hacer un corte limpio, aseguramos menos pérdidas de transmisión, utilizamos una fusionadora para hacer el empalme de nuestra MNFO y la fuente de radiación láser.

3.3. Deposición de nanopartículas metálicas

En esta sección se describe el proceso de deposición de nanopartículas sobre la superficie de la MNFO, utilizando la técnica de fotodeposición. Las nanopartículas que se usaran para las deposiciones son nanotubos (figura 3.4 (a)) de oro con un diámetro de 10 nm, con un pico de absorción a 980 nm y nanoesferas de plata (3.4 (b)) de 100 nm.

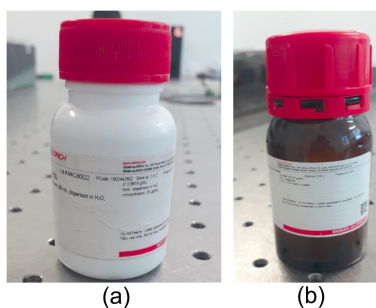


Figura 3.4: Frasco con nanopartículas de oro

Se prepara una disolución con nanopartículas, las 3 concentraciones de la disolución usada son: 0.2 ml de nanopartículas y 1 ml de agua, 0.2 ml de nanopartículas y 0.5 ml de agua, muestra tomada directamente del frasco. Una vez lista la disolución con nanopartículas, se introduce al baño ultrasónico (figura 3.5), esto para agitar la disolución y tener las nanopartículas lo más dispersas en la solución como sea posible.



Figura 3.5: Fotografía de limpiador ultrasónico

Para la deposición de nanopartículas se conecta la MNFO a la fuente de radiación óptica y se monitorea la potencia óptica de salida. Una vez que el arreglo está conectado, se enciende la fuente de radiación óptica y se hace incidir radiación en el extremo de nuestra MNFO, se localiza la región más delgada de la MNFO y se deposita una pequeña gota de la disolución preparada previamente usando una jeringa (capacidad 1 ml) como se muestra en la figura 3.6. Para ubicar la zona más delgada se utiliza un microscopio digital, el cual se puede conectar a la computadora y observar el proceso de secado de la gota (figura ??).

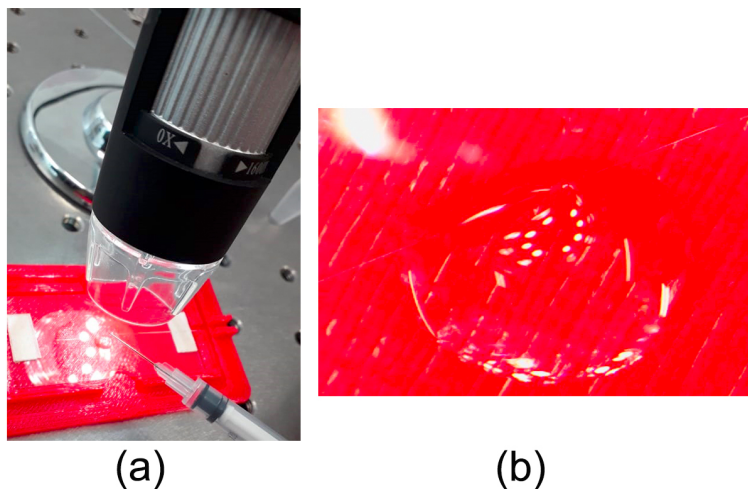


Figura 3.6: Deposición de gota con disolución de nanopartículas sobre la MNFO

La potencia de salida de la radiación óptica se monitorea para observar los cambios mientras se hacia la deposición, una vez la gota con nanopartículas se secaba, había que esperar que el valor se estabilizara para comprobar que había terminado el proceso de deposición, este puede durar de 15- 25 minutos. La muestra con nanopartículas, se toma del frasco después de agitarlo y se depositaba una pequeña cantidad en un dial (capacidad 2 ml) el cual se puede manipular de manera más libre, este se introduce en el baño ultrasónico para asegurar una correcta composición en la disolución a usar, evitando el asentamiento de nanopartículas.

3.4. Detección de gases usando micro/nanofibras ópticas

Para la detección de gas se construyó una caja hermética hecha de acrílico, esta para poder colocar una MNFO en el interior y evitar el contacto con el gas.

En la figura 3.7 se observa un arreglo similar que en la sección anterior, agregando tramos extra de fibra, ya que la fibra monomodo permite perdidas muy bajas en las conexiones, estas pérdidas no presentan un problema, y se agregan conectores en los

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

extremos que salen de la caja para su conexión a los dispositivos sin necesidad de fusiones, también se revisaron las pérdidas de cada conector. Se introduce la MNFO dentro de la cámara gas, donde se tiene una conexión con el gas manteniendo el flujo con una válvula.

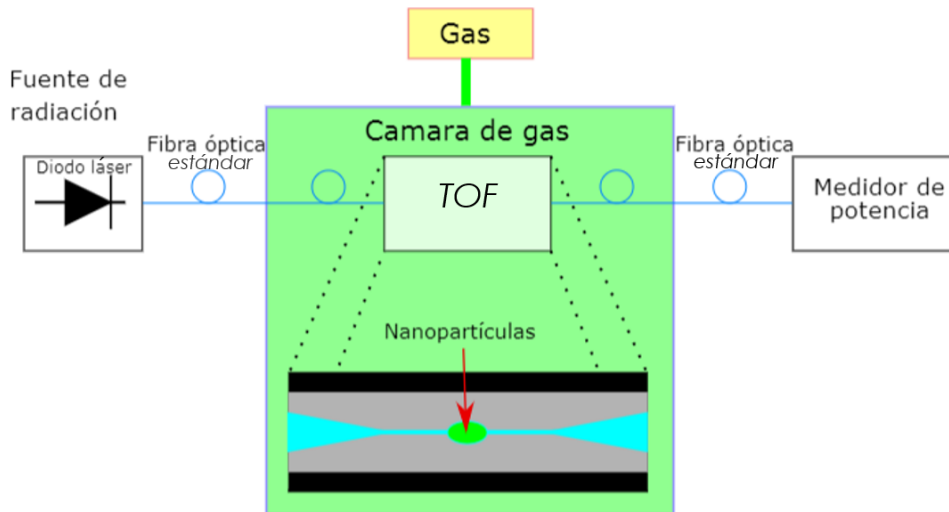


Figura 3.7: Esquema del arreglo experimental para la detección de gas utilizando una TOF con nanopartículas ya depositadas

En las pruebas se utilizó gas butano y metano, para determinar si las MNFOs funcionalizadas con nanopartículas detecta la presencia de estos gases (figura 3.8).

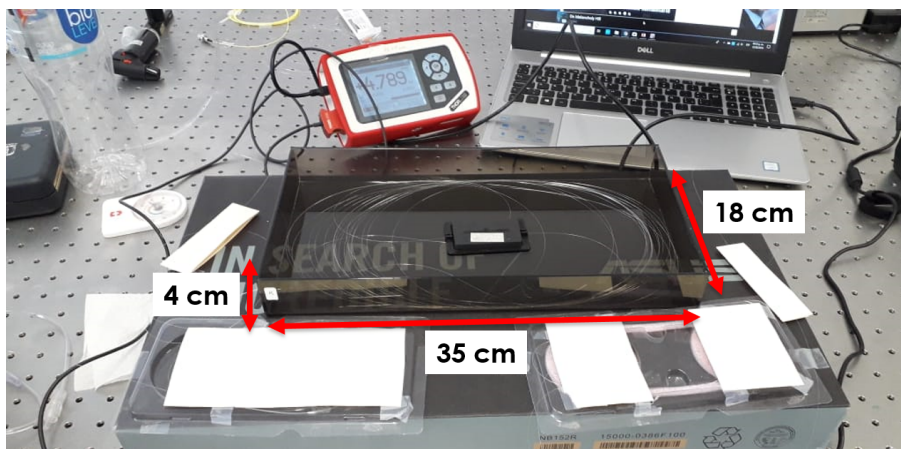


Figura 3.8: Fotografía del arreglo experimental usando la cámara de gas.

Capítulo 4

Resultados

En esta sección se muestran los resultados de las simulaciones, procesos y experimentos realizados hasta el momento.

4.1. Simulaciones

A través del software COMSOL V5.3, figura 4.1, es posible simular las propiedades físicas de materiales y varios procesos, para obtener los resultados de la física que implica usar fibras ópticas, MNFs y el campo evanescente. Se obtuvieron resultados con simulaciones en 2D, donde se variaron los índices de refracción y el diámetro de la fibra óptica.

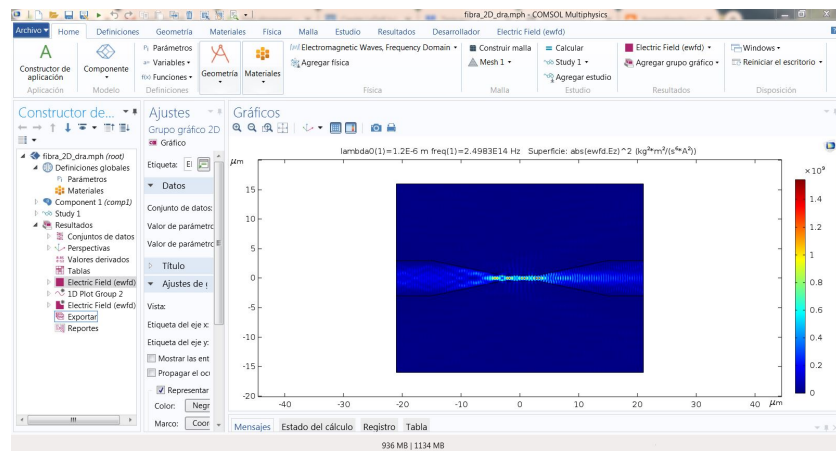


Figura 4.1: Captura de pantalla de COMSOL 5.3

En la figura 4.2 (a), se tiene el extremo de una fibra óptica con un diámetro mayor a la longitud de onda, y en la figura 4.2 (b) el extremo de una fibra de un diámetro menor a la longitud de onda.

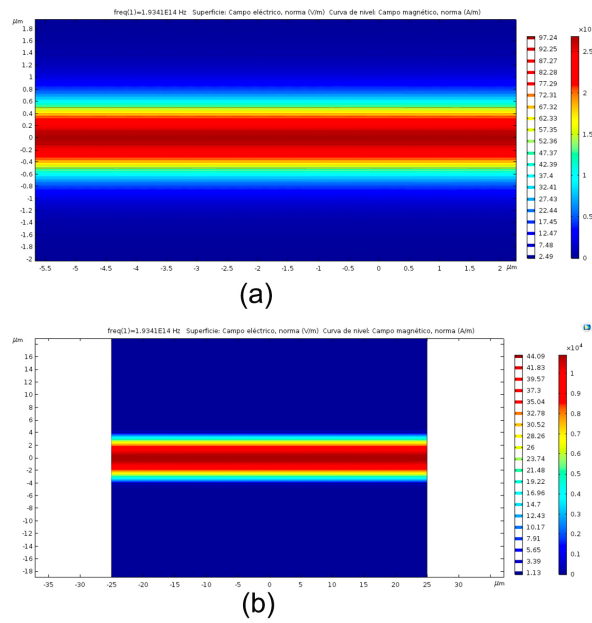


Figura 4.2: Micro-nano fibra óptica con diámetro de (a) $8\mu\text{m}$ y (b) $1\mu\text{m}$

En la figura 4.3 (a) se tiene una sección lateral de una fibra óptica, al igual que el caso anterior con un diámetro mayor a la longitud de onda y en la figura 4.3(b) una fibra de vidrio de vista lateral con un diámetro menor a la longitud de onda.

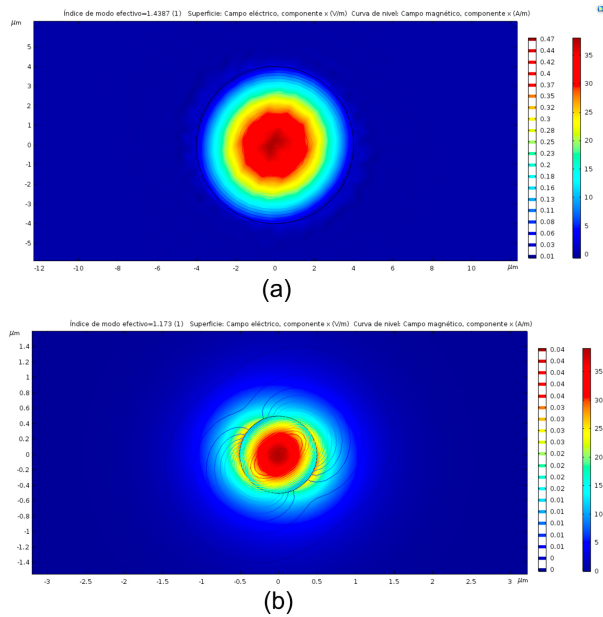


Figura 4.3: Sección lateral de la micro-nano fibra óptica con diámetro de (a) $8\mu\text{m}$ y (b) $1\mu\text{m}$.

4.2. Caracterización por espectrometría de dispersión de energía de rayos X

La fabricación de las micro/nano fibras, es un proceso donde esta expuesta a diferentes elementos que pudieran contaminarla a pesar de las medidas utilizadas para la fabricación y almacenamiento, se revisa que todo el material sea estéril de elementos que puedan afectar las mediciones, con la utilización de alcohol isopropílico, baño ultrasónico y un soplete que usa butano extra purificado, todo esto para eliminar contaminantes en la fibra y en los materiales usados. Se utilizan microscopios con los cuales se examina la fibra fabricada, aunque esto únicamente nos da una visión limitada de los elementos que se pueden observar. Por lo que es necesario un método mas fiable para asegurar que la fibra fabricada se encuentra libre de contaminantes y elementos no deseados.

La espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS, por sus siglas en ingles), es una técnica de análisis químico superficial, donde se mide la energía de los rayos x emitidos por la muestra(figura 4.4), identificando elementos por la energía que refracta cada material.

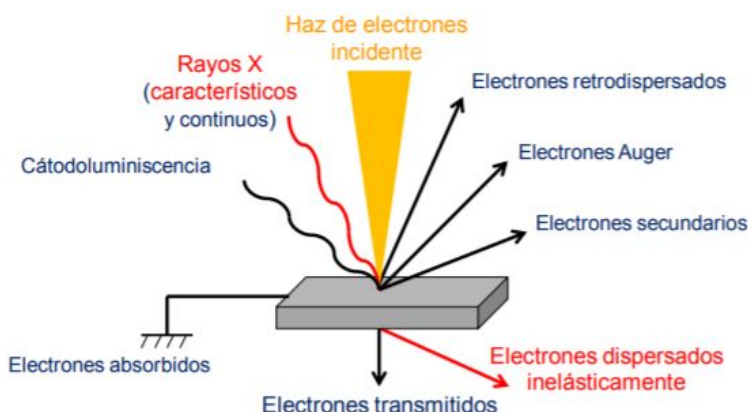


Figura 4.4: Funcionamiento de la espectrometría de dispersión de energía de rayos x

Los electrones del haz pierden energía al interactuar con la muestra. posteriormente llega a la capa interna donde los electrones están unidos al núcleo con mayor fuerza, cuando un electrón acelerado interactúa con un átomo tiene que atravesar en primer lugar la capa externa donde los electrones del átomo están más débilmente enlazados, y finalmente puede llegar hasta el núcleo atómico, el electrón perderá mayor energía al penetrar más profundamente.

Para llevar a cabo el análisis por la técnica EDS, se hace con el microscopio electrónico de barrido (SEM). En este caso las mediciones se realizaron en el Centro Universitario de Vinculación, en donde el servicio de caracterización de las muestras tiene costo.

Para conocer la composición química elemental de todos los elementos que intervienen en la caracterización (portaobjetos de vidrio, fibra óptica estándar, fibra estándar sin recubrimiento, MNFO y el portamuestras del SEM). Todas estas muestras son puestas en el portamuestras del SEM una al costado de la otra para ser estudiadas.

■ **Para el portaobjetos:**

La figura 4.5 (a) representa la composición química del portaobjetos de fábrica. Como se puede observar, al ser vidrio los principales elementos son oxígeno y silicio, sin embargo también se encuentra sodio, carbono, magnesio, calcio y aluminio. En este caso, el carbono se descarta como parte del portaobjetos, debido a que la cinta con la que se sujeta el portaobjetos al SEM es de carbono se considera que se debe a esta.

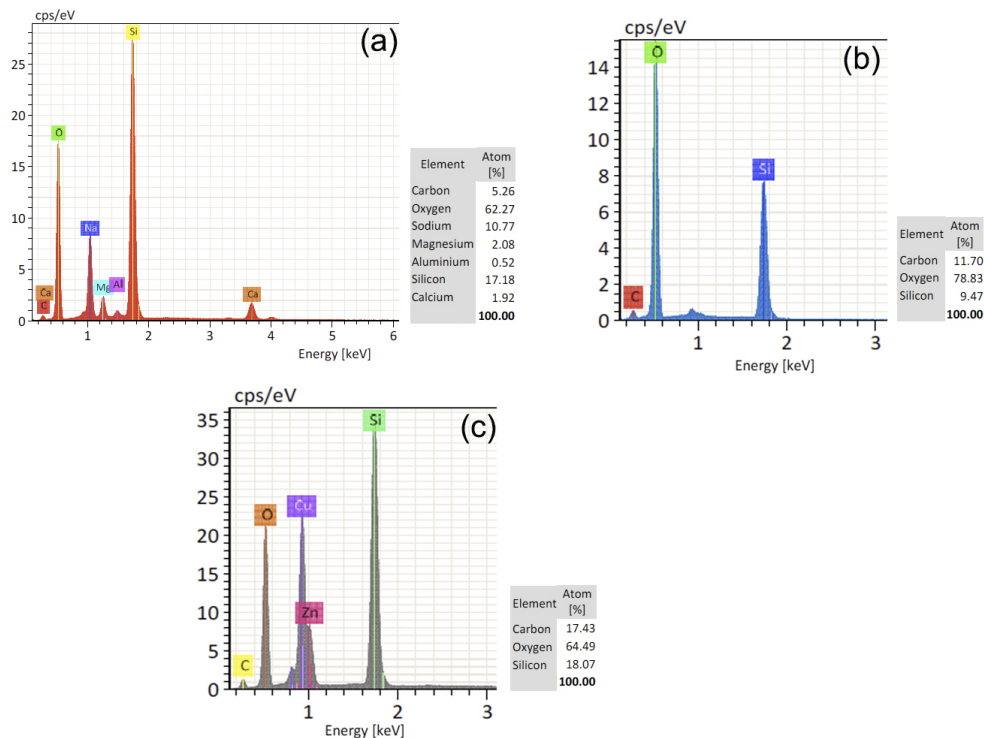


Figura 4.5: Composición química obtenida por EDS para (a) Portaobjetos, (b) fibra óptica sin revestimiento y (c) MNFO.

- Para la fibra estándar sin recubrimiento: La figura 4.5 (b) corresponde a la composición química elemental de una fibra óptica sin revestimiento. Se ha limpiado la superficie con alcohol isopropílico y unos paños que no dejan residuos. El oxígeno, un elemento muy abundante en esta caracterización forma parte de lo que queda de recubrimiento y de la interfaz del revestimiento. Como se tiene 9.47 % atómico de Silicio de composición química en esta nueva superficie, y como se conoce que

tanto el revestimiento como el recubrimiento están formados por la fórmula general SiO_2 , entonces debe haber 2 oxígenos por un silicio (aproximadamente 19% de átomos de oxígeno), el resto debe pertenecer al revestimiento.

- Para la MOF: En la figura 4.5 (c) se aprecia la presencia de dos nuevos elementos, el cobre y zinc, que en este caso se deben al portamuestras del SEM. El carbono, se considera que se presenta debido a la cinta con la cual se sujeta la fibra al porta muestras, la cual es de dicho material.

Usando el EDS para identificar los elementos presente en una fibra recién fabricada, se puede asegurar que mientras no exista la presencia de carbono (C) la fibra es funcional. A continuación se muestran los resultados obtenidos después de analizar una micro/nano fibra sin deposiciones (limpia). En este análisis se reviso la área adelgazada en la fibra(figura 4.6 (a)), donde se selecciono un punto en el area adelgazada para aplicar el EDS, se obtuvieron los valores de energía de los elementos detectados (figura 4.6 (b)), en la figura 4.6 (c) se observan la cantidad comparativa de los elementos detectados.

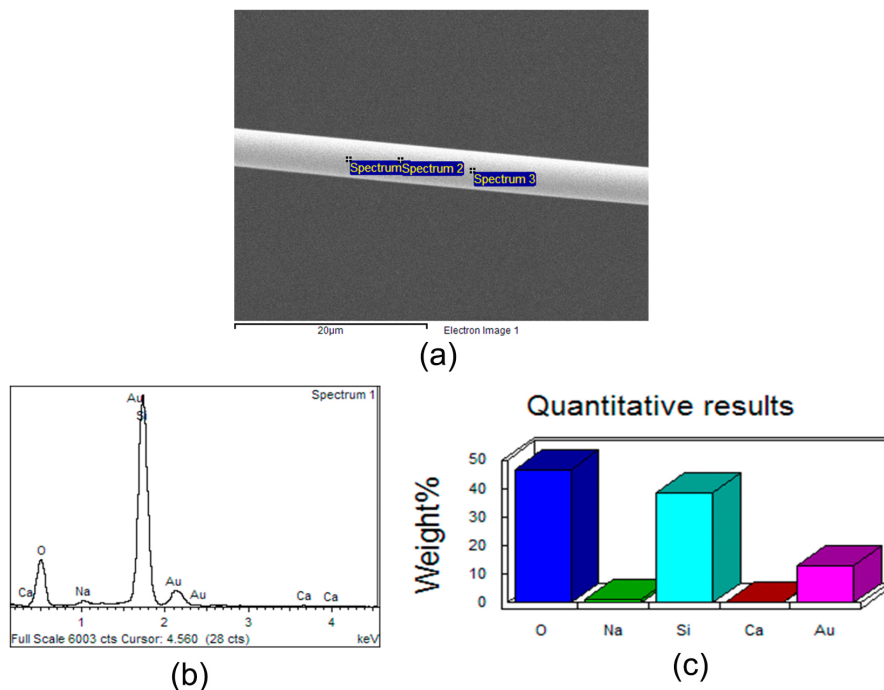


Figura 4.6: (a) Imagen de SEM de la sección más delgada de la MnF_2 , (b) componentes químicos detectados por EDS y (c) porcentaje correspondiente.

En este análisis en la región mas delgada de la fibra, se detectaron oxígeno (O), sodio (Na), silicio (Si), calcio (Ca) y oro (Au), como se observa los elementos predominantes son oxígeno, silicio y oro, esto ya que al hacer análisis el medio que lo rodea se conforma

por oxígeno, silicio es el material principal en las fibras ópticas y oro, este último está presente por su conductividad es utilizado para mejorar el análisis, aplicando una película de 2 nm sobre la muestra a analizar, los elementos sobrantes sodio y calcio se encuentran en un nivel tan pequeño en comparación, que se pueden descartar, se puede decir que la fibra se encuentra limpia de contaminantes para futuros usos.

4.3. Deposición de nanopartículas sobre micro/nanofibras ópticas

Se realizaron pruebas con nanopartículas de oro y plata, utilizando MNFO con un rango de $2.5 \mu\text{m}$ a $3.5 \mu\text{m}$ de diámetro revisadas con el microscopio digital (figura 4.7) con el que cuenta el laboratorio, estas fibras en pruebas donde se expusieron únicamente al aire mantuvieron una transmisión de potencia estable, donde presentaban incremento de potencia de unos μW , a diferencia de las MNFO fabricadas con un diámetro mayor a $5 \mu\text{m}$, las cuales variaban su potencia transmitida con el tiempo.

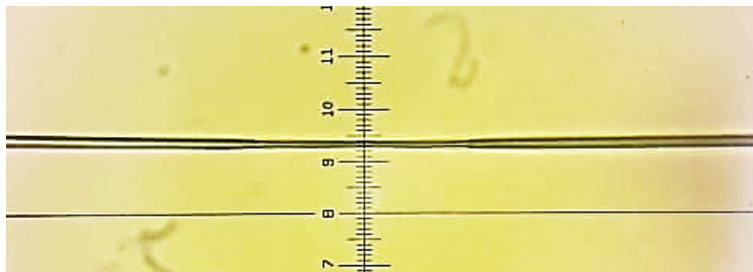


Figura 4.7: MNFO de $2.5 \mu\text{m}$ de diámetro vista a través de microscopio óptico con aumento de 40x

Como se aprecia en la figura 4.10, una vez que se ha implementado el arreglo experimental para la deposición se utiliza un microscopio digital el cual se conecta a la computadora, para revisar la superficie de la MNFO y ubicar el área más delgada, en casos especiales al usar el láser de 980 nm se puede observar puntos brillantes (figura 4.9) en esta con el uso del microscopio digital, ya que la luz infrarroja es visible para sensores de cámaras digitales.

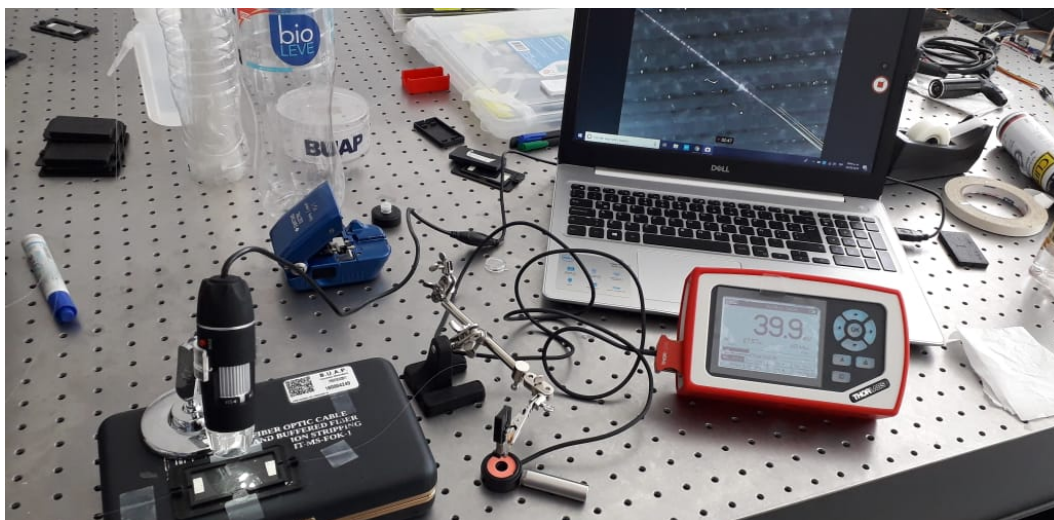


Figura 4.8: Arreglo experimental de deposición de nanopartículas, ubicando la área adelgazada con un microscopio digital

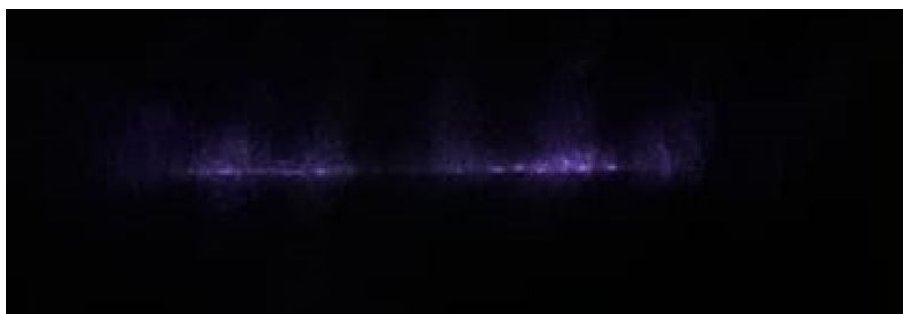


Figura 4.9: Puntos brillantes en la MNFO al transmitir radiación óptica de 980 nm

Para la solución que se utilizó en la deposición, con el uso de una jeringa se toman 0.2 ml y se colocan en un contenedor de 2 ml, y se agregan 1 ml de agua deionizada, se toma el contenedor y se pasa por baño ultrasónico donde agitará la solución. Una vez que se tiene conectado el arreglo se enciende la potencia para la deposición, ya que al usar una potencia alta mayor cantidad de las nanopartículas son atraídas a la fibra.

En la figura 4.10, se presenta tres imágenes obtenidas con el microscopio electrónico de barrido (SEM) de las MNFOs funcionalizadas con Au-NTs, aplicando diferentes potencias ópticas de entrada: a) 53 mW, b) 38 mW, c) 37 mW. Se observa como se depositan los Au-NTs en la superficie de la micro-nano fibra óptica, siendo mayor el número de nanotubos depositados a mayor potencia de entrada y viceversa.

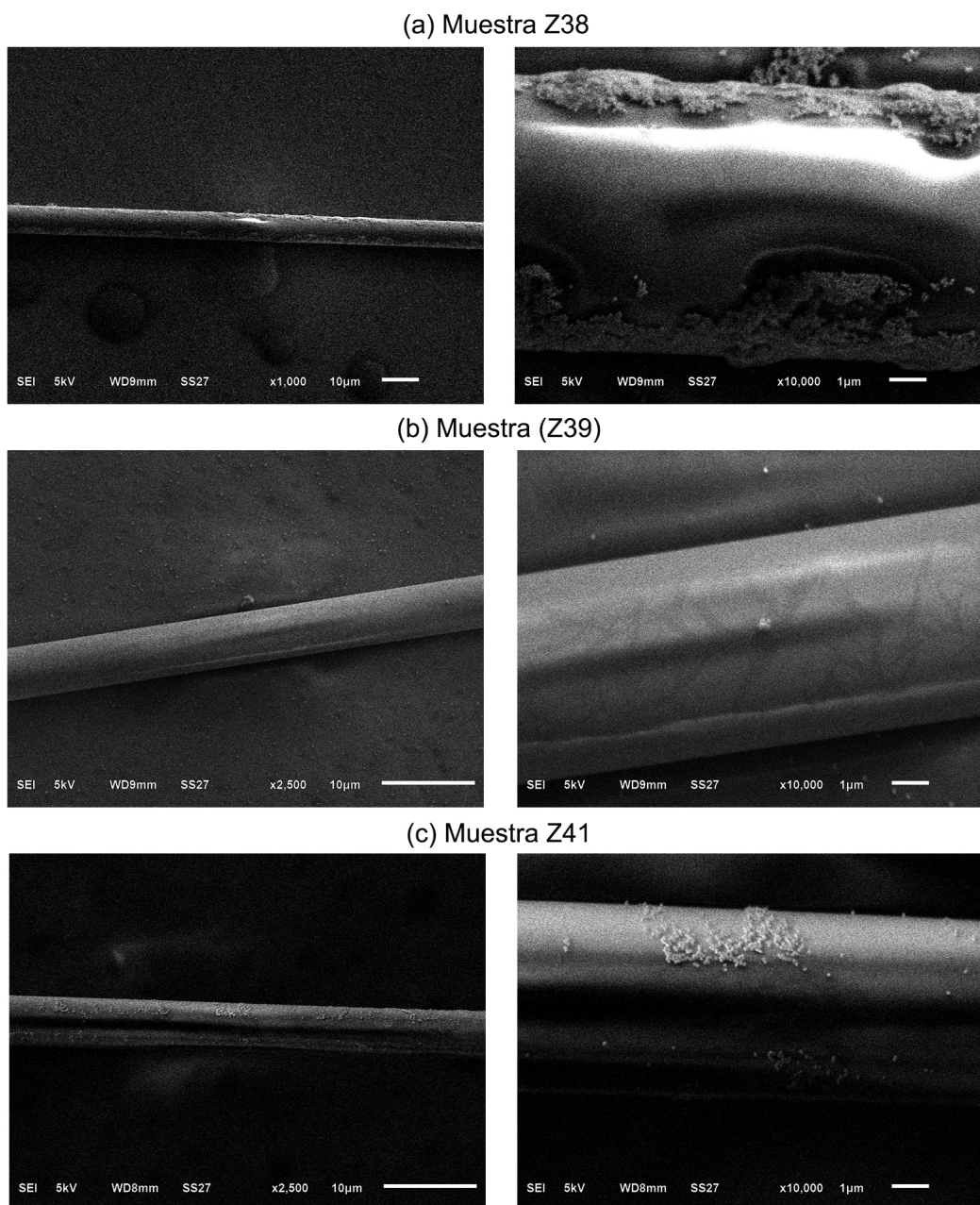


Figura 4.10: Imágenes SEM de la TOF funcionalizada con Au-NTs a diferentes potencias de transmisión de potencia óptica

Una vez funcionalizada la MNFO con los Au-NT, se caracterizó el comportamiento de la potencia de salida para los tres casos presentados en la figura 4.10, se presentan las gráficas de comportamiento de la potencia óptica de salida de las muestras Z38, Z39 y Z41. En la Tabla 4.1 se presentan las características de deposición de los Au-NTs, para las tres imágenes de SEM presentadas en la figura 4.10.

<i>NFibra</i>	<i>Deposición</i>	<i>Pent(mW)</i>	<i>Psal(mW)</i>	<i>Psuperior(mW)</i>	<i>Plinferior(mW)</i>	<i>Pfinal(mW)</i>
Z38	Nanotubos de oro	53	7.57	11.92	10.1	Se fue a cero la medición
Z39	Nanotubos de oro	38	4.91	4.91	0.8	1.38
Z41	Nanotubos de oro	38	11.41	12.45	3.77	4.47

Figura 4.11: Valores de potencia óptica de deposición de Au-NTs en la MNFO.

4.3.1. Variación de parámetros

Se hicieron deposiciones con diferentes concentraciones de nanopartículas de oro y plata, variando la longitud de onda entre 1550 nm y 980 nm, además de diferentes potencias para la deposición, estos parámetros influyen directamente en la cantidad de nanopartículas que se depositarán sobre la fibra adelgazada. Estas pruebas servirán para obtener la mejor combinación para la detección de gas metano. Las primeras pruebas se realizaron usando el láser de 980 nm con fibras adelgazadas de $3\mu\text{m}$, a las fibras utilizadas se le asigno el nombre de K# en el orden que se realizaron las deposiciones, las diferentes combinaciones de deposiciones se muestra en la tabla 4.1, en la tabla, la concentración se determina pura al tomar la muestra directa del envase y diluidas al combinar 0.5 ml de agua con 0.2 ml de Nps puras. En la segunda parte de las deposiciones se uso el laser de 1550 nm se usaron las mismas combinaciones de la primera parte, las fibras adelgazadas usadas se les asigno el nombre Z#.

Deposiciones		
Concentración	Nps	Potencia
Puras	Oro/Plata	5mW
		10mW
		15mW
		20mW
Diluidas	Oro/Plata	5mW
		10mW
		15mW
		20mW

Tabla 4.1: Tabla de combinaciones para deposición usando láser de 980 nm y 1550 nm

CAPÍTULO 4. RESULTADOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos de las deposiciones de nanopartículas de oro y plata, donde se muestra la potencia de entrada, la potencia de salida deseada para las pruebas, el tiempo de secado de la gota depositada con nanopartículas y la potencia al final de la deposición. Cada una de las deposiciones se hizo usando el arreglo en la sección anterior, donde se revisaba la estabilidad de potencia de salida de la fibra antes de la deposición, la deposición de una pequeña gota con NPs sobre el área adelgazada, y la revisión de estabilidad después de la deposición.

Fibra	Concentracion	PEnt (mW)	PSal (mW)	TSecado (min)	PSalGota (mW)
K1	Oro diluido	34	5	2:26	5.78
K2	Oro diluido	46	20	6:44	18.76
K4	Oro diluido	24	10	12:08	7.25
K6	Oro diluido	65	15	12:26	14.10
K7	Plata diluida	15	5	14:48	6.96
K9	Plata diluida	98	15	6:29	13.81
K10	Plata diluida	90	20	2	19.07
K12	Plata diluida	29	10	4:36	6.82
K15	Oro puro	84	10	2:30	11.02
K20	Plata pura	93	15	7:12	9.50
K21	Plata pura	83	5	1:52	0.802
K22	Plata pura	78	20	3:05	14.72
K24	Plata pura	50	10	1:11	9.90

Tabla 4.2: Tabla de resultados de las deposiciones usando el láser de 980 nm

Fibra	Concentración	PEnt (mW)	PSal (mW)	TSecado (min)	PSalGota (mW)
Z1	Oro diluido	23	5	3:54	5.09
Z2	Oro diluido	51	20	1:27	20.63
Z3	Oro diluido	33	15	8	15.59
Z4	Oro diluido	27	10	3:51	10.12
Z17	Plata diluida	24	5	7:33	4.86
Z18	Plata diluida	42	10	4:05	9.84
Z19	Plata diluida	31	20	2:25	19.64
Z20	Plata diluida	39	15	1:03	15.06
Z6	Oro puro	23	5	7:19	3.23
Z9	Oro puro	47	10	4:07	10.77
Z10	Oro puro	51	20	2:37	21.57
Z11	Oro puro	50	15	1:29	14.66
Z21	Plata pura	43	10	2:05	9.64
Z22	Plata pura	53	20	3:01	9.89
Z23	Plata pura	53	5	5	4
Z24	Plata pura	53	15	4	14.66

Tabla 4.3: Tabla de resultados de las deposiciones usando el láser de 1550 nm

4.4. Pruebas con gases

La detección usando fibras adelgazadas de $3\mu\text{m}$, es a partir de la interacción del campo evanescente con su entorno, en este caso la combinación de aire y gas, por lo que se comenzó viendo la interacción de una MNFO, sin deposición de nanopartículas, con el gas, usando la cámara de gas implementada y variando la longitud de onda de 980 nm y 1550nm. En las figuras 4.12 y 4.13 se muestran las salidas de la potencia óptica, en la cual se le dio un tiempo para su estabilización, se apago y encendió el láser viendo que la potencia se mantuviera estable, se introdujo gas a la cámara durante 30 minutos hasta que se estabilizara. En la figura 4.12, se puede observar que el comportamiento de la fibra adelgazada usando el láser de 980 nm es algo inestable al inicio, después de apagar y encender el láser podemos ver que se estabiliza la potencia, se procede a introducir el gas LP abriendo la válvula durante un tiempo, este produce un cambio en la potencia de salida de la fibra, al cerrar la válvula del contenedor de gas la potencia regresa al nivel anterior.

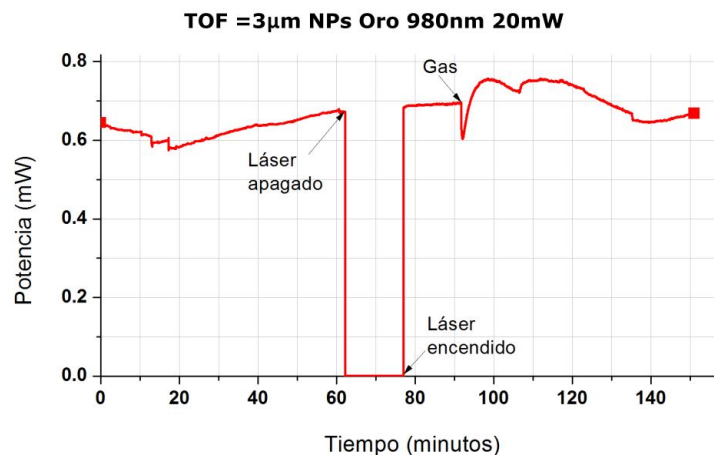


Figura 4.12: MNFO $3\mu\text{m}$ sin deposición dentro de la cámara usando láser de 980nm

En la figura 4.12, se utiliza el láser de 1550 nm, usando la misma potencia de entrada que en el caso de 980 nm, obteniendo una potencia de salida similar, esta pareciera tener más ruido en la medición que en el caso de 980 nm, manteniendo una mejor estabilidad, sin embargo al introducir la misma cantidad de gas, durante el mismo tiempo la potencia no varía. Esto nos indica que el gas usado no tiene reacción con la longitud de onda de 1550 nm, por lo que con base a la bibliografía revisada, se funcionalizarán con nanopartículas de oro o plata, para comprobar la sensibilidad de la misma en la detección.

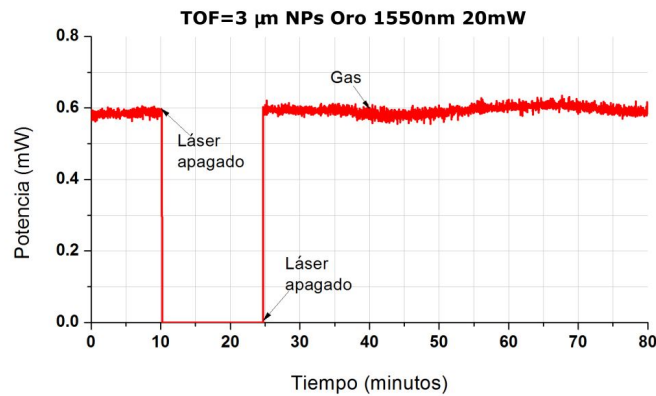


Figura 4.13: MNFO 3 μm sin deposición dentro de la cámara usando láser de 1550nm

4.4.1. Pruebas con plata

Al iniciar con las pruebas de gas, se probó la deposición de nanopartículas de plata y su comportamiento con los gases con los que se cuentan en el laboratorio, butano puro, cartucho de gas butano/propano y gas LP.

A continuación se muestran las pruebas de detección de gas: La primera prueba se hace usando nanopartículas de plata depositadas con una potencia de entrada a la MNFO de 50mW, después de la deposición. En la siguiente prueba se utilizan nanopartículas de oro con una potencia de entrada para su deposición de 37mW.

Al monitorear la potencia transmitida, usando el diodo láser de 1550 nm y las nanopartículas de plata, se aplicó la solución directa del frasco sin diluir sobre la MNFO, a las potencias antes mencionadas. El comportamiento de la potencia óptica a la salida se presentan en la figura 4.14 (a) y (b). Posteriormente, se coloca la MNFO funcionalizada con las nanopartículas en la cámara hermética, repitiendo el experimento y observándose un cambio al introducir gas en la cámara, figura 4.15. Después de que se estabilizara la potencia de salida se observa un decremento abrupto de ésta al introducir el gas en la cámara.

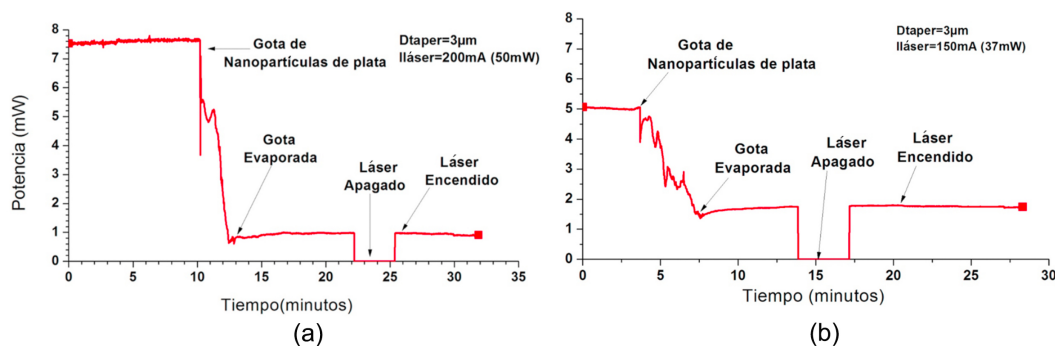


Figura 4.14: Deposición de nanopartículas con 200 mW de potencia

En la figura 4.15 se observa el mismo procedimiento, se hace incidir radiación óptica en la MNFO, se deja un tiempo de muestreo donde se asegura la estabilidad de transmisión, se deposita la gota de solución con nanopartículas, se da un tiempo para que el calor emitido por la radiación del campo evanescente de la MNFO coadyuve en el secado de la gota, el tiempo varía dependiendo la potencia de entrada y las pérdidas en la propagación de la radiación a través de la MNFO. Al quedar seca la gota la potencia óptica de salida se estabiliza, pasando unos minutos se apaga la fuente, revisándose posteriormente si al volver a encender el láser la potencia de salida continua estable en el mismo valor de potencia.

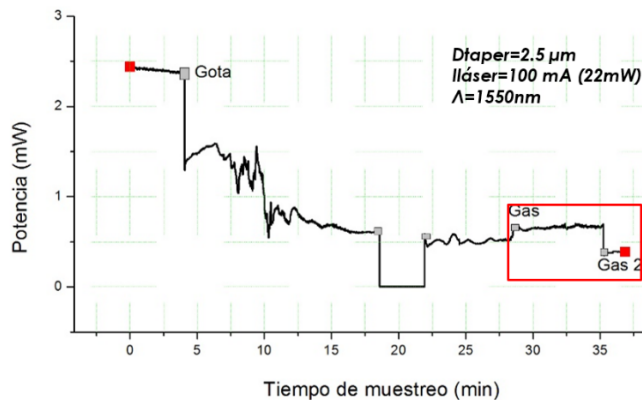


Figura 4.15: Deposición de nanopartículas con 100 mW de potencia de entrada y exposición a gas

En la figura 4.16 se hace acercamiento del área en donde se observa una respuesta debida a la la interacción del gas con el campo evanescente de la MNFO funcionalizada con las nanopartículas. Se observa que una vez que se obtiene una respuesta en la potencia de salida, está se estabiliza.

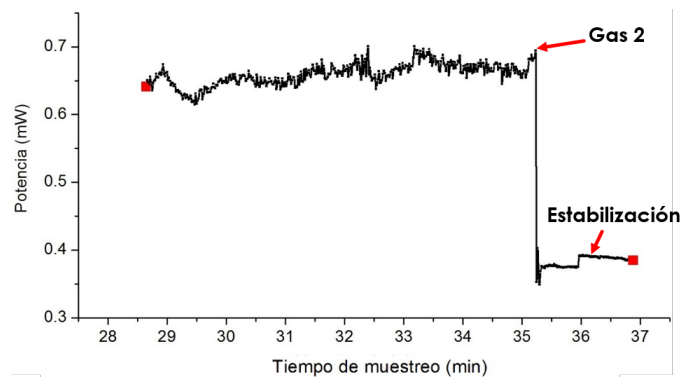


Figura 4.16: MNFO con deposición de nanopartículas con 100 mW de potencia de entrada y exposición a gas

4.4.2. Pruebas con oro

En la siguiente prueba se depositaron nanopartículas de oro sin diluir en una MNFO de $2.5\mu\text{m}$, utilizando el láser de 980 nm a 90mW, con una potencia de salida de 13 mW, la siguiente gráfica es del proceso de deposición y estabilización de la potencia como se muestra en la figura 4.17.

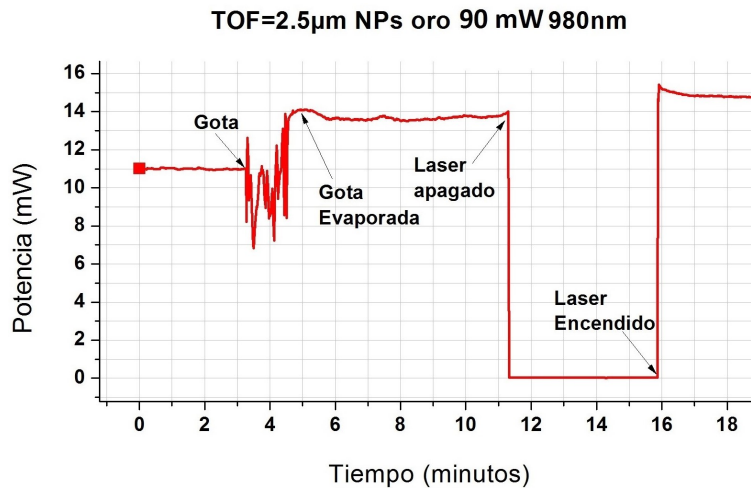


Figura 4.17: MNFO con deposición de nanopartículas de oro a 980nm.

Se encendió el láser 3 días después para verificar la potencia que transmitía, usando la misma potencia de entrada de 90mW, la potencia de salida fue de 13mW, debido a que la cámara se encontraba libre de gas. Posteriormente, se introdujo gas butano a la cámara durante 30 segundos, después de 3 minutos se observa un cambio y después de un tiempo de estabilización se apagó el láser y se encendió, se repitió el proceso y se observa el mismo cambio, pero en este caso la potencia decayó y empezó a estabilizarse, se apagó y encendió el láser para revisar la estabilidad, se volvió a introducir gas volvió a decaer la potencia, esta vez no hubo un cambio notable, se apagó y encendió el láser, una vez estabilizado se abrió la cámara y la potencia subió, la figura 4.18 se muestra el comportamiento de la potencia durante el experimento.

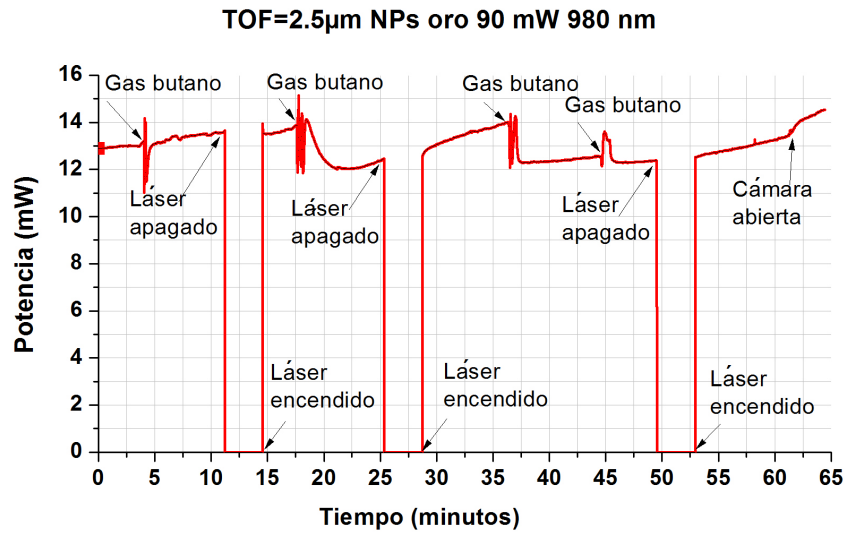


Figura 4.18: MNFO con deposición de nanopartículas de oro con 90 mW de potencia de entrada expuesta a gas

Los cambios de potencia fueron muy abruptos en esta prueba, debido a la alta potencia con la cual se trabajó, en comparación con pruebas anteriores donde se mantenía una potencia baja, 7mW, durante la introducción de gas a la cámara.

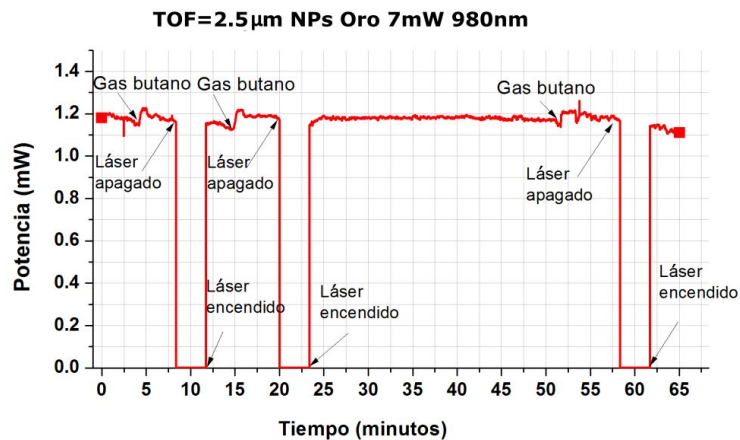


Figura 4.19: MNFO con deposición de nanopartículas de oro 7 mW de entrada expuesta a gas.

Se repitió el experimento con menor potencia para observar la respuesta en el comportamiento de la potencia de salida al introducir gas butano, en este caso se aplicó una potencia de entrada de 7mW, obteniéndose a la salida 1.2mW, lo que implica que

el campo evanescente generado por la MNFO es menor que en el caso anterior. Después de un tiempo de estabilización se introdujo gas butano durante 30 segundos y la potencia regreso a su valor anterior, se apagó y se encendió el láser, este proceso se repitió 2 veces más, la grafica de potencia se observa en la figura 4.19.

A continuación, se repitieron los experimentos para un láser con longitud de onda a 1550 nm, utilizando la misma fibra con deposito de oro para alta potencia y baja potencia de entrada.

En la figura 4.20 se muestra la gráfica de potencia durante la prueba de gas con una potencia de entrada de 47 mW, se introdujo gas durante 30 segundos en este caso la potencia subió 0.2 mW y se estabilizo rápidamente, se apagó y encendió el láser, después de un 5 minutos se introdujo nuevamente gas 30 segundos, el cambio no fue notorio, se apagó y encendió el láser, después de 5 minutos se abrió la cámara para comprobar si había algún cambio, la potencia bajo al valor que tenía al iniciar el experimento, se apagó y encendió el láser.

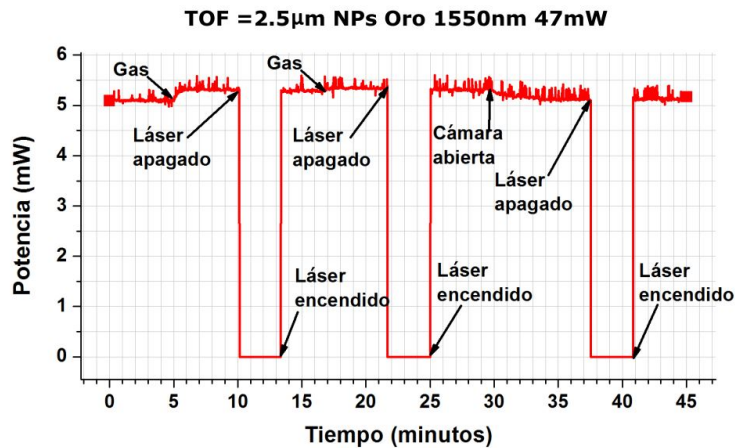


Figura 4.20: Grafica de potencia durante la prueba con gas con 47 mW de potencia de entrada.

Se repitió el experimento con el láser de 1550nm utilizando 7 mW de potencia de entrada con una salida de 1mW, se repitió el mismo procedimiento anterior. En la figura 4.21 tenemos la gráfica de potencia de salida, se puede observar que hay un cambio similar al obtenido con potencia alta, al introducir el gas la potencia aumenta 0.2 mW, al cerrar el gas la potencia se mantuvo y para comprobar la estabilidad se apagó y encendió el láser, la potencia se mantuvo, después de unos minutos al no notar un cambio en la potencia se introdujo nuevamente el gas, el cambio fue muy pequeño en el rango de microwhatts, mostrando una saturación del sensor, al abrir la cámara y al retirar el contenido la potencia regreso a su valor inicial de la prueba.

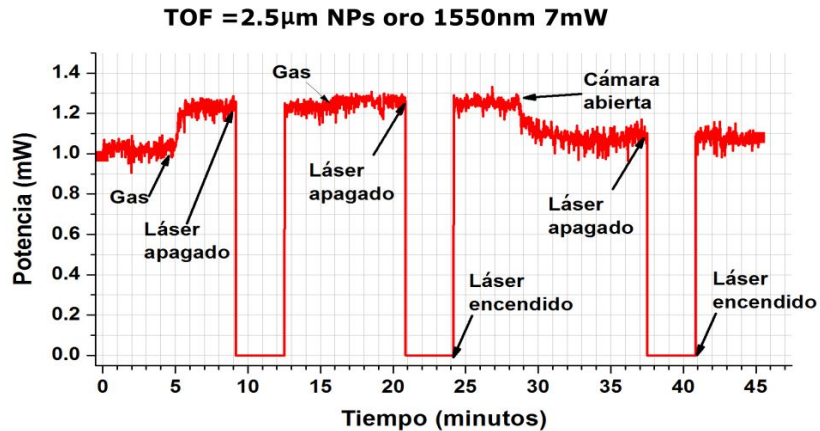


Figura 4.21: Gráfica de potencia durante la prueba con gas con 7 mW de potencia de entrada.

Después de estas pruebas se puede concluir que la fibra con nanopartículas de oro o plata muestran una respuesta ante la presencia de gases y los cambios son más evidentes, al aplicarse una potencia de entrada mayor a la MNFO funcionalizada con las nanopartículas.

Como se observó en la figura 4.18, en el instante en que se introduce el gas hay una respuesta, a primera vista podría parecer que este cambio no sería significativo, sin embargo, esta pequeña diferencia puede ser cuantificada. En referencias anteriores [11], aunque las diferencias de potencia óptica a la salida eran muy pequeñas algunos μ m debido a la respuesta al gas, es posible llevar a cabo después de la detección óptica una adecuada amplificación electrónica, de tal manera que sería posible realizar una caracterización del dispositivo de detección.

4.4.3. Pruebas con gas metano

Para las pruebas con gas metano se preparó una fibra óptica adelgazada de 3 μ m, en la cual se depositaron nanoesferas, usando los parámetros de potencia de entrada y potencia de salida ya revisados para tener una deposición sobre el área adelgazada, usando el láser de 1550nm con una potencia de entrada de 36 mW y una potencia de salida de 11.5 mW, al depositar las nanoesferas la potencia cae a 3.5mW, la potencia tardo varios minutos para estabilizarse después de que la gota con la que se depositaron las nanoesferas se secura, se apagó el láser y se encendió después de varios minutos para comprobar la potencia de salida de la MNFO funcionalizada. En la figura 4.22 se muestra la gráfica correspondiente a la deposición de nanoesferas.

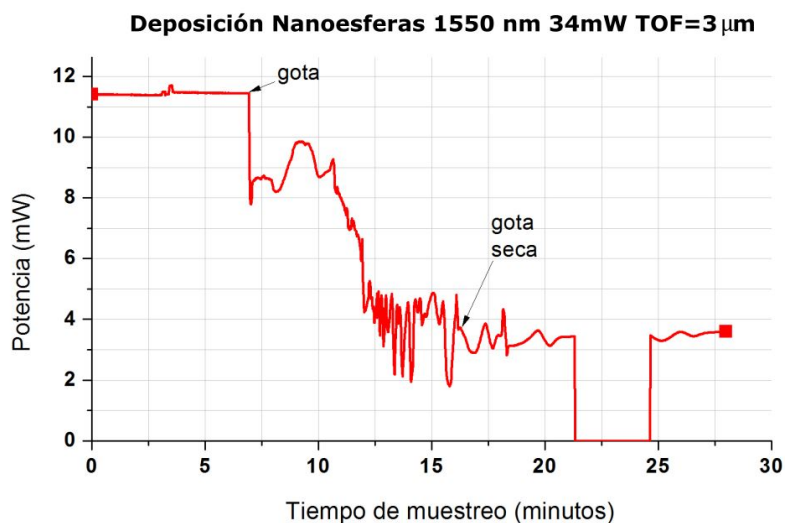


Figura 4.22: Deposición de Nanoesferas a 1550 nm con 34 mW.

Continuando con el experimento, se introduce en la cámara de pruebas la MNFO funcionalizada con las nanopartículas y la potencia de entrada se aplica con el láser a 1550nm con una potencia de 39mW, obteniéndose una potencia de salida de 3.5 mW después de propagarse a través de la MNFO.

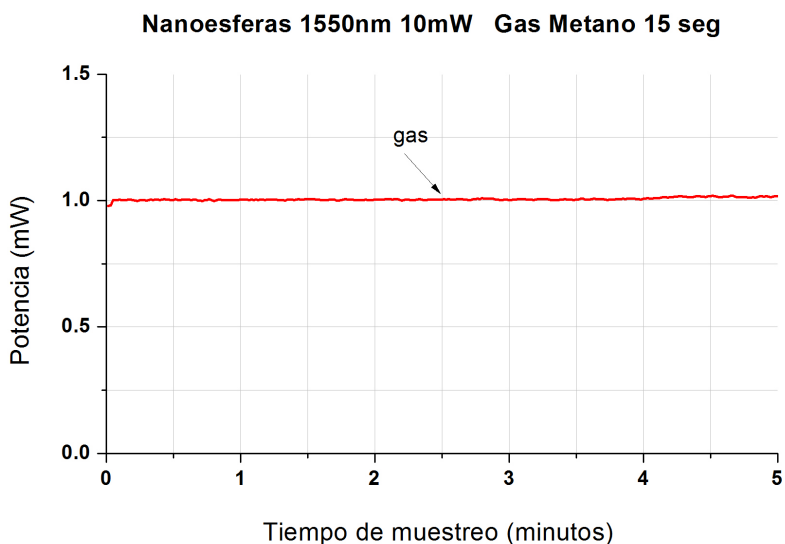


Figura 4.23: Gráfica de potencia de la primera prueba con gas metano

La primera prueba se realizó variando la potencia de entrada hasta que la potencia de salida fue de 1mW, en este caso la potencia de entrada fue de 10 mW. Se introdujo

gas metano puro a la cámara durante 15 segundos después de tomar muestras durante 2 minutos para comprobar la estabilidad de la potencia, no se observó ningún cambio, se dejó varios minutos esperando un cambio, en la figura 4.23 se observa la gráfica de potencia durante la primera prueba.

En la segunda prueba se aplica una potencia de entrada de 21 mW, obteniéndose una potencia de salida de 2 mW. Se introdujo gas durante 15 segundos, no se observó ningún cambio en la potencia, después de 2 minutos de muestras, la potencia se mantuvo sin cambios después de que se introdujera el gas metano, en la figura 4.24 se observa la gráfica de potencia durante la segunda prueba.

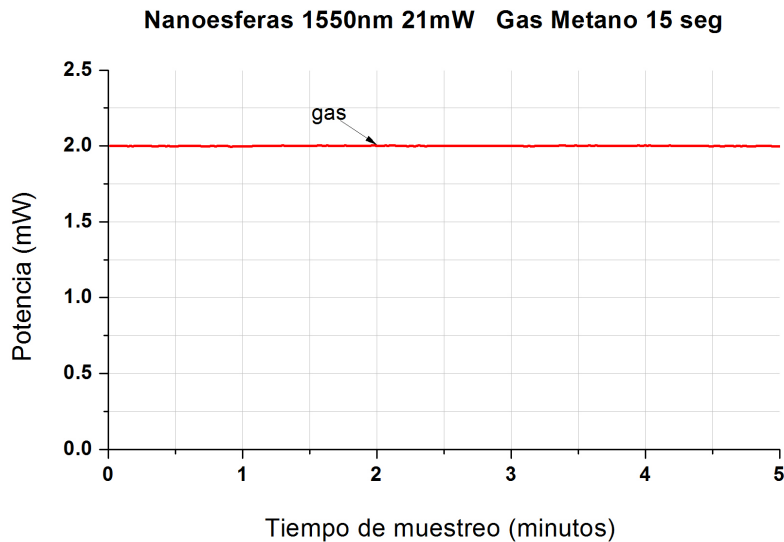


Figura 4.24: Gráfica de potencia de la segunda prueba con gas metano

En la tercera prueba se ajustó la potencia de entrada a 39mW, con una potencia de salida de 3.5mW, al introducir el gas metano en la cámara se observa una respuesta en la potencia de salida a los 9 segundos de introducir el gas, se mantuvo el gas abierto 15 segundos y la potencia bajó 0.1mW, se dejó tiempo después y se observa que la potencia se va recuperando después de cerrar el gas, en la figura 4.25 se muestra la gráfica de potencia de la tercera prueba.

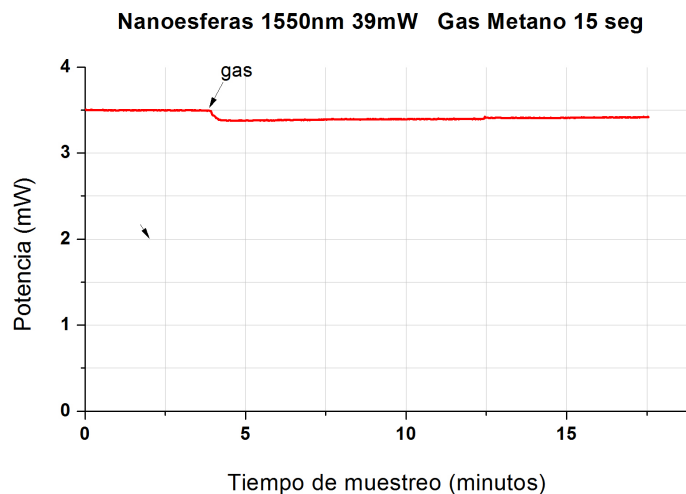


Figura 4.25: Gráfica de potencia de la tercera prueba con gas metano

En la cuarta prueba se incrementó nuevamente la potencia de entrada a 75 mW, para obtener 5mW de potencia de salida, se esperó un tiempo para revisar la estabilidad de la potencia, la potencia empezó a bajar, después de unos minutos se introdujo 15 segundos de gas metano, se observó un cambio a los 9 segundos, en este caso la potencia subió aproximadamente 0.1mW, después de cerrar el gas la potencia regreso a su valor, en la figura 4.26 se observa la gráfica de potencia de la cuarta prueba.

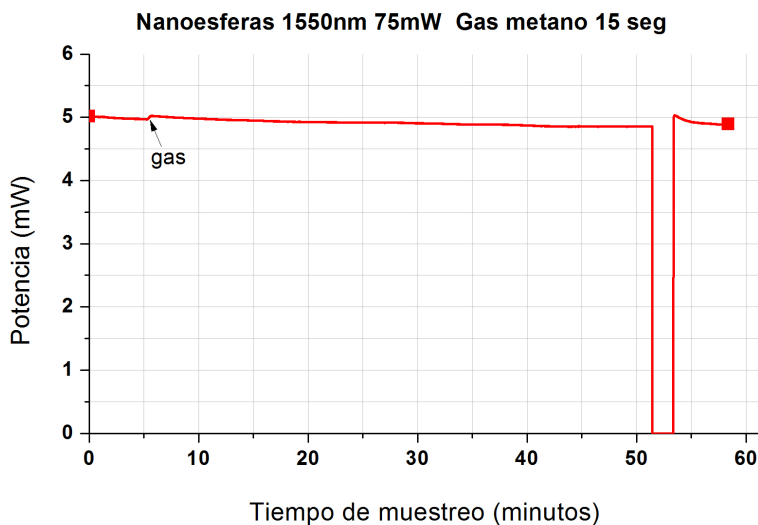


Figura 4.26: Gráfica de potencia de la cuarta prueba con gas metano

En la quinta prueba se ajustó la potencia de entrada a 90 mW para obtener 4mW de potencia de salida. Se introdujo gas durante 15 segundos como en las pruebas anteriores, después de unos minutos, al confirmar la estabilidad de la potencia transmitida en la fibra, el cambio de potencia al introducir el gas fue de 0.05 mW, se dejó que continuara el monitoreo de potencia esperando observar algún cambio, en la figura 4.27 se observa la gráfica de potencia de la quinta prueba.

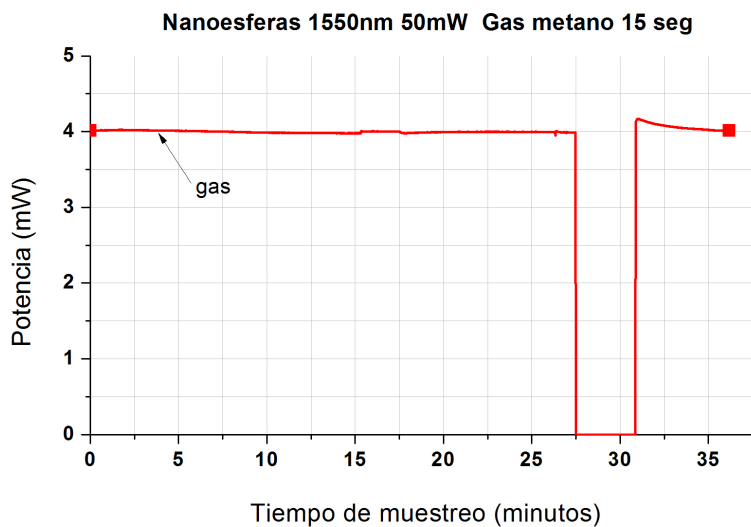


Figura 4.27: Gráfica de potencia de la quinta prueba con gas metano

4.4.4. Prueba de gas metano sin nanoesferas

Se realizaron pruebas con una fibra óptica adelgazada de $2.5 \mu\text{m}$ sin depositar nanoesferas, para observar si hay interacción del campo evanescente y el gas metano puro.

La primera prueba sin deposición de nanopartículas, se ajustó la potencia de salida en 3mW, se dejó unos minutos para que la potencia se estabilizara, introduciendo a la cámara el gas durante 25 segundos, sin cambios en la potencia al introducir el gas se dejó 2 minutos más esperando un cambio, en la figura 4.28 se observó la gráfica de potencia de salida durante la prueba.

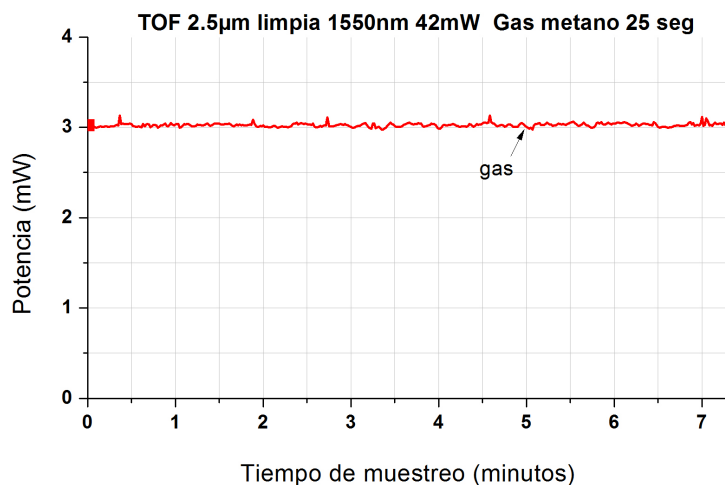


Figura 4.28: Gráfica de potencia de la primera prueba con gas metano sin nanoesferas

La segunda prueba sin nanoesferas se realizó con la misma fibra que en la primera prueba, se ajustó la potencia de salida a 5mW, se dio un tiempo de 3 minutos para la estabilización de ésta. Se introdujo a la cámara el gas durante 25 segundos, sin ningun cambio notable en la potencia de salida al introducir el gas, como se presenta en la figura 4.29.

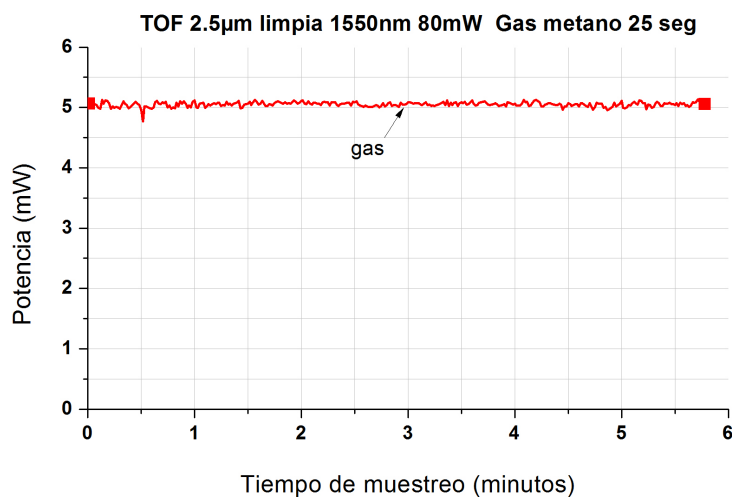


Figura 4.29: Grafica de potencia de la segunda prueba con gas metano sin nanoesferas

CAPÍTULO 4. RESULTADOS

En la tercera prueba, se cambió el láser de 1550nm a 980nm, la potencia se mantuvo más estable que en los casos anteriores usando la misma fibra sin nanoesferas, con una potencia de entrada de 35 mW y una potencia de salida de 5mW, después de 3 minutos se introdujo gas metano puro durante 25 segundo en este caso se observó que aumento la potencia 0.05mW, en la figura 4.30 se observa la gráfica de potencia de la tercera prueba sin deposición de nanoesferas.

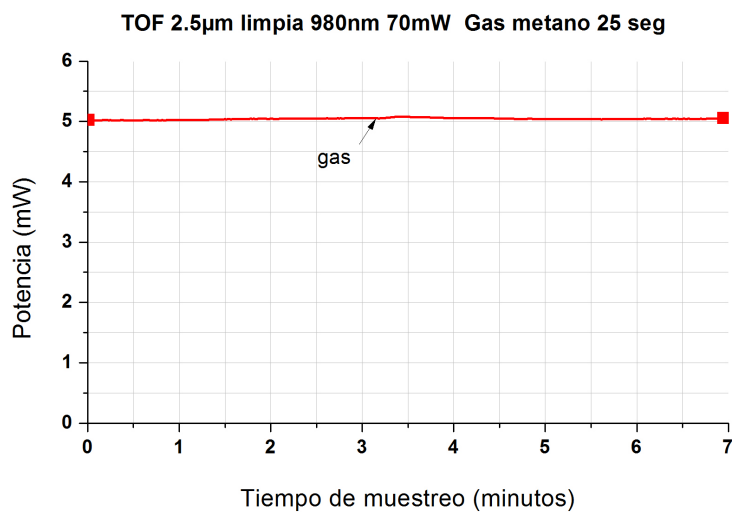


Figura 4.30: Gráfica de potencia de la tercera prueba con gas metano sin nanoesferas

Conclusiones

Durante el desarrollo del trabajo experimental, usando un láser de 980 nm, se determinó que las micro/nanofibras ópticas taper con un diámetro de 3 μm presentaban estabilidad y un fuerte campo evanescente, fibras de diámetros mayores presentaban estabilidad pero débil campo evanescente y fibras con diámetros menores eran inestables con campos evanescentes fuertes.

Usando microscopía óptica y electrónica de barrido, se caracterizaron las fibras ópticas fabricadas, morfológicamente, comprobando uniformidad en la superficie después de su estiramiento, y el diámetro deseado. Además del uso de Espectrometría de Dispersión de Energía de rayos X para comprobar que en la superficie de la fibra óptica no existía algún contaminante que pudiera afectar durante las pruebas. Las fibras taper con el diámetro deseado se conectaban a la fuente de radiación láser en la y a un sensor de potencia en la salida, para comprobar la transmisión de potencia óptica.

Para la deposición de nanopartículas se realizaron pruebas para determinar una relación en la potencia de entrada y la salida, la deposición de nanopartículas se realizó con el láser de 1550 nm con un rango de entrada de 30 a 39 mW y una salida de 10 a 11.5 mW, utilizando nanoesferas de oro, y 37 mW con una salida de 8 a 9 mW para nanoesferas de plata, con esos rangos se obtiene una deposición suficiente de nanopartículas en la superficie de la fibra taper, manteniendo una transmisión de potencia óptica.

Las pruebas de detección de gas metano, se llevaron a cabo colocando la fibra taper con nanopartículas depositadas dentro de la cámara de pruebas, para reducir los factores que pudieran afectar el experimento, durante la prueba se variaron los parámetros como: longitud de onda, la potencia de entrada y la cantidad de gas introducido.

Una fibra taper de 3 μm con recubrimiento de nanoesferas, usando el láser de 1550 nm, presenta una respuesta mayor de potencia al incrementar la potencia de entrada, a pesar de que el tiempo de respuesta del sensor es de 10 segundos al abrir el gas, la potencia tarda varios minutos para regresar a su valor. Se observó en las pruebas con nanoesferas de plata, con una potencia de entrada alta, el instante en que se introduce el gas a la cámara hay una respuesta, a primera vista podría parecer que este cambio no sería significativo, sin embargo, esta pequeña diferencia puede ser cuantificada. En trabajos anteriores [11], aunque las diferencias de potencia óptica a la salida eran muy pequeñas algunos μm debido a la respuesta al gas, es posible llevar a cabo después de la detección óptica una adecuada amplificación electrónica, de tal manera que sería

posible realizar una caracterización del dispositivo de detección. El sensor experimental responde ante la presencia de gas metano, los resultados sugieren que puede mejorarse la respuesta del sensor, ampliando el estudio experimental, esto puede considerarse un primer paso para un sensor a futuro, que puede llegar a ser muy útil, dado la naturaleza del metano.

Apéndice A

Equipo de laboratorio

En esta sección se mostrara la información de los equipos utilizados en el trabajo de laboratorio.

A.1. Diodo láser

En este trabajo se utilizarón dos diferentes diodos láser, como fuente de radiación óptica, en el primer caso se uso un diodo láser con controlador de corriente y un controlador de temperatura, y en el segundo caso el diodo láser tiene sus controladores integrados en uno solo. Cada uno de estos emite en una longitud de onda diferente.

A.1.1. Diodo láser de 980 nm

El diodo láser de 980 nm de tipo mariposa de la empresa Thorlabs, cuenta con una salida de fibra óptica monomodo. Se encuentra conectado a un controlador de corriente LDX-3220 de ILX Lightwave y un controlador de temperatura LDT-5525 de ILX Lightwave. Estos equipos permiten un correcto funcionamiento del diodo láser y una estabilidad en la salida de radiación óptica.

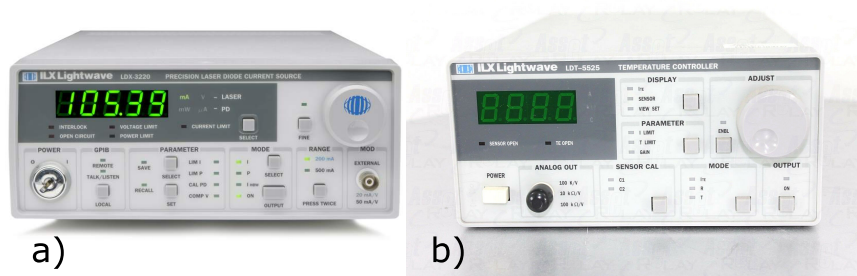


Figura A.1: a) Controlador de corriente LDX-3220 [5] y b) Controlador de temperatura LDT-5525 [6]

Las características de los equipos se encuentran en las tablas A.1.1 y A.2.

Especificaciones LDX-3220		
Corriente de salida	0 – 200.00 mA	0 – 500.00 mA
Resolución de corriente de salida	0.01 mA	0.01 mA
Rango de corriente del fotodiodo	0 – 5000 μ A	
Resolución de corriente del fotodiodo	1 μ A	

Tabla A.1: Especificaciones LDX-3220 [5]

Especificaciones LDT-5525	
Rango de corriente de salida	0 a 4 A
Rango de voltaje de salida	0 a 6 A
Potencia de salida	24 W
Rango de temperatura	-99 a 199,9 C
Precisión de corriente	\pm 50 mA
Resolución de corriente	.01 A
Exactitud de control de temperatura (Termistor)	\pm 0.2 °C
Estabilidad térmica de salida (1 hr)	\pm 0.2 °C

Tabla A.2: Especificaciones LDT-5525 [6]

A.1.2. Diodo láser de 1550 nm

El diodo láser tipo mariposa de 1550 nm , se encuentra montado en una controlador de temperatura compacto de Thorlabs. El controlador de temperatura y diodo láser CLD1015 (figura A.2) es un paquete completo de controladores diseñado para controlar y enfriar diodos láser de mariposa, con salida para fibra óptica monomodo SMF-28e, las especificaciones se encuentran en la tabla A.3.



Figura A.2: Controlador de diodo láser compacto CLD1015

Especificaciones CLD1015	
Rango de corriente de salida	-3 a 3 A
Voltaje de cumplimiento	>4.7 V
Potencia máxima de salida	>14.1 W
Rango de temperatura	-55 a +150 °C
Precisión de corriente	$\pm(0,2\% + 20 \text{ mA})$
Resolución de corriente	1 mA
Exactitud de control de temperatura (Termistor)	$\pm(0,1\% + 1\Omega)$
Estabilidad térmica de salida (24 hrs)	<0,005 °C

Tabla A.3: Especificaciones CLD1015

A.1.3. Sensor de potencia óptica

El sensor S122C de Thorlabs (figura A.4), es un sensor de potencia óptica con un detector de Ge (germanio), este sensor es ideal para la medición de fuentes coherentes e incoherentes de baja potencia desde el UV (ultravioleta) al NIR (infrarrojo cercano). Es de fácil uso, cuenta con protección contra interferencias electromagnéticas.



Figura A.3: Sensor S122C Thorlabs [7]

Las características del sensor son las siguientes:

Especificaciones Sensor S122C	
Tipo de sensor	Fotodiodo de Germanio
Rango de longitud de onda	700-1800 nm
Rango de trabajo de potencia óptica	50 nW a 40mW
Tamaño de apertura	9.5 mm
Linealidad	$\pm 5\%$
Resolución	2 nW

Tabla A.4: Especificaciones Sensor S122C [7]

A.1.4. Medidor de potencia óptica

El medidor de potencia modelo PM100D de la marca Thorlabs (figura A.4), es un medidor de potencia de consola, tiene un rango de medición de potencia con un rango de 100 pW a 200 W, compatible con los diferentes sensores de la marca Thorlabs. El medidor de potencia se puede conectar a través de USB y un software para su manejo, para el monitoreo de los valores en tiempo real.



Figura A.4: Medidor de potencia modelo PM100D de Thorlabs [7]

Especificaciones Sensor PM100D	
Sensores compatibles	Fotodiodo, térmico y piroeléctrico
Rango de potencia óptica	100 pW hasta 200 W
Rango de energía óptica	3 μ J a 15 J
Rango de longitud de onda del sensor disponible	185 nm - 25 μ m
Rango del sensor de fotodiodo	50 nA - 5 mA
Tiempo de respuesta	1 μ s

Tabla A.5: Especificaciones Medidor de potencia PM100D [7]

A.1.5. Fusionadora de fibra óptica

La fusionadora de fibra óptica o también conocida como empalmadora, es un método común para la unión permanente de fibra óptica, este permite obtener uniones limpias con perdidas muy bajas. En la figura A.5 se observa la fusionadora Sumitomo modelo T-25. La fusionadora permite observar la fusión de la fibra durante el proceso para asegurar una unión correcta.



Figura A.5: Fusionadora de fibra óptica [8]

Características de la Fusionadora Sumitomo T-25	
Materiales de la fibra óptica	Silicio y dióxido de silicio
Perfil de fibra óptica	monomodo y multimodo
Diámetro de la fibra	125 μm
Diámetro del recubrimiento	0.25 mm, 0.5 mm y 0.9 mm

Tabla A.6: Características de la fusionadora Sumitomo [8]

Bibliografía

- [1] C. Elosua, F. J. Arregui, I. D. Villar, C. Ruiz-Zamarreño, J. M. Corres, C. Barriain, J. Goicoechea, M. Hernaez, P. J. Rivero, A. B. Socorro, A. Urrutia, P. Sanchez, P. Zubiate, D. Lopez-Torres, N. D. Acha, J. Ascorbe, A. Ozcariz, and I. R. Matias, “Micro and nanostructured materials for the development of optical fibre sensors,” *Sensors*, vol. 17, no. 10, 2017. [Online]. Available: <http://www.mdpi.com/1424-8220/17/10/2312>
- [2] N. E. G. Sierra, “Diseño de un sensor fotónico para el monitoreo de gases que emplean fibras ópticas micro y submicrométricas.” Tesis de Maestría, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, 2016.
- [3] R. G. C. Gutierrez, “Fabricación de micro-nano fibras ópticas para el desarrollo de dispositivos fotonicos.” Tesis de Maestría, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, 2016.
- [4] J. Lou, Y. Wang, and L. Tong, “Microfiber optical sensors: A review,” *Sensors (Switzerland)*, vol. 14, no. 4, pp. 5823–5844, 2014.
- [5] Newport. (2020, dec). [Online]. Available: https://www.newport.com/medias/sys_master/images/images/h67/hf0/8797193306142/LDX-3200-User-Manual.pdf
- [6] ——. (2020, dec). [Online]. Available: https://www.newport.com/medias/sys_master/images/images/h29/h62/9124859215902/5500B-brochure-REV03.pdf
- [7] THORLABS. (2020, dec). [Online]. Available: https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=5882
- [8] S. Electric. (2020, dec) Pagina de productos sumitomo electric. [Online]. Available: <https://www.sumielectric.com/>
- [9] R. Pallas, *Sensores Y Acondicionadores De Señal*. Marcombo, 2003.
- [10] D. Pawar and S. N. Kale, “A review on nanomaterial-modified optical fiber sensors for gases, vapors and ions,” *Microchimica Acta*, vol. 186, no. 4, p. 253, Mar 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/s00604-019-3351-7>

- [11] N. E. González-Sierra, L. d. C. Gómez-Pavón, G. F. Pérez-Sánchez, A. Luis-Ramos, P. Zaca-Morán, J. M. Muñoz-Pacheco, and F. Chávez-Ramírez, “Tapered optical fiber functionalized with palladium nanoparticles by drop casting and laser radiation for H₂ and volatile organic compounds sensing purposes,” *Sensors (Switzerland)*, vol. 17, no. 9, 2017.
- [12] S. Ghosh, C. Roychaudhuri, R. Bhattacharya, H. Saha, and N. Mukherjee, “Palladium-silver-activated ZnO surface: Highly selective methane sensor at reasonably low operating temperature,” *ACS Applied Materials and Interfaces*, vol. 6, no. 6, pp. 3879–3887, mar 2014.
- [13] S. Yeom, B. Kang, C. Seo, D. Lee, H. Shin, S. Lim, M. An, S. Lee, J. Lee, and S. Kang, “Vocs detection based on evanescent wave coupling of dye-coated optical fiber,” *IEEE Sensors Journal*, vol. 15, no. 5, pp. 3021–3025, May 2015.
- [14] Z. Han, P. Lin, V. Singh, L. Kimerling, J. Hu, K. Richardson, A. Agarwal, and D. T. Tan, “On-chip mid-infrared gas detection using chalcogenide glass waveguide,” *Applied Physics Letters*, vol. 108, no. 14, apr 2016.
- [15] S. Huang, Y. Huang, and H. Chui, “Fiber-optic-based methane detection using mid-infrared light emitting diode,” *IEEE Sensors Journal*, vol. 18, no. 15, pp. 6169–6174, Aug 2018.
- [16] J. Yang, L. Zhou, J. Huang, C. Tao, X. Li, and W. Chen, “Sensitivity enhancing of transition mode long-period fiber grating as methane sensor using high refractive index polycarbonate/cryptophane A overlay deposition,” *Sensors and Actuators, B: Chemical*, vol. 207, no. Part A, pp. 477–480, 2015.
- [17] F. Mitschke, *Fiber optics: Physics and technology*. Springer Berlin Heidelberg, 2010.
- [18] A. Urrutia, J. Goicoechea, and F. J. Arregui, “Optical Fiber Sensors Based on Nanoparticle-Embedded Coatings,” *Journal of Sensors*, vol. 2015, pp. 1–18, 2015.
- [19] J. G. Ortega-Mendoza, F. Chávez, P. Zaca-Morán, C. Felipe, G. F. Pérez-Sánchez, G. Beltran-Pérez, O. Goiz, and R. Ramos-García, “Selective photodeposition of zinc nanoparticles on the core of a single-mode optical fiber,” *Optics Express*, vol. 21, no. 5, p. 6509, 2013.
- [20] W. Jin, H. Ho, Y. Cao, J. Ju, and L. Qi, “Gas detection with micro- and nano-engineered optical fibers,” *Optical Fiber Technology*, vol. 19, no. 6, Part B, pp. 741 – 759, 2013, optical Fiber Sensors. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1068520013001107>
- [21] F. T. Y. Shizhuo Yin, Paul B. Ruffin, *Fiber Optic Sensors, Second Edition*, 2nd ed., ser. Optical Science and Engineering, S. Yin, P. Ruffin, and F. Yu,

- Eds. Boca Raton: CRC Press, mar 2008, vol. 20085244. [Online]. Available: <https://www.taylorfrancis.com/books/9781420053661>
- [22] J. Fraden and L. G. Rubin, *Handbook of Modern Sensors*. AIP Publishing, jan 2008, vol. 47, no. 6.
- [23] G. Rajan, *Optical Fiber Sensors Advanced Techniques and Applications*, 1st ed., ser. Optical Science and Engineering, G. Rajan, Ed. Boca Raton: CRC Press, dec 2015, vol. 20085244. [Online]. Available: <https://www.taylorfrancis.com/books/e/9781315215358>
- [24] X. Wu and L. Tong, “Optical microfibers and nanofibers,” *Nanophotonics*, vol. 2, no. 5-6, pp. 407–428, dec 2013.
- [25] X.-d. Wang and O. S. Wolfbeis, “Fiber-optic chemical sensors and biosensors (2013–2015),” *Analytical Chemistry*, vol. 88, no. 1, pp. 203–227, 2016, PMID: 26575527. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.5b04298>
- [26] E. B. Podgorsak and E. B. Podgoršak, *Optical Waveguide Theory*. Springer, 2014, vol. 2.
- [27] N. Punjabi, J. Satija, and S. Mukherji, *Evanescent Wave Absorption Based Fiber-Optic Sensor - Cascading of Bend and Tapered Geometry for Enhanced Sensitivity*. Cham: Springer International Publishing, 2015, pp. 25–45. [Online]. Available: https://doi.org/10.1007/978-3-319-10948-0_2
- [28] Y. Xia, J. Wang, L. Xu, X. Li, and S. Huang, “A room-temperature methane sensor based on pd-decorated zno/rgo hybrids enhanced by visible light photocatalysis,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 304, p. 127334, 2020. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400519315333>
- [29] H. Tai, H. Tanaka, and T. Yoshino, “Fiber-optic evanescent-wave methane-gas sensor using optical absorption for the 3.392- μm line of a he–ne laser,” *Opt. Lett.*, vol. 12, no. 6, pp. 437–439, Jun 1987. [Online]. Available: <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-12-6-437>
- [30] R. Roy, M. P. Chowdhury, and A. Pal, “Room temperature sensor based on carbon nanotubes and nanofibres for methane detection,” *Vacuum*, vol. 77, no. 3, pp. 223 – 229, 2005. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0042207X04004130>
- [31] T.-P. Chen, S.-P. Chang, F.-Y. Hung, Z.-S. Hu, and K.-J. Chen, “Simple fabrication process for 2d zno nanowalls and their potential application as a methane sensor,” *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 13, pp. 3941–50, 03 2013.

- [32] A. Prasad, S. Amirthapandian, S. Dhara, S. Dash, N. Murali, and A. Tyagi, “Novel single phase vanadium dioxide nanostructured films for methane sensing near room temperature,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 191, pp. 252 – 256, 2014. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400513011556>
- [33] L. Zhang, J. Lou, and L. Tong, “Micro/nanofiber optical sensors,” *Photonic Sensors*, vol. 1, pp. 31–42, 2011.
- [34] L. Tong, F. Zi, X. Guo, and J. Lou, “Optical microfibers and nanofibers: A tutorial,” *Optics Communications*, vol. 285, no. 23, pp. 4641 – 4647, 2012, special Issue: Optical micro/nanofibers: Challenges and Opportunities. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0030401812007389>
- [35] A. Biaggi-Labiosa, F. Solá, M. Lebrón-Colón, L. J. Evans, J. C. Xu, G. Hunter, G. M. Berger, and J. M. González, “A novel methane sensor based on porous SnO₂nanorods: room temperature to high temperature detection,” *Nanotechnology*, vol. 23, no. 45, p. 455501, oct 2012. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1088%2F0957-4484%2F23%2F45%2F455501>
- [36] N. M. Vuong, N. M. Hieu, H. N. Hieu, H. Yi, D. Kim, Y.-S. Han, and M. Kim, “Ni₂O₃-decorated sno₂ particulate films for methane gas sensors,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 192, pp. 327 – 333, 2014. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400513013191>
- [37] X.-d. Wang and O. Wolfbeis, “Fiber-optic chemical sensors and biosensors (2013–2015),” *Analytical Chemistry*, vol. 88, pp. 203–227, 01 2016.
- [38] A. Leung, P. M. Shankar, and R. Mutharasan, “A review of fiber-optic biosensors,” *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 125, no. 2, pp. 688 – 703, 2007. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400507001931>
- [39] D. Krohn, T. MacDougall, and A. Mendez, *Fiber optic sensors: Fundamentals and applications: Fourth edition*. SPIE, 01 2015.
- [40] H. Latifi, M. Zibaii, S. Hosseini, and P. Jorge, “Nonadiabatic tapered optical fiber for biosensor applications,” *Photonic Sensors*, vol. 2, 12 2012.
- [41] C. R. Zamarreno, I. R. Matias, and F. J. Arregui, “Nanofabrication techniques applied to the development of novel optical fiber sensors based on nanostructured coatings,” *IEEE Sensors Journal*, vol. 12, no. 8, pp. 2699–2710, 2012.