

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE TULANCINGO

SENSOR REFRACTOMÉTRICO USANDO EL FENÓMENO DE ONDA EVANESCENTE Y LSPR

Tesis sometida como requisito parcial para obtener el grado de

Maestro en Computación Óptica

PRESENTA Ricardo Calderón Suarez

DIRECTORES DE TESIS

Dr. José Gabriel Ortega Mendoza

Dr. Iván de Jesús Rivas Cambero

Tulancingo, Hidalgo, agosto 2018

© UPT 2018 Derechos reservados El autor otorga a la UPT el permiso de reproducir y distribuir copias de esta tesis en su totalidad o en partes



Agradecimientos

Doy gracias a Dios por permitirme estar aquí y llegar a este momento.

A mi familia, por la paciencia brindada, a mi esposa que ha sido un ejemplo de dedicación, mi admiración y respeto porque siempre me ha motivado y ha confiado en mi. A mis hijas por todo el amor que me dan y las sonrisas regaladas sin importar la hora o el día.

A mis asesores de tesis, Dr. José Gabriel Ortega Mendoza y Dr. Iván de Jesús Rivas Cambero por su confianza y por permitirme pertenecer a su proyecto motivando la independencia en mi trabajo.

A mis sinodales, la Dra. Margarita Cunill Rodríguez y Dr. Uriel Mizraim Flores Guerrero, por su tiempo, sus acertados comentarios y sugerencias en este trabajo de tesis.

A los doctores que conforman el cuerpo académico de Computación Óptica y Sistemas de Visión, por sus valiosos comentarios y observaciones en los seminarios.

Al Dr. Carlos Andrés Galán Vidal por abrirme las puertas del CIQ UAEH y darme la confianza como uno más de sus alumnos. Siempre me sentí parte de esa familia tal como lo dice el Dr. José Antonio Rodríguez Ávila. Asimismo, agradezco al Dr. Alfredo Guevara por prestarme su equipo de laboratorio.

A todos los compañeros del laboratorio 1 del CIQ UAEH, en especial a Edgar quién siempre estuvo en la disponibilidad de apoyarme.

A los compañeros de generación y del laboratorio de óptica por su amistad.

Resumen

El índice de refracción es una propiedad óptica que tienen todos los materiales. Esta propiedad puede ser usada para obtener el grado de pureza de los materiales, cuando se encuentren mezclados con otros elementos similares, que dificulten su distinción.

Las maneras más comunes de medir el índice de refracción, requiere el uso de dispositivos refractómetros y técnicas de interferometría. Este proyecto de tesis, presenta el desarrollo e implementación de dos sensores de fibra óptica para medir el índice de refracción con base en dos fenómenos diferentes.

El primero se basa en el fenómeno conocido como Resonancia de plasmones superficiales localizados (LSPR por sus siglas en inglés). Este fenómeno tiene origen en las nanopartículas inmovilizadas en la punta de una fibra óptica. Cuando la frecuencia de la luz coincide con la frecuencia de oscilación de los electrones libres de las nanopartículas, estas provocan un coeficiente de extinción grande. Por lo tanto, es posible conocer el índice de refracción de un medio acuoso monitoreando el pico de absorción que provocan las nanopartículas metálicas al interaccionar con luz policromática.

El segundo sensor fue implementado aprovechando la onda evanescente en una fibra óptica en una configuración tipo "U". Por lo tanto, el índice de refracción de una solución acuosa fue determinado por la potencia que se pierde a través de la onda evanescente.

Los resultados experimentales muestran que el pico de absorción para el sensor basado en el fenómeno LSPR se desplaza a longitudes de onda más grandes con el incremento del índice de refracción alcanzando un desplazamiento de 78 nm al pasar de aire a agua, mientras que el sensor basado en el fenómeno de la onda evanescente muestra un comportamiento logarítmico y es posible detectar cambios de índice de refracción de 0.01.

Índice general

Ag	gradecimientos	II		
Re	Resumen			
1.	Introducción 1.1. Antecedentes 1.2. Objetivos 1.2.1. Objetivo general 1.2.2. Objetivos particulares 1.3. Metodología 1.4. Estructura de la tesis	1 11 11 11 11 11 13		
2.	 Fundamentos teóricos 2.1. Introducción	15 16 18 20 21 22 23 25 28 29		
3.	Desarrollo experimental 3.1. Introducción	31 31 32 40 41		

			3.2.3.1.	Fotodeposición de nanopartículas con luz láser	44
			3030	Arregio experimental	41 オク
			3233	Resultados y discusión	42
			3234	Implementación del sensor empleando	
			0.2.0.1.	fotodeposición con láser pulsado	45
			3.2.3.5.	Resultados y discusión	46
			3.2.3.6.	Implementación del sensor empleando	
				fotodeposición con láser de emisión continua	48
			3.2.3.7.	Resultados y discusión	51
		3.2.4.	Deposició	ón de nanopartículas usando la técnica de goteo	58
			3.2.4.1.	Implementación del sensor empleando	
				deposición por goteo	59
			3.2.4.2.	Resultados y discusión	60
			3.2.4.3.	Experimentación adicional	63
		3.2.5.	Deposició	ón de película de plata empleando el reactivo de	~ -
			Iollens.		67
			3.2.5.1.	Implementación del sensor empleando el	07
			2050		6/
	~ ~	Implor	J.Z.J.Z.	del consor con base en el fonémene de ende	00
	3.3.			del sensor con base en el lenomeno de onda	73
		331	Introduce		73
		332	Prenarac	ión de materiales	74
		3.3.3.	Arrealo e		75
		3.3.4.	Resultade	os de la elaboración del sensor basado en onda	
			evanesce	ente	76
	3.4.	Experi	mentaciór	n empleando el refractómetro de Abbe	79
		3.4.1.	Resultade	os del índice de refracción medidas a través del	
			refractóm	etro de Abbe	79
	3.5.	Conclu	usiones .		81
4.	Con	clusior	nes gener	ales	84
Ар	Apéndices			86	
Δ	A. Trabaios derivados de esta tesis			87	
, 11					57

Índice de figuras

1.1.	Experimento realizado por John Tyndall. El agua cae por fuerza de gravedad iluminada desde la parte trasera del orificio iluminando la caída parabólica del agua	2
1.2.	Dispositivos refractométricos para medir el índice de refracción de soluciones acuosas, refractómetro portátil, de Abbe y refractómetro digital (Toledo, 2017).	5
1.3.	Sensor para medir el índice de refracción utilizando una rejilla de fibra de largo periodo utilizado por Heather, imagen tomada de (Patrick y col., 1998)	6
1.4.	Comparación de dos sensores para medir índice de refracción FBG y sFFPId construidos por Liang, imagen tomada de (Liang	0
1.5.	y col., 2005)	7
1.6.	(Polynkin y col., 2005)	9
1.7.	tambien la información de lo que encuentra en su circunterencia. Imagen tomada de (Ran y col., 2008)	10
	tomada de (Muñoz-Pérez, 2016)	10
2.1.	Funcionamiento de la fibra óptica indicando que el cono de apertura θ_m , es mayor al ángulo critico θ_c , para que todos los rayos que lleguen con ese ángulo sean transmitidos en el núcleo de la fibra óptica, imagen modificada con referencia de (Elliott v Gilmoro 2002: Anderson v Taitt 2008)	17
2.2.	Onda evanescente en fibra óptica	19

2.3.	Descripción gráfica del fenómeno de SPR, imagen tomada de (Vidal y Moreno, 2008).	22
2.4.	Imagen de la configuración propuesta por a) Otto y b) Kretschman, imagen tomada de (Gómez, 2012)	23
2.5.	Descripción gráfica del fenómeno de LSPR, imagen tomada de (Willets y Van Duyne, 2007)	24
2.6.	Un campo eléctrico externo E_{ext} induce un desbalance de cargas positivas y negativas en cierta longitud L debido a la oscilación generada por el campo eléctrico en los electrones libres del material. Imagen realizada con idea de (Stefani, 2001)	24
2.7.	Composición del sistema óptico del refractómetro de Abbe. Imagen tomada	29
3.1.	Sección transversal de fibra óptica multimodo de 105 μm de diámetro de núcleo y 0.10 NA imagen tomada de (Thorlabs, 2017a)	30
3.2.	Imagen del láser explorer 532 nm y su fuente de alimentación.	02
3.3.	Láser de emisión continua con salida a fibra óptica 445 nm.	33
3.4.	Imagen de referencia tomada de (BW, 2017)	33
3.5	Imagen de referencia tomada de (Newport, 2017a)	34
0.0.	(Newport, 2017b)	35
3.6.	VGA, imagen tomada de (Newport, 2017c)	35
3.7.	Esfera integradora de la firma Newport con sensor acoplado. Imagen de referencia tomada de (Newport, 2017d)	36
3.8.	Sensor de la firma Newport operando longitudes de onda en el rango visible, imagen de referencia tomada de (Newport, 2017e)	36
3.9.	Lente colimadora de la firma Thorlabs. Imagen de referencia tomada de (Thorlabs, 2017b)	37
3.10	Soporte traslación lineal en 3 ejes micrométricos, imagen de	27
3.11	Abrazadera ajustable rectangular. Imagen de referencia tomada	07
3.12	LEspectrómetro OSM400-UV-NIR de la firma Newport, imagen de	37
3.13	. Referencia tomada de (Newport, 2017f)	38
3 14	tomada de (ADAM, 2017)	39
0.14	imagen de referencia tomada de (Biocotek, 2017)	39

3.15. Tina de ultrasonido ajustable con pantalla, imagen de referencia tomada de (DTN 2017)	40
3.16.La punta de la fibra óptica, inmersa en la solución con	40
nanopartículas suspendidas, irradia un haz de luz gaussiano. Lo anterior hace que se adhieran las nanopartículas en la punta de	
la fibra óptica	42
3.17. Arreglo experimental para realizar la técnica de fotodeposición empleando un láser de 532 nm	43
3.18. Arreglo experimental para validar la correcta alineación del láser	
con la fibra óptica	43
3.19. Micrografía obtenida mediante un SEM. La imagen corresponde a la punta de una fibra óptica con nanopartículas de plata	
inmovilizadas usando la técnica de fotodeposición	44
3.20. Arregio experimental para determinar el desplazamiento del pico	
en el espectrómetro y la punta con las panopartículas se ubicó	
sobre un recipiente transparente para que sea posible pasar la	
iluminación de una lámpara de halógeno a la fibra óptica	47
3.21. Gráficas del espectro de absorción con láser de 532 nm y	
atenuación de 3 dB , mostrando un desplazamiento de 39 nm	
al cambiar de un medio aire (gráfica negra) a otro medio de	40
3 22 Gráficas del espectro de absorción con láser de 532 nm con	40
atenuación de 4 dB v un desplazamiento del pico de 39.7 nm al	
colocar la punta sensora en aire (línea negra) y posteriormente	
en agua (línea roja)	49
3.23. Gráficas del espectro de absorción con Láser de 532 nm y	
atenuacion de 5 dB , mostrando un desplazamiento de 37.5 nm	
diferente índice de refracción, como el agua (gráfica roja)	50
3.24. Arregio experimental de técnica de fotodeposición con láser 445	50
nm	51
3.25. Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y	
potencia de 50 μ W. Se observa un desplazamiento de 47.3 nm	
al cambio de indice de refracción. La línea negra corresponde	
a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La linea roja	۲ 0
representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua	52

3.26.	Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 50 μW . Se observa un desplazamiento de 40.4 nm al cambio de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja	
3.27.	representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 50 μW . Se observa un desplazamiento de 41.6 nm. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se	53
3.28.	encuentra inmersa en agua	54
3.29.	representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 39.2 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja	55
3.30.	representa cuando la punta se ubica inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 78 nm	56
3.31.	al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 1.2 nm, al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde	57
3.32.	a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 28.2 nm.	58
3.33.	al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 29.3 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde	59
	representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua	60

IX

3.34. Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 200 μW . Se observa un desplazamiento de 1.1 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roia	
 a la punta sensora cuando se encuentra ar are. La intea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua. 3.35. Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia do 100 mW. Se observe un depolazamiento do 78 pm 	61
al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja	62
3.36. Arreglo experimental para determinar la sensibilidad de	02
detección de diferentes concentraciones de glicerina	62
jeringa	63
Generando un desplazamiento de 20.4 nm por las nanopartículas de plata, al cambio de índice de refracción de aire (gráfica en negro) a agua (gráfica roja). La deposición fue de 3 gotas de la solución con nanopartículas de plata en la cavidad del portaobjetos. (b) Espectro de absorción con 5 gotas de	
desplazamiento de 35.7 nm	64
 3.39. Gráficas de espectro de absorción por goteos de 23 y 26 gotas. (a) Generando un desplazamiento de 23 nm al cambio en el índice de refracción, la deposición fue de 23 gotas. (b) Las gráficas de espectro de absorción con 26 gotas de concentración en la cavidad del portaobjetos generando un desplazamiento de 	
35.7 nm al cambio en el índice de refracción	65
3.40. Gráficas de espectro de absorción por goteo de 35 gotas generando un desplazamiento de 49 nm al cambio de índice de	
refracción de aire a agua	66
cloruro estañoso al 0.2%. a) Lado cóncavo del vidrio de reloj tratado. b) Lado convexo del vidrio tratado. c) Lado cóncavo de	
un vidrio de reloj sin tratamiento estañoso con el mismo reactivo	
de Tollens empleado en el primer vidrio de reloj	68

- 3.42. Prueba 1. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens . Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea negra representa cuando la fibra óptica es tratada para ser adherida la película. Las líneas roja, azul, rosa y verde corresponden al minuto cero, uno, dos y diez respectivamente, después de iniciar la reacción química para la formación de la película de plata
- 3.44. Prueba 3. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens. Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea negra representa cuando la fibra óptica tratada para ser adherida la película. Las líneas roja, azul rey, rosa, verde y azul marino corresponden al minuto cero, uno, dos, cinco y diez respectivamente, después de iniciar la formación de la película de plata
- 3.45. Prueba 4. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens. Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea de color negro representa cuando la fibra óptica se encuentra desnuda sin tratamiento. La línea roja representa cuando la fibra está inmersa en cloruro estañoso. La línea azul rey ilustra cuando la fibra tratada está inmersa en el compuesto Tollens sin reaccionar. Las líneas rosa, verde, azul marino, violeta y morada corresponden al minuto cero, uno, dos, tres y diez respectivamente, después de iniciar la reacción química para la formación de la película de plata. Por otra parte, la línea de color café ilustra cuando la fibra está en aire y la línea verde representa cuando la parte sensora 72 3.46. Micrografía obtenida a través de un SEM de un tramo de fibra óptica con una película superficial de plata empleando el reactivo de Tollens 73
- - XI

69

71

3.48.Sensor Newport operable en rango infrarrojo adaptable a la esfera integradora. Imagen de referencia tomada de (Newport,	
2017g)	75
onda evanescente	76
3.50. Arreglo experimental del sensor con diferentes concentraciones	
de glicerina	//
la potencia de salida del sensor vs concentración de glicerina, variando el radio de curvatura del dispositivo de 2 <i>cm</i> (línea roja) y 3 <i>cm</i> (línea negra) con la longitud del área de sensado igual a 1 <i>cm</i>	78
3.52. Gráficas de la potencia obtenida por los sensores 2:2 y 2:3.	
Muestran la potencia vs la concentración, variando el radio de curvatura, la línea de color rojo representa la respuesta del dispositivo de 2 <i>cm</i> de curvatura y 2 <i>cm</i> de longitud de sensado. Por su parte, la línea de color negro ilustra la respuesta del sensor de 3 <i>cm</i> de radio de curvatura y longitud de sensado igual	
a 2 cm	79
3.53. Gráficas de la potencia obtenida por los sensores 3:2 y 3:3. Muestran la potencia vs concentración, variando el radio de curvatura de 2 <i>cm</i> ilustrando la línea de color negro. La línea de color rojo ilustra la potencia del dispositivo sensor con un radio de curvatura de 3 <i>cm</i> , la longitud de sensado igual a 3 <i>cm</i> para	
los dos sensores antes mencionados	80
3.54. Gráfica del índice de refracción obtenido con el refractómetro de	01
3.55. Gráfica de la curva de ajuste sobre los puntos del índice de refracción medida con el refractométro de Abbe vs la potencia	01
obtenida por el sensor de onda evanescente	82

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes

Las fibras ópticas han existido desde finales del siglo XVIII. Su principio de funcionamiento fue descubierto por el físico Irlandés John Tyndall en 1870. A través del experimento representado en la figura 1.1. El experimento se realizó utilizando agua, contenida en un recipiente con un orificio en la parte baja, y al lado opuesto alineado al orificio había una ventana. Al iluminar con una lámpara brillante por la ventana del recipiente, debido a que la luz viaja en línea recta hasta el orificio, esta línea recta se interrumpe debido a que la luz queda contenida en el chorro del agua que cae por fuerza de gravedad formando una curva parabólica iluminada (Crisp, 2001; Anderson y Taitt, 2008; Hecht y Zajac, 2000). Más adelante se utilizaron tubos de vidrio, hilos de cuarzo fundido para seguir la demostración.

Fue hasta el inicio de 1950 donde hicieron realmente observaciones enviando imágenes internamente en fibras cortas de vidrio.

En 1960 se valoraron los beneficios potenciales de las fibras ópticas al enviar información de un lugar a otro en forma de luz, comparando con los cables



Figura 1.1: Experimento realizado por John Tyndall. El agua cae por fuerza de gravedad iluminada desde la parte trasera del orificio iluminando la caída parabólica del agua.

metálicos y las microondas. Las ventajas de las fibras ópticas son: una mayor distancia de transmisión sin repetidor, un mayor ancho de banda, un menor diámetro del conductor, entre otras.

En 1966, se logró acoplar los láseres a las fibras ópticas para realizar comunicaciones a largas distancias (Hecht y Zajac, 2000). Ese mismo año se ha registrado como el inicio de la era moderna para las fibras ópticas con la publicación del trabajo titulado "Guías de ondas de superficie de fibra dieléctrica para frecuencias ópticas" por los doctores Kao y Hockham (1966) de Standard Telecommunications Laboratories Ltd. (STL). En el trabajo se debatían procedimientos para mejorar la potencia de las fibras ópticas para comunicaciones.

A su vez, en 1970 se fabricó una fibra óptica de Silicio por investigadores de Corning Glass Works. Lo anterior fue el inicio de su auge, porque las fibras que tenían pérdidas de 1000 dB/Km por transmisión fueron mejorando y reduciendo la atenuación hasta 16 dB/Km (Hecht y Zajac, 2000; Mitschke, 2010; F., 2004). Un vivo ejemplo de esto es el trabajo reportado por Aiestarán y Alberro (1970), quienes utilizaron la fibra óptica como componente de un sistema sensor optoelectrónico, el cual está formado por una paleta giratoria

que, usando el caudal de algún fluido, gira interrumpiendo el paso de luz. Lo anterior ocasiona la generación de un tren de pulsos ópticos, que son enviados a través de la fibra óptica a un convertidor para transformarla en una señal eléctrica y esta información es desplegada en una pantalla LCD.

La fibra óptica, se define como un medio en el cual se transmiten las señales de comunicación desde una ubicación a otra en forma de luz guiada, a través de finas fibras de vidrio o plástico. Estas señales son impulsos digitales de luz que se encuentran modulados y representan información (Hayes, 2000).

En la actualidad, el uso de fibra óptica se ha incrementado considerablemente y esto ha generado una gran revolución en dos áreas importantes:

- En el ramo de las telecomunicaciones o las comunicaciones ópticas (Elliott y Gilmore, 2002; DeCusatis, 2008; Hayes, 2000; F., 2004), la fibra óptica se define como un medio en el cual se transmiten las señales de comunicación desde una ubicación a otra en forma de luz guiada a través de finas fibras de vidrio o plástico. Estas señales son impulsos digitales de luz que se encuentran modulados y representan información (Hayes, 2000), por lo que han proporcionado un mayor rendimiento y una mayor confianza en la transmisión de información debido al incremento en los anchos de banda, lo cual proporciona mejores equipos ópticos a bajos precios lo que se traduce en costos bajos para los usuarios finales.
- La optoelectrónica, donde se han desarrollado aparatos electrodomésticos, artículos para oficina y la industria. También en esta área se ubican los dispositivos sensores y biosensores, los cuales son utilizados en todas partes. De manera amplia, un sensor óptico o un sistema sensor está compuesto por un dispositivo transductor, un canal de comunicación, y un subsistema para generar y/o detectar, procesar, tratar y acondicionar la señal para su interpretación. Si alguno de los procesos o partes utiliza tecnología de fibra óptica, se caracteriza como sensor óptico (López-Higuera, 2002). Estos sensores tienen un notable incremento en las áreas del cuidado de la salud (Pilevar y col., 1998; Leung y col., 2007; Tang y col., 2006; Tschmelak y col., 2004),

elaboración y calidad de los alimentos (Ohk y Bhunia, 2013; Abel y col., 1996), monitorio de la construcción y monitorio y cuidado del medio ambiente (Aragay y col., 2011; Leung y col., 2007).

Muchos dispositivos que inicialmente son prototipos y generan buenos resultados por el diseño, practicidad y tamaño, son producidos en masa para disminuir costos de producción y operación, de tal forma que son empleados en la fabricación de otros instrumentos. Habría que decir también conforme bajan los costos, aumentan las mejoras en la calidad y funcionalidad (Yin y col., 2008).

Por la facilidad de utilización de la fibra óptica se han desarrollado un vasto conjunto de sensores (García, 2015) para cualquier variable física que pueda ser de interés. Esto incluye temperatura, presión, tensión y esfuerzo, distancia, nivel de llenado, velocidad, fuerza, vibración, etc. (Mitschke, 2010).

En la actualidad existen muchos dispositivos y técnicas para medir el índice de refracción tanto para materiales sólidos, como para materiales líquidos, los cuales son sensores refractómetros, sensores con base en técnicas de interferometría y sensores elaborados con base en fibra óptica.

Tal como se puede apreciar en la figura 1.2, el dispositivo ubicado en la parte superior derecha de la figura, es un refractómetro óptico portátil, donde solo se coloca unas pocas gotas del líquido sobre el prisma para conocer su índice de refracción. El valor se puede leer directamente sobre la escala que se encuentra incorporada al observar por el ocular. Dentro de este mismo tipo de dispositivos existen algunos que además de proporcionar el valor del índice de refracción también proporcionan el valor de compensación de temperatura, e incluso los hay especializados para concentraciones específicas con escalas especializadas.

La imagen que se aprecia en la parte izquierda de la figura 1.2, corresponde a un refractómetro óptico de Abbe. Al igual que el refractómetro portátil sólo requiere unas pocas gotas del líquido para conocer el valor del índice de refracción, el cual puede ser leído al observar por el ocular. Existen algunos



Figura 1.2: Dispositivos refractométricos para medir el índice de refracción de soluciones acuosas, refractómetro portátil, de Abbe y refractómetro digital (Toledo, 2017).

refractómetros que aprovechan la luz natural para su funcionamiento. Los refractómetros especializados incluyen una fuente de luz con longitudes de ondas definidas.

Finalmente, la imagen que se encuentra en el centro de la figura 1.2 corresponde al refractómetro digital, el cual cuenta con un sensor de alta resolución que mide la reflexión total interna después de impactar con la muestra. Éste emplea una fuente de luz LED y está equipado para ser adaptado con otros instrumentos para realizar mediciones multiparamétricas (Toledo, 2017).

Debido a la gran variedad de configuraciones en la fibra óptica para adaptar diferentes tipos de sensores (Leung y col., 2007) para medir el índice de refracción, nuestro trabajo se compara con los que se basan en el fenómeno de onda evanescente y los del fenómeno LSPR.

Igualmente han diseñado sensores para medir el índice de refracción que los configuran con aditamentos o modificaciones en las fibras ópticas. Tal es el caso de las rejillas de fibra óptica, que se acoplan al núcleo de la fibra óptica, regularmente en fibras monomodo generando pérdidas hacía el revestimiento de la fibra a longitudes de onda discretas, produciendo una o más bandas de atenuación en la transmisión de la fibra. Se han utilizado en aplicaciones

de filtrado tales como ganancia-aplanamiento, rechazo de banda (Vengsarkar y col., 1996), además de medir el índice de refracción también se puede obtener parámetros de tensión y temperatura (Bhatia y Vengsarkar, 1996).

Los dispositivos sensores llamados rejillas de periodo largo (LPG, por sus siglas en inglés *Long Period Gratings*), están en dependencia del tipo de rejillas y la longitud de onda que se esté empleando en el dispositivo sensor (Valle Hernández, 2006). Las LPG, comúnmente son utilizadas para medir índices de refracción y concentraciones químicas, se ha comprobado que presentan buenos resultados en rangos de longitud de onda de 1400 *nm* a 1600 *nm*, aunque los cambios se observan a partir de los 1100 *nm*.

Asimismo, Patrick y col. (1998) comprobaron experimentalmente que es mejor una rejilla con longitud de 200 μm en comparación con otra rejilla de 350 μm de longitud. En la figura 1.3 se aprecia cómo se encuentra implementado este tipo de sensor. Básicamente en un extremo se ingresa el haz de luz, con la intención que al salir en el otro extremo se obtenga la información de la luz que interactuó con la rejilla al viajar en el núcleo de la fibra óptica (Patrick y col., 1998).



Figura 1.3: Sensor para medir el índice de refracción utilizando una rejilla de fibra de largo periodo utilizado por Heather, imagen tomada de (Patrick y col., 1998).

Además de los sensores ya mencionados, existen otros sensores que también usan rejillas y son llamados rejillas de Bragg, (FBG, por sus siglas en inglés *Fiber Bragg Gratings*), en la que su modo de operación es una modulación periódica del índice de refracción en una sección del núcleo en la fibra óptica. Esta modulación se realiza mediante técnicas de grabado por interferencia o el método de máscara de fase, el cual es eficiente en fibra fotosensible y se realiza de forma externa (Sotelo, 2010).

Algunos sensores combinan las FBG con procedimientos de erosión química en húmedo, tal como lo reportaron (Liang y col., 2005), en su trabajo el dispositivo sensor de índice de refracción tiene un radio de 3 μ m, el cual es empleado para medir índices de refracción de cuatro líquidos diferentes al mismo tiempo y lo comparó con otro dispositivo sensor basado en un interferómetro de Fabry-Pérot de fibra erosionada (sFFPld) con un radio igual a 1.5 μ m. El sensor sFFPld tiene una resonancia espectral más estrecha y por consecuencia una mayor sensibilidad comparada con el sensor FBG. En la figura 1.4 se aprecia una comparación entre los dos dispositivos sensores construidos por Liang. Se debe agregar que, entre las combinaciones de sensores, existe uno que



Figura 1.4: Comparación de dos sensores para medir índice de refracción FBG y sFFPld construidos por Liang, imagen tomada de (Liang y col., 2005).

combina la configuración FBG y LPG. Este nuevo esquema es ideal para la medición simultánea de la temperatura e índice de refracción mediante el uso de una única fibra (Shu y col., 2001).

Es necesario realizar algunas aclaraciones de cada tecnología, los dispositivos que se basan en la rejilla de Bragg en este campo de detección tienen algunas ventajas asociadas principalmente con su capacidad de multiplexación

de longitud de onda intrínseca (Liang y col., 2005; Shu y col., 2001; Silva y col., 2008; Gouveia y col., 2012; Jesus y col., 2009). Las rejillas de período largo presentan alta sensibilidad a la medición del índice de refracción, pero la sensibilidad cruzada a otros parámetros como la temperatura y la tensión puede ser una limitación (Patrick y col., 1998; Shu y col., 2001; Jesus y col., 2009; Rego y col., 2006; Falate y col., 2006).

Existe una configuración de la fibra óptica en la que se considera el sensor más sencillo que se puede utilizar con sólo retirar el revestimiento de la fibra óptica, para que al ocurrir la reflexión total interna en la ausencia del revestimiento la onda evanescente interactúe con el medio circundante. Este es el principio de funcionamiento de muchos de los sensores de fibra óptica, dentro de los sensores que funcionan con base en este fenómeno. Algunos son en forma de U o D y otros utilizan canales microfluídicos, teniendo la fibra en línea recta. Incluso se ha reportado que llegan a tener una resolución de índice de refracción de $\sim 5 \times 10^{-4}$ (Polynkin y col., 2005). El dispositivo sensor óptico diseñado por Polynkin, está constituido por una longitud de fibra óptica monomodo que es estrecha hasta las dimensiones micrométricas ~ 200 nm, mediante el uso de un soplete que funciona con gas butano. La finalidad es que exista una pérdida en la transmisión de la luz, que puede llagar a ser hasta del 70%. El dispositivo es construido con una forma rectangular con un canal hecho de un polímero blando curable transparente, también conocido como PDMS, tal como se muestra en la figura 1.5.

Habría decir también que se han diseñado sensores para medir índice de refracción con base en el funcionamiento del interferómetro de Fabry-Pérot utilizando fibra óptica. En esta configuración se tienen dos superficies reflectoras paralelas entre sí y separadas por una distancia determinada. La interferencia se origina debido a las múltiples superposiciones de los haces reflejados y transmitidos en las superficies reflectoras (Bautista, 2017; Sotelo, 2010). Estos sensores tienen un rango de operación lineal con una resolución de índice de refracción de ~ 4×10^{-5} .



Figura 1.5: Sensor para medir el índice de refracción en canales para microfluidos construido por Polynkin. Imagen tomada de (Polynkin y col., 2005).

Ran y col. (2008) presentaron un sensor fabricado con micromecanismos láser de 157 *nm*. El dispositivo consiste en un trozo de fibra monomodo con una cavidad circular ($\sim 56\mu m$) corta ($\sim 23\mu m$) de aire en el centro de la sección transversal de la fibra. Finalmente, éste se acopló a otros tramos de fibra óptica formando una "*Y*", tal como se puede apreciar en la figura 1.6.

Existe otro tipo de sensor óptico para medir el índice de refracción. En el cual se emplean metales nobles adheridos a la fibra óptica, mediante diferentes técnicas como lo son: la evaporación, fotodeposición, deposición, fotolitografía, etc. Muñoz-Pérez (2016) reportó la elaboración de un sensor con base en el fenómeno de LSPR por fotodeposición en la punta de una fibra óptica multimodo, realizando experimentación con diferentes líquidos como agua, etanol, y aceite de clavo, alcanzando una sensibilidad de 40 nm/RIU. (Muñoz-Pérez, 2016).

La figura 1.7 muestra como quedan adheridas las nanopartículas en la punta de la fibra óptica multimodo y al introducirla en algún recipiente transparente que contenga el medio acuoso del cual se requiere conocer el índice de refracción.



Figura 1.6: Configuración del sensor Fabry-Pérot para líquidos utilizado por Ran, donde la punta del sensor actúa como espejo llevando también la información de lo que encuentra en su circunferencia. Imagen tomada de (Ran y col., 2008).

Con la ayuda de un espectrómetro y una fuente luminosa se obtiene el valor del índice de refracción.



Figura 1.7: Configuración y modo de operación del sensor para medir el índice de refracción con base en el fenómeno LSPR, imagen tomada de (Muñoz-Pérez, 2016).

1.2. Objetivos

A continuación, se describen los objetivos tanto generales como particulares de este trabajo de tesis.

1.2.1. Objetivo general

Desarrollar e implementar dos sensores de fibra óptica para medir índices de refracción en soluciones acuosas, basados en dos fenómenos diferentes, el fenómeno de onda evanescente y el fenómeno de resonancia de plasmones superficiales localizados.

1.2.2. Objetivos particulares

- Implementar un sensor de fibra óptica para detectar cambios de índice de refracción con base en el fenómeno de resonancia de plasmones superficiales localizados.
- Implementar un sensor óptico para detectar índices de refracción con base en el fenómeno LSPR sin usar fibra óptica.
- Implementar un sensor de fibra óptica para detectar cambios de índice de refracción con base en el fenómeno de onda evanescente.
- Realizar una comparativa entre los sensores para determinar la mejor utilidad de cada uno de ellos.

1.3. Metodología

Este trabajo de tesis se dividió en tres etapas:

• La primera etapa consistió en la revisión y estudio del funcionamiento de la fibra óptica, las bases teóricas sobre el fenómeno de onda evanescente, así como las condiciones en las que se presenta y las leyes que lo fundamentan. El fenómeno de resonancia de plasmón superficial localizado y su fundamento matemático, el cual se encuentra detallado en el capítulo 2. Finalmente en este mismo capítulo se describe el funcionamiento del refractómetro de Abbe.

• La segunda etapa fue el desarrollo de un sensor con base en el fenómeno de resonancia de plasmón de superficie localizado, (por sus siglas en inglés, *Localized Surface Plasmon Resonance*) para medir índices de refracción en soluciones acuosas. El objetivo consistió en determinar el índice de refracción en soluciones acuosas, por lo que se realizó un estudio detallado para obtener la mayor sensibilidad usando la técnica de foto deposición (Ortega-Mendoza y col., 2013), la cual se detallará en la sección 3.2.3. Como primer paso se realizó la adherencia de nanopartículas de plata en la punta de un tramo de fibra óptica con núcleo de 105 nm para generar el fenómeno de resonancia de plasmón superficial localizado. También la implementación de un sensor óptico para detectar cambios en los índices de refracción con base en el fenómeno de onda evanescente. En este sensor la onda interactuó directamente con el medio circundante al núcleo, esto se consideró para mejorar la sensibilidad, el cual está detallado en el Capítulo 3.

Es necesario mencionar que se empleó el mismo tipo de fibra usado para el sensor basado en el fenómeno de LSPR y se realizó el mismo procedimiento para las pruebas de validación que el sensor basado en el fenómeno de LSPR, para las diferentes concentraciones de glicerina.

 Finalmente, en la tercera etapa se analizó una comparativa de acuerdo con los resultados de cada experimentación de los dos sensores ópticos, debido a que los dos funcionan de una forma similar por la fibra óptica (usando la Reflexión total interna) y tienen las mismas características físicas por ser la misma fibra óptica.

1.4. Estructura de la tesis

Este trabajo de tesis está dividido en cuatro capítulos.

El primer capítulo expone una breve historia acerca de la evolución de la fibra óptica y los trabajos relacionados en la fabricación de sensores para medir el índice de refracción. Asimismo, se presentan los objetivos de este trabajo de tesis y la metodología que se siguió en este proyecto de investigación.

El segundo capítulo expone las bases teóricas que fundamentan el uso de la fibra óptica. Primero se presenta una breve introducción sobre el principio de funcionamiento de la fibra óptica usando la ley de Snell. Posteriormente, se describe el fenómeno de onda evanescente y su profundidad de penetración. Más adelante, se detalla el fenómeno de resonancia de plasmones de superficie y la diferencia con el fenómeno de resonancia de plasmones superficiales localizados. Posteriormente se menciona la función dieléctrica de gas de electrón libre, así como su formulación matemática para entender las propiedades de los metales nanométricamente descritas por dicha función y el modelo de Drude. Habría que decir también que la matemática de la función dieléctrica y el modelo de Drude explica el fenómeno de resonancia de plasmón superficial localizado, así como su funcionamiento. Finalmente se detalla el fenómeno de onda evanescente y los fundamentos matemáticos que lo caracterizan de acuerdo con la profundidad de penetración de la onda evanescente.

En el tercer capítulo se listan los materiales necesarios para la técnica de la fotodeposición y para la experimentación. Asimismo, se presenta la implementación de los sensores con base en el fenómeno de LSPR, junto con la evolución y pruebas que se realizaron plasmando una descripción de los resultados. Posteriormente, se listan los materiales requeridos para la experimentación del sensor con base en el fenómeno de onda evanescente, básicamente se menciona el arreglo experimental utilizado, así como la implementación del sensor para detectar los índices de refracción en diferentes

concentraciones de glicerina disuelta en un medio acuoso, así como sus pruebas y los resultados obtenidos.

En el cuarto capítulo se discuten los resultados obtenidos en los capítulos anteriores para realizar una comparativa y así obtener las conclusiones generales del trabajo con base al objetivo general de la tesis. Por último, se presentan los trabajos que se derivaron de esta tesis.

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

2.1. Introducción

Con el avance de la tecnología surge la nanotecnología, fue en los años cuarenta cuando se inició a hablar del tema. Debido a estos avances se presenta la necesidad de estudiar las características a nano escala de los materiales, así como su interacción con la luz, por ejemplo, el fenómeno de SPR (por sus siglas en inglés, *Surface Plasmon Resonance*).

Este capítulo inicia explicando el funcionamiento de la fibra óptica a través de la ley de Snell. Posteriormente, se explica el fenómeno del SPR con el modelo de Drude, así como las diferencias entre SPR y LSPR. También se describe el fenómeno de onda evanescente, la profundidad de penetración y la formulación matemática del fenómeno.

2.2. Funcionamiento de la fibra óptica usando la ley de Snell

Como ya se mencionó anteriormente la fibra óptica es el componente principal de los sensores implementados en este trabajo de tesis. Para entender su funcionamiento, se describe el proceso para realizar la propagación de la luz dentro de la fibra óptica, haciendo uso de la formulación matemática de la ley de Snell, también conocida como la ley de la reflexión y refracción, ademas reforzando con la óptica geométrica y el trazo de rayos en la fibra óptica.

La refracción es un término empleado cuando un rayo de luz cambia de trayectoria debido a variaciones en el índice de refracción donde se propaga. Si el índice de refracción n_1 donde se propaga el rayo de luz, es mayor al índice de refracción n_2 donde llega, el rayo se refracta alejándose de la normal a la interfaz de los dos medios. Mientras que por el contrario si n_1 es menor que n_2 el rayo de luz se acerca a la normal (Elliott y Gilmore, 2002), matemáticamente la refracción se rige por la siguiente ecuación:

$$n_1 Sen\theta_1 = n_2 Sen\theta_2, \tag{2.1}$$

donde n_1 y n_2 son los índices de refracción del núcleo de la fibra óptica y el medio circundante o recubrimiento, respectivamente. A su vez θ_1 corresponde al ángulo de la luz incidente de la normal en la interfaz del recubrimiento-núcleo. Por otro lado θ_2 es el ángulo de refracción hacia afuera del núcleo o hacia el medio circundante. A medida que el ángulo de incidencia θ_1 aumenta, también lo hace el ángulo de refracción θ_2 . Sin embargo, θ_2 no puede exceder los 90°, ya que $Sen \theta_2$ sería la unidad, justamente cuando esto ocurre la luz ya no se refracta del núcleo al recubrimiento, si no que se refleja de nuevo en el núcleo de la fibra óptica. A este efecto se le conoce como ángulo crítico. Entonces, para que la reflexión total ocurra, n_1 debe ser mayor que n_2 , adicionalmente, el ángulo de incidencia debe ser mayor que el ángulo crítico θ_c , considerando lo anterior y la matemática de la ley de Snell se obtiene: θ_c , tal como muestra la

siguiente ecuación (Elliott y Gilmore, 2002; Anderson y Taitt, 2008):

$$\theta_c = Sen^{-1} \frac{n_2}{n_1}.$$
(2.2)

Los rayos que entran a la fibra óptica deben estar dentro del cono de aceptación θ_m . Si ingresan fuera del cono tendrían un ángulo similar a θ_1 y por lo tanto no se reflejarían en el interfaz núcleo-revestimiento de la fibra óptica. Los rayos que inciden a la fibra óptica con ángulos mayores al cono de aceptación θ_m chocarán con la pared interior con ángulos menores al θ_c , reflejándose parcialmente al encuentro con la interfaz núcleo-revestimiento, lo que ocasionará que se pierda ese rayo. Para comprender mejor obsérve la figura 2.1.



Figura 2.1: Funcionamiento de la fibra óptica indicando que el cono de apertura θ_m , es mayor al ángulo critico θ_c , para que todos los rayos que lleguen con ese ángulo sean transmitidos en el núcleo de la fibra óptica, imagen modificada con referencia de (Elliott y Gilmore, 2002; Anderson y Taitt, 2008)

En la figura el cono depende de los índices de refracción del núcleo de la fibra n_1 , del medio circundante n_2 y del medio desde donde entra la luz a la fibra n_0 . Por lo tanto, empleando la formulación matemática de la ley de Snell, realizando artificios matemáticos a través de identidades trigonométricas se obtiene la ecuación 2.3 para determinar el cono de apertura (Anderson y Taitt, 2008; Hecht y Zajac, 2000).

$$Sen\theta_m = \frac{\sqrt{(n_1^2 - n_2^2)}}{n_0},$$
 (2.3)

Algo que se debe tomar en cuenta dentro de los parámetros de la fibra óptica es la recolección eficiente de la luz, la cual es determinada por la apertura numérica (*NA*, por sus siglas en inglés*Numerical Aperture*). Este parámetro también está relacionado con el ángulo del cono de aceptación, el cual se describe en la ecuación 2.4 (Anderson y Taitt, 2008; Elliott y Gilmore, 2002; Binh, 2015).

$$NA = Sen\theta_m = (n_1^2 - n_2^2)^{1/2}$$
(2.4)

Ahora bien, las ecuaciones 2.1 a 2.4, y la figura 2.1 ayudan a entender el procedimiento para generar el trazo de rayos dentro en las fibras ópticas. Cabe señalar que los ángulos se consideran de acuerdo con los índices de refracción. Esta consideración es válida siempre que la dimensión de la fibra óptica sea comparada con la longitud de onda.

2.3. La onda evanescente

Una vez que se tiene claro el funcionamiento de la fibra óptica, El fenómeno de la onda evanescente ocurre cuando la luz viaja en el núcleo de la fibra usando reflexión total interna. Tal como su nombre lo indica, la onda evanescente es una porción de la luz que al ser reflejada en las paredes de la fibra óptica se desvanece o esfuma.

En cada reflexión que ocurre dentro de la fibra, existe un pequeño campo electromagnético que pasa al revestimiento o medio circundante de la fibra, tal como se ilustra en la figura 2.2. Este campo electromagnético es conocido como onda evanescente (Yin y col., 2008).

Asimismo, la figura 2.2 es útil para explicar los conceptos tales como la apertura numérica y visualizar las leyes de la refracción, ya que muestra una sección de fibra óptica para realizar el análisis cuando entra el rayo al núcleo de la fibra, este se refleja en la interfaz núcleo revestimiento, propagándose así simétricamente. En específico, el ángulo de incidencia θ_i de un rayo que viene

en propagación dentro del núcleo de la fibra, es mayor que el ángulo crítico θ_c , del rayo reflejado desde el interfaz núcleo-revestimiento, todo esto pasa en cada reflexión, también llamada Reflexión Total Interna (RTI) (Xu y col., 2006).



Figura 2.2: Onda evanescente en fibra óptica

La teoría de las ondas proporciona una comprensión profunda de los cambios en el campo evanescente que acompaña al fenómeno del RTI. Según esta teoría la ecuación de onda transmitida puede ser dada por la siguiente ecuación:

$$E_T = \tau \hat{x} E_0 e^{-k_0 n_{rev} \sqrt{(n_{nucleo}^2/n_{rev}^2) Sen^2 \theta_i - 1} z} e^{jk_0 n_{nucleo} Sen \theta_i y}$$
(2.5)

En la ecuación 2.5 se aprecia que la amplitud de la onda evanescente disminuye exponencialmente a razón del alejamiento en dirección perpendicular a la longitud de la fibra óptica (Pollock, 1995; Xu y col., 2006). Asimismo, se aprecia que la onda evanescente es sensible a los cambios en índices de refracción en la interfaz núcleo-revestimiento por el resultado del cociente dentro de la raíz que está en dependencia del índice de refracción de dicha interfaz. Lo anterior se presenta debido a que, la interacción con un elemento diferente. Es decir, en

caso que el medio circundante al núcleo de la fibra óptica sea absorbente a la longitud de onda que se está propagando, habrá una disminución en la potencia de salida de la fibra óptica. Lo anterior ha ayudado a desarrollar innumerables sensores basados en la absorción de onda evanescente (Xin y col., 2017; Mason, 2015).

2.3.1. Profundidad de penetración

La profundidad de penetración de la onda evanescente, d_p es la distancia donde el campo eléctrico se desvanece a 1/e. Básicamente es una distancia corta en el medio cuando sucede la reflexión total interna. En este caso la penetración está representada por la siguiente ecuación:

$$d_p = \frac{\lambda_0}{2\pi \sqrt{n_{nucleo}^2 Sen^2 \theta_i - n_{rev}^2}},$$
(2.6)

donde λ_0 es la longitud de onda en el vacío, θ_i es el ángulo de incidencia a la normal de la fibra. A su vez, n_{nucleo} corresponde al índice de refracción del núcleo de la fibra óptica. Por otro lado, n_{rev} representa el índice de refracción del revestimiento. Cuando este último se retira, el índice de refracción cambia al índice de refracción del aire o por el líquido que se encuentre circundante al núcleo de la fibra óptica (Crosby y col., 2013).

Por otro lado, existe un modelo de longitud de salto. Este modelo es representado en la figura 2.2, donde se observa que la onda evanescente es absorbida en cada punto de RTI a lo largo de núcleo de la fibra óptica que queda expuesto. La longitud de salto L_1 es definida como la distancia a lo largo del eje de la fibra entre los puntos de RTI siguientes de un mismo haz de luz. Lo anterior se demuestra matemáticamente en la siguiente ecuación:

$$L_1 = D\sqrt{\frac{n_{nucleo}^2}{Sen^2\Theta_L} - 1},$$
(2.7)

donde *D* corresponde al diámetro de la zona de detección, n_1 es el índice de refracción del núcleo y Θ_L es el ángulo que forma el rayo que entra con la

normal a la cara del núcleo de la fibra óptica. Es importante notar que existe un desplazamiento δ , el cual se muestra en la figura 2.2. Tal desplazamiento es considerado como la absorción efectiva de la onda evanescente por el medio circundante del núcleo de la fibra óptica producto de cada RTI; su representación matemática se establece como se muestra en la ecuación 2.8:

$$\delta = \frac{2d_p L_1}{D}.$$
(2.8)

Para calcular el número total de RTI representado por la letra N, en una longitud de detección L_2 del núcleo de la fibra óptica, se consideró la siguiente ecuación:

$$N = \frac{L_2}{L_1}.$$
(2.9)

Por lo tanto, la longitud total de la trayectoria de absorción L_{abs} se puede expresar a través de la siguiente ecuación:

$$L_{abs} = N\delta = \frac{L_2\delta}{L_1} = \frac{2d_pL_2}{D},$$
 (2.10)

donde se observa que la absorción esperada es proporcional a la longitud del núcleo de la fibra óptica de sensado. Dicho lo anterior se puede considerar que la sensibilidad de las mediciones de absorción se encuentra inversamente relacionada con el diámetro del núcleo de la fibra óptica (Jiao y col., 2013).

2.4. Fenómeno SPR y LSPR

Existen dos tipos de plasmones SPR, los de superficie y los localizados. La explicación del fenómeno LSPR parte del estudio de los gases y junto con el modelo de Drude, el cual detalla que cuando se tiene un gas fuertemente ionizado, se dice que está en estado de plasma. Debido a que existen portadores de carga libres que pueden interaccionar fácilmente con cualquier onda electromagnética de baja frecuencia. Es decir que al coincidir dichas oscilaciones se genera una fuerte vibración entre los electrones de valencia del metal y la onda electromagnética. La convergencia de este fenómeno se le conoce como plasmón (Cruz y col., 2012; DeCusatis, 2008). LSPR (Localized

Surface Plasmon Resonance), los cuales funcionan mediante la resonancia del plasmón sobre una interfaz metal-dieléctrica o viceversa, mejor conocida como superficie, para comprender la diferencia, a continuación se describen detalladamente.

2.4.1. Fenómeno SPR

El fenómeno SPR es un método de transducción óptica y ha sido utilizado ampliamente para el desarrollo de sensores y biosensores ópticos que detectan parámetros físicos, químicos y biológicos (Yin y col., 2008; Homola, 2003).

El fenómeno SPR es un campo electromagnético evanescente generado sobre la superficie de un metal de espesor nanométrico, mediante la excitación por un haz que incide sobre la superficie dieléctrica con cierto ángulo de inclinación respecto a la normal de la superficie, como se muestra en la figura 2.3.





La luz que pasa a través del vidrio hasta llegar a la superficie del metal o viceversa, genera un plasmón superficial; por lo cual, se consideran dos tipos de configuraciones(Vidal y Moreno, 2008). La figura 2.4, muestra las clasificaciones mencionadas.

 Configuración de Krestschman también conocida como el prisma de Krestchman, es el dispositivo SPR básico. Este prisma está compuesto por una delgada película de metal que lo recubre y una capa de biodetección, la cual esta compuesta por un elemento de bio-reconocimiento inmovilizado sobre la superficie de metal del prisma. Cuando un haz de luz de una longitud de onda apropiada perteneciente al rango visible interactúa con la interfaz dieléctrico-metálica en el ángulo apropiado, puede inducir la resonancia plasmática de electrones en la superficie del metal (Lechuga y col., 2000).

 La segunda configuración es conocida con el nombre de Otto, sólo se utiliza si se debe verificar la rugosidad de la superficie, ya que es difícil mantener una separación uniforme y nanométrica entre la base del prisma y la superficie metálica recubierta sobre un sustrato de vidrio. En ambos casos se utiliza un prisma (Gupta y col., 2015).



Figura 2.4: Imagen de la configuración propuesta por a) Otto y b) Kretschman, imagen tomada de (Gómez, 2012)

2.4.2. Fenómeno LSPR

El fenómeno LSPR es un fenómeno plasmónico que se produce a escala nanométrica. Se puede integrar con transductores para desarrollar sensores que podrían ser útiles para diversas aplicaciones de detección e investigación de biodetección. Teniendo en cuenta el fenómeno de Resonancia de plasmones
superficiales localizados se tiene dos características importantes, la primera es que tiene una absorción selectiva de fotones que permite monitoriar las nanopartículas usando espectroscopia UV-Vis y técnicas de dispersión de campo lejano y la segunda, mejoras de los campos electromagnéticos que rodean las nanopartículas, lo que propicia técnicas espectroscópicas mejoradas en superficie e incluyen la espectroscopia de Ramman mejorada en superficie. El haz incide en las nanopartículas e inicia la oscilación de los electrones libres de la nanopartícula, cuando coincide la frecuencia de oscilación de los electrones de valencia con la frecuencia del haz se genera el fenómeno del plasmón superficial localizado, (ver figura 2.5) (Sherry y col., 2006).



Figura 2.5: Descripción gráfica del fenómeno de LSPR, imagen tomada de (Willets y Van Duyne, 2007)

El sensor LSPR tiene una sensibilidad moderada en comparación con el SPR. Sin embargo, tiene un tiempo de respuesta más rápido, un tamaño más pequeño y una capacidad de detección simultánea (Haes y Van Duyne, 2004). Además, la instrumentación es de bajo costo, lo que facilitará en gran medida el uso de dispositivos portátiles de campo o ambientales en el punto de servicio, para aplicaciones de diagnóstico (Haes y Van Duyne, 2002).

2.5. Modelo de Drude y la función dieléctrica de gas de electrón libre

El modelo de Drude describe las propiedades cualitativas de los electrones de conducción libre en gas, pero también puede ser utilizada para describir las propiedades físicas de los metales, como la conductividad térmica y eléctrica las cuales son explicadas mediante un modelo de plasma. Específicamente para metales, el rango de operación inicia en el visible y se extiende hasta el ultravioleta (Alexander, 2007; Iwanaga, 2016).

Este modelo supone que todos los metales nobles poseen presencia de electrones libres de conducción, los cuales se mueven en un cristal de iones positivos. Lo anterior genera una neutralidad de carga; por lo tanto, los electrones libres bajo ciertas condiciones, se comportan como un plasma tal como se observa en la figura 2.6. Debido a lo anterior, los metales pueden ser modelado como gas clásico, la oscilación de la densidad de carga dada de forma natural, también se le conoce como oscilaciones de plasma. De manera simple los electrones quedan a cierta longitud L con respecto a los iones positivos fijos (Stefani, 2001).



Figura 2.6: Un campo eléctrico externo E_{ext} induce un desbalance de cargas positivas y negativas en cierta longitud L debido a la oscilación generada por el campo eléctrico en los electrones libres del material. Imagen realizada con idea de (Stefani, 2001)

En el modelo de plasma se desprecian las interacciones electrón-electrón y los detalles de potencia reticular. Los electrones oscilan debido al campo electromagnético externo y su movimiento se amortigua mediante colisiones que se producen con una frecuencia de colisión característica $\gamma = 1/\tau$, donde τ se le denomina tiempo de relajación del electrón libre de gas. A temperatura ambiente corresponde a $\tau = 100THz$.

Teniendo en cuenta las consideraciones anteriores para analizar el comportamiento del electrón se toma un electrón del plasma sujeto a un campo eléctrico. Este análisis puede ser expresado a partir de la segunda ley de Newton, la cual indica que la fuerza es proporcional a la multiplicación de la masa y la aceleración. Considerando que en la oscilación interviene la fuerza del electrón, $\vec{F}_{elec} = e\vec{E}$, y la fuerza de amortiguamiento, $\vec{F}_{amort} = m\gamma\vec{v}$, se genera la siguiente expresión matemática:

$$\vec{F} = m\vec{a} \rightarrow \vec{F}_{elec} + \vec{F}_{amort} = m\vec{a} \rightarrow -e\vec{E} - m\gamma\vec{v} = m\vec{a} \rightarrow m\ddot{\vec{x}} + m\gamma\dot{\vec{x}} = -e\vec{E}.$$
 (2.11)

Asumiendo un campo armónico $E(t) = E_0 e^{-i\omega t}$, su solución particular describiendo la oscilación del electrón es:

$$\vec{x}(t) = \vec{x}_0 e^{-i\omega t},\tag{2.12}$$

El desplazamiento de electrones contribuye a la polarización microscópica $P = -nex = -(ne^2/mw^2)E$, explícitamente se presenta como:

$$P = -\frac{e^2 n}{m(\omega^2 + i\gamma\omega)} E(t),$$
(2.13)

donde -ex es el momento dipolar de un electrón por unidad de volumen y n es la concentración de electrones. Al sustituir la ecuación de la polarización en la ecuación de Maxwell considerando el desplazamiento $D = \epsilon_0 E + P$, se obtiene la siguiente ecuación:

$$D = \epsilon_0 \left(1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega} \right), \tag{2.14}$$

donde $\omega_p^2 = \frac{ne^2}{m\epsilon_0}$ es la frecuencia del plasma del electrón libre de gas.

Por lo tanto, se obtiene la siguiente ecuación que representa la función dieléctrica del electrón libre de gas (Kittel y col., 1996; Alexander, 2007):

$$\epsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega}.$$
(2.15)

La función dieléctrica está compuesta por una parte real y una parte imaginaria $\epsilon(\omega) = \epsilon_1(\omega) + i\epsilon_2(\omega)$ las cuales están dadas por las siguientes ecuaciones:

$$\epsilon_1(\omega) = 1 \frac{\omega_p^2 \tau^2}{1 + \omega^2 \tau^2} \tag{2.16}$$

$$\epsilon_2(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2 \tau^2}{\omega(1 + \omega^2 \tau^2)}.$$
(2.17)

Teniendo en cuenta que existen diferentes regímenes de frecuencia con respecto a la frecuencia de colisión, debido a la distribución que se tiene en los materiales. Este trabajo se limitará a las frecuencias $\omega < \omega_p$, donde los metales conservan su carácter metálico. Para frecuencias cercanas a ω_p de $\omega \tau >> 1$, lo que se considera una amortiguación insignificante.

Aquí $\epsilon(\omega)$ es predominantemente real y puede tomarse como la función dieléctrica del plasma de electrones libres no amortiguados (Alexander, 2007).

$$\epsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \tag{2.18}$$

La polarizabilidad, α , de una nanopartícula esférica con tamaño menor al nanómetro comparable con la longitud de onda de la luz, se obtiene a través de la siguiente ecuación:

$$\alpha = 3\epsilon_0 V \frac{\epsilon - \epsilon_m}{\epsilon + 2\epsilon_m} \tag{2.19}$$

donde *V* es el volumen de la nanopartícula, ϵ_0 es la permitividad en espacio libre y ϵ_m es la constante dieléctrica del medio circundante. La resonancia del plasmón ocurre cuando la polarizabilidad alcanza un máximo, es decir que existe una discrepancia en la ecuación 2.19, lo cual genera una condición de resonancia correspondiente a $\epsilon_r = -2\epsilon_m$. Entonces si tomamos la función dieléctrica solo con la parte real y sustituimos la condición de resonancia, obtenemos la frecuencia máxima (ω_{max}) también llamado como LSPR pico, matemáticamente queda como:

$$\omega_{max} = \frac{\omega_p}{\sqrt{2\epsilon_m + 1}}.$$
(2.20)

Considerando que $\lambda = \frac{2\pi c}{\omega}$ y $\epsilon_m = n^2$, al despejar w y sustituirlo en la ecuación 2.20 queda:

$$\lambda_{max} = \lambda_p \sqrt{2n_m^2 + 1},\tag{2.21}$$

donde λ_{max} es el LSPR pico y λ_p es la longitud de onda correspondiente a la frecuencia del plasma del metal, entonces se puede apreciar que la longitud de resonancia está en función de la frecuencia de resonancia del metal y el índice de refracción del medio. (Ortega-Mendoza y col., 2014).

2.6. Funcionamiento del refractómetro de Abbe

El refractómetro de Abbe es un instrumento usado para determinar el índice de refracción n y la dispersión de materiales líquidos o sólidos, transparentes o semitransparentes.

La mayoría de dispositivos refractómetros, cuentan con la ayuda de un termostato que opera en los rangos de $0^{\circ}C$ a $50^{\circ}C$ para poder determinar el correcto índice de refracción de la substancia.

El índice de refracción y la medida de dispersión son constantes ópticas importantes por lo que este instrumento se ha utilizado indispensablemente en las industrias de químicas, grasas, farmacia, pintura, procesamiento de alimentos, por fábricas, colegios e institutos de investigación científica.

El principio básico de operación del refractómetro es la aplicación de la ley de Snell, cuando el fenómeno refractómetro de la luz se produce en la interfaz de dos medios diferentes, se cumple la ley de Snell como lo muestra la ecuación 2.1. El sistema óptico que compone el refractómetro consta de dos partes. En la figura 2.7 La primera por un sistema telescópico compuesto por prismas de entrada donde es colocada la muestra a analizar, espejo reflector, un grupo de prismas de dispersión acromática, un objetivo, una lente de campo y el ocular. Por otra parte, se encuentra el sistema de proyección de lectura que cuenta con una lampara LED de alta intensidad, un condensador, una platina graduada, un grupo objetivo de proyección, tres de espejos reflectores y una ventana de proyección (Mrclab, s.f.).



Figura 2.7: Composición del sistema óptico del refractómetro de Abbe. Imagen tomada

2.6.1. Operación del refractómetro de Abbe

Para garantizar una buena medición del instrumento debe utilizar el refractómetro de Abbe a una temperatura ambiente de $20^{\circ}C \stackrel{+}{-} 3^{\circ}$.

Primero, encienda la fuente de alimentación, descubra la pantalla de proyección, en caso de que la pantalla no se iluminé completamente puede girar la perilla de la lámpara o haciendo un pequeño movimiento hacia adelante o hacia atrás.

Antes de realizar alguna medición, verifique la correcta lectura con el accesorio (bloque de calibre de vidrio estándar) en el instrumento. Si está correcta la

medición, realice la operación con el material que va a trabajar, en caso contrario busque un especialista para calibrar el dispositivo.

Capítulo 3

Desarrollo experimental

3.1. Introducción

En este capítulo se describe la metodología propuesta para la implementación de los sensores con el objetivo de medir el índice de refracción en soluciones acuosas, basados en los fenómenos de LSPR y onda evanescente. También se presentan los resultados obtenidos en cada fase de experimentación.

3.2. Implementación del sensor con base en el fenómeno LSPR

En la siguiente sección se presenta la metodología para llevar acabo la implementación de los sensores con base en el fenómeno de resonancia de plasmón superficial localizado. También se presenta la lista de materiales ocupados en la experimentación. Asimismo se incluye la descripción de la elaboración de la solución con las nanopartículas, la técnica de fotodeposición y el arreglo experimental. Finalmente, se detalla el procedimiento realizado con técnicas de fotodeposición, empleando dos diferentes láseres, por técnica

de deposición por goteo y por deposición de película de plata empleando el reactivo de Tollens.

Para determinar cómo es que va a funcionar el sensor, se deben de considerar ciertos parámetros, tal como la sensibilidad (*S*) de un sensor LSPR. La sensbilidad de un sensor está definida como el cambio en la longitud de onda máxima del LSPR ($\delta\lambda$) por la unidad de cambio en el índice de refracción (δn). Sus unidades se expresan en nanómetros por unidad de índice de refracción (nm/RIU) representados por la siguiente ecuación (Ortega-Mendoza y col., 2014; Cennamo y col., 2013):

$$S = \frac{\delta\lambda}{\delta n} \tag{3.1}$$

3.2.1. Lista de instrumentación y equipo

El objetivo de este trabajo consiste en construir un sensor óptico que detecte el índice de refracción en soluciones acuosas, así como en diferentes concentraciones de glicerina. Para cubrir tal objetivo se utilizó la instrumentación listada a continuación :

• Fibra óptica multimodo de la firma Thorlabs modelo FG105LVA (Thorlabs, 2017a), la cual se representa en la figura 3.1.



Figura 3.1: Sección transversal de fibra óptica multimodo de 105 μm de diámetro de núcleo y 0.10 NA, imagen tomada de (Thorlabs, 2017a)

• Un láser pulsado modelo explorer, de 532 nm longitud de onda de la firma SpectraPhysic, clase 4 con potencia máxima promedio de 4 W, con energía máxima de pulso a 1 mJ y una duración de pulso de 5 a 20 ns, tal como se muestra en la figura 3.2 (SpectraExplorer, 2017).



Figura 3.2: Imagen del láser explorer 532 nm y su fuente de alimentación. Imagen tomada de (SpectraExplorer, 2017)

 Un láser de emisión continua de la firma B&W TEK INC. El láser cuenta con unidad de control integrado, salida acoplada a fibra óptica con emisión en 445 nm, tal como se aprecia en la figura 3.3 (BW, 2017).



Figura 3.3: Láser de emisión continua con salida a fibra óptica 445 nm. Imagen de referencia tomada de (BW, 2017)

- Nanopartículas de plata de la firma Sigma-Aldrich. El tamaño de la nanopartícula es menor a 100 nm, con una resistividad de 1.59 $\mu\omega cm$ (Sigmaaldrich, 2017).
- Un adaptador para fibra óptica modelo: F-MA-FC-FC de la firma Newport. Este adaptador cuenta con un conector de fibra hembra FC en cada extremo, como se aprecia en la figura 3.4 (Newport, 2017a). Se puede usar para fibras conectorizadas de modo único o multimodo y tiene bajas pérdidas.





- Un conector FC para fibra desnuda modelo F-AM-FC de la firma Newport. Este tipo de conectores permite conexiones temporales y fáciles para fibra multimodo, tal como se aprecia en la figura 3.5. Además, asegura la fibra óptica desnuda con una almohadilla de espuma con corte especial de precisión, lo cual garantiza una operación libre de pliegues que se refleja en mediciones repetibles (Newport, 2017b).
- Un medidor de potencia de la firma Newport, El modelo es 2935T-C de dos canales RS-232 DB-15 compatibles con sensores de Modelos 918D y 818-xx(-L-FC) con una tasa de muestreo de 250 KHz, pantalla LCD gráfico TFT de 5.7 *in*. 1/4 VGA a 20 Hz en velocidad de actualización de la pantalla, compatible con sistema operativo Windows 7,8 y XP de 32 y 64 bits, figura 3.6 (Newport, 2017c).



Figura 3.5: Conector FC para fibra óptica desnuda. Imagen tomada de (Newport, 2017b)



Figura 3.6: Imagen de medidor de potencia de la firma Newport con puertos VGA, imagen tomada de (Newport, 2017c)

- Esfera integradora de la firma Newport de 5.3 pulgadas de diámetro, la cual es representada en la figura 3.7. Esta esfera tiene una respuesta rápida para mediciones de alta potencia, cuenta con la especificación de incertidumbre de calibración más estricta del mercado y tiene garantía de calibrado y trazabilidad conforme a los estándares de NIST, (por sus siglas en inglés National Institute of Standards and Technology). La esfera soporta una lectura de medida de potencia de más de 10 W, cubriendo longitudes de onda de 200 a 1650 nm (Newport, 2017d).
- Un sensor de la firma Newport, modelo 918D-SL con rango espectral de 0.4 a 1.1 μm. El cual presenta una potencia promedio máxima con atenuador correspondiente a 2 W/cm² y sin atenuador de 2 mW/cm² a todo el espectro, con energía de pulso máximo con atenuador equivalente



Figura 3.7: Esfera integradora de la firma Newport con sensor acoplado. Imagen de referencia tomada de (Newport, 2017d)

a 1 μ J/ cm^2 y sin atenuador 1 nJ/cm^2 a 15 ns de ancho de pulso. El sensor esta hecho de silicio con un área activa de 1 cm^2 y diámetro activo de 1.13 cm. Este sensor se representa en la figura 3.8 (Newport, 2017e).



Figura 3.8: Sensor de la firma Newport operando longitudes de onda en el rango visible, imagen de referencia tomada de (Newport, 2017e)

- Una lente colimadora modelo PAF-x-2-A de Thorlabs con distancia focal de 2 mm, diámetro de acoplamiento del haz de entrada de 0.3 a 0.8 mm. Presenta 0.33 mm de diámetro del haz de salida colimado y una distancia de colimación de 1 a 20 cm. En la figura 3.9 se aprecia una imagen de referencia (Thorlabs, 2017b).
- Un soporte de traslación XYZ, cuyo modelo corresponde al PT3 de la firma Thorlabs con estándar micrométrico de 1/4 de pulgada a 20 pasos, tal como se representa en la figura 3.10 (Thorlabs, 2017c).



Figura 3.9: Lente colimadora de la firma Thorlabs. Imagen de referencia tomada de (Thorlabs, 2017b)



Figura 3.10: Soporte traslación lineal en 3 ejes micrométricos, imagen de referencia tomada de (Thorlabs, 2017c)

• Una abrazadera de barra rectangular modelo 60mmsq de la firma Edmund Optics con rosca de montaje M6 X 1. Su apertura máxima corresponde a 60 mm, la abrazadera se muestra en la figura 3.11 (Edmund, 2017).



Figura 3.11: Abrazadera ajustable rectangular. Imagen de referencia tomada de (Edmund, 2017)

 Un espectrómetro de la firma Newport modelo OSM400UVNIR, con rango de 200 a 110 nm. Presenta una interfaz serial RS232 para transmisión de datos, interfaz USB, batería para operación, cable de alimentación externa, ranura para tarjeta SD, pantalla táctil, orificio con rejilla de difracción y fibra óptica incluida. Tal espectrómetro se representa en la figura 3.12 (Newport, 2017f).



Figura 3.12: Espectrómetro OSM400-UV-NIR de la firma Newport, imagen de referencia tomada de (Newport, 2017f)

- Una computadora de escritorio marca Dell, modelo OptiPlex 755, con procesador Intel Core 2 Duo E7200 a 253 GHz y tiene una memoria 32 GB en memoria Ram. Sistema operativo Windows XP Profesional Ver. 2002 SP3.
- Una balanza analítica, modelo 250/0.0001 G PW254 de la firma ADAM con calibración interna motorizada. Tiene una gran pantalla LCD retroiluminada, con dígitos claros y registrador de capacidad, indicación en pantalla de datos de hora, fecha, peso de la pieza, posibilidad de activar un programa de protección por contraseña, carcasa metálica diseñada para evitar derrames, plato de pesaje en acero inoxidable, función cuenta piezas, indicando el peso total y el peso unitario, función de aviso por peso fuera de valores admisibles, cálculo de porcentaje en el acto, interface RS 232 bidireccional, para PC, impresora y otra adicional estándar, la balanza se aprecia en la figura 3.13 (ADAM, 2017).
- Una centrifugadora de alta velocidad de la firma Biocotek, modelo TGL16C con una velocidad máxima de 16000 rpm, capacidad de rotor angular máxima de 1.5 ml * 12 (160000 rpm) y mínima de 7 ml * 8 (12000



Figura 3.13: Balanza electrónica analítica digital, imagen de referencia tomada de (ADAM, 2017)

rpm), con una alimentación de 220 V a 50 Hz consume una potencia de 250 W. La centrifugadora se presenta en la figura 3.14 (Biocotek, 2017).





 Una tina de ultrasonido de la firma DTN Ultrasonic cleaning machine, modelo SB120DTN con capacidad para 5 L, con una potencia de consumo de 120 W a 40 Hz, con temperatura ajustable de ambiente en tina a 80 °C, con reloj ajustable en cuenta regresiva de 1 a 99 minutos, todo visible mediante su display para cada valor. La tina se puede apreciar en la figura 3.15 (DTN, 2017).



Figura 3.15: Tina de ultrasonido ajustable con pantalla, imagen de referencia tomada de (DTN, 2017)

3.2.2. Preparación de solución con las nanopartículas

Para preparar la solución con nanopartículas, primero se elige un recipiente plástico con tapa hermética, mejor conocido como vial, totalmente limpio para evitar contaminaciones y variaciones en el peso de las nanopartículas.

Cabe señalar que el recipiente es muy pequeño, aproximadamente para un volumen de 1.5 ml. Este recipiente se coloca en una balanza para tomar el peso del recipiente. A este peso se le agrega el peso deseado de nanopartículas, en este caso es de 0.3 mg de plata, ya que la balanza no puede detectar un peso menor. Ademas de acuerdo según Muñoz-Pérez (2016) con este peso de nanopartículas se obtuvo un buen resultado.

Al mismo tiempo se debe de tener listo en un recipiente etanol junto con una jeringa para insulina con una precisión de $0,01\mu l$ y adicionar el etanol con la mayor exactitud posible con el propósito de ser un experimento reproducible.

Después de tener en el vial las nanopartículas con el etanol se procede a agitarlo colocando el vial en la tina de ultrasonido durante 20 minutos para que sea una solución homogénea. Al término del tiempo se coloca dentro de la centrifugadora por 30 minutos, esto con la finalidad de dejar en el fondo las nanopartículas más grandes.

3.2.3. Técnica de fotodeposición

La técnica de fotodeposición es comúnmente utilizada por su facilidad de implementación. Adicionalmente, es una técnica barata en comparación con otras técnicas como la litografía.

Al momento de introducir la fibra óptica en la solución con nanopartículas, el haz del láser induce un flujo de corriente de convección debido a las nanopartículas que se encuentran suspendidas en el etanol, lo que origina otra fuerza llamada de Stokes (Ortega-Mendoza y col., 2013). Las fuerzas de absorción y esparcimiento dependen del volumen de las nanopartículas; por otro lado, la fuerza de Stokes únicamente depende de la potencia del haz. Lo anterior permite seleccionar el tamaño de la nanopartícula que se desea fotodepositar en el núcleo de la fibra óptica mediante el control de la potencia del haz.

Para comprender mejor véase la figura 3.16, en la cual se ilustra la propagación del haz, cuya mayor intensidad se ubica en el centro de éste. Al mismo tiempo se observan las nanopartículas que se encuentran suspendidas en la solución. Observe que al pasar por el centro de la fibra, es donde se tiene una mayor intensidad, por lo que se adhieren a la punta de la fibra óptica (Morán y Mendoza, 2014; Ortega-Mendoza y col., 2013).

3.2.3.1. Fotodeposición de nanopartículas con luz láser en la punta de una fibra óptica

La deposición de las nanopartículas en la punta de la fibra óptica se realizó basándose en la técnica de fotodeposición vista en la sección 3.2.3. En el laboratorio se cuenta con dos tipos de láseres en rango visible: un láser pulsado de longitud de onda igual a 532 nm y otro láser de emisión continua con longitud de onda de 445 nm. Sin embargo debido a que el láser pulsado se ha utilizado en trabajos anteriores (Muñoz-Pérez, 2016), se decidió utilizar el láser de 532 nm.



Figura 3.16: La punta de la fibra óptica, inmersa en la solución con nanopartículas suspendidas, irradia un haz de luz gaussiano. Lo anterior hace que se adhieran las nanopartículas en la punta de la fibra óptica

3.2.3.2. Arreglo experimental

El arreglo experimental utilizado para elaborar el sensor es el mismo empleado para realizar la técnica de fotodeposición. El montaje para la experimentación es parcialmente fácil de realizar, tal como lo muestra la figura 3.17, donde se observa que los elementos ópticos que lo conforman son mínimos. A continuación, se describirá la aplicación de cada elemento.

La técnica de fotodeposición utiliza un láser pulsado de 532 *nm*. El cabezal del láser, que es donde está el diodo emisor, se mantiene fijo a la mesa. La dirección de emisión sirve para alinear los demás elementos. En este arreglo se coloca una lente que recibe el nombre de focalizadora, debido a que es colocada a su distancia focal correspondiente a 2 mm.

La porción de fibra óptica utilizada tiene una longitud aproximada de 30 *cm*. Para realizar el correcto alineado de la fibra óptica con el láser, ésta es colocada en el soporte de traslación líneal de tres ejes. Es importante mantener libre la punta de la fibra, así como colocarla a la distancia focal de la lente focalizadora. Para hacer una alineación correcta, se realiza el ajuste con el soporte de traslación en los tres ejes hasta lograr una buena alineación. Ya que la fibra óptica es multimodo, se debe de garantizar que el haz se propague en el modo



Figura 3.17: Arreglo experimental para realizar la técnica de fotodeposición empleando un láser de 532 nm

fundamental de la fibra óptica. Lo anterior se logra cuando el punto luminoso gaussiano es observado al salir en el extremo opuesto de la fibra óptica. Un atril es utilizado para hacer más fácil la manipulación de éste ultimo extremo de la fibra, tal como se aprecia en la figura 3.18.





Posteriormente, la punta de la fibra óptica que está sujeta por el atril se introdujo en uno de los orificios de la esfera integradora. Tal esfera tiene un acoplado un sensor que opera en rango visible. El sensor se encuentra conectado al medidor de potencia. El arreglo mencionado garantiza la alineación correcta del láser, pues se realiza un ajuste fino de la alineación de la fibra óptica con el láser. Además, el valor obtenido a través del medidor de potencia sirve como referencia de la potencia inicial. Este valor será utilizado para llevar un control de adherencia de las nanopartículas sobre la cara de la fibra óptica.

3.2.3.3. Resultados y discusión

Como se observó en la experimentación y la teoría que se estudió, las nanopartículas se adhieren a la punta de la fibra óptica porque es ahí donde se encuentra la mayor intensidad del haz. Las micrografías obtenidas mediante un microscopio de barrido electrónico (SEM, por sus siglas en inglés *Scanning Electron Microscope*) son mostradas en la figura 3.19.



Figura 3.19: Micrografía obtenida mediante un SEM. La imagen corresponde a la punta de una fibra óptica con nanopartículas de plata inmovilizadas usando la técnica de fotodeposición

3.2.3.4. Implementación del sensor empleando fotodeposición con láser pulsado

Una vez ordenados los componentes mencionados en la sección anterior, la punta de la fibra óptica ubicada en la esfera integradora se introduce en el recipiente con nanopartículas.

Como se menciono anteriormente, antes de sumergir la punta de la fibra óptica en la solución se debe anotar el primer valor obtenido por el medidor de potencia. A este valor se le denomina, valor de referencia. Después de permanecer 5 minutos dentro de la solución. La fibra óptica es retirada para comparar el valor referencia versus la potencia final. La potencia final se obtiene introduciendo la fibra óptica dentro de la esfera integradora. La diferencia existente entre el valor de referencia y la potencia final se conoce como la atenuación producida por las nanopatículas adheridas en la punta de la fibra óptica.

Conviene subrayar que la lectura que proporcionada por el medidor de potencia corresponde a un valor en watts. Por consiguiente, fue necesario realizar una conversión de unidades para tener el control de atenuación en decibelios (dB). La unidad habitual empleada para designar la relación de los dos niveles de potencia: la potencia de salida (P_{out}) y la potencia de entrada (P_{in}). La atenuación fue estimada utilizando la siguiente ecuación:

$$x = -10\log\frac{P_{out}}{P_{in}},\tag{3.2}$$

donde x es el nivel de potencia en dB. P_{in} es la potencia de entrada en watts. P_{out} es la potencia de salida en watts. Por consiguiente, se crea una relación de 1:10 es de 10 dB, 1:100 es de 20 dB, 1:1000 es de 30 dB, y así sucesivamente (Hecht y Zajac, 2000).

Asimismo, para conocer la cantidad de atenuación en la fibra, se tomó el valor inicial convertido a dB y se le restó el valor que arrojó el medidor de potencia después de haber estado en la solución con nanopartículas, convertido también

en dB. Esta diferencia corresponde al valor de atenuación con el cual será el valor de referencia para etiquetar el nuevo sensor.

Es necesario recalcar que el procedimiento se repite en caso de ser necesario, ya que es mas tardado en algunas ocasiones debido a condiciones de temperatura del laboratorio. Por lo tanto, el proceso de inmersión de la fibra óptica fue repetido varias veces en la solución con nanopartículas. Esas mismas veces se realizaron las operaciones de conversión y sustracción con los valores que reflejó el medidor de potencia.

3.2.3.5. Resultados y discusión

Una vez obtenida la atenuación deseada, es decir de 4 dB, se procede a validar el pico del espectro de absorción de la plata. Cabe mencionar que la atenuación fue variada de 3 hasta 5 dB. La configuración experimental para las pruebas de desplazamiento se describe a continuación. Se colocó el espectrómetro alineado a la fibra óptica, la cual se encuentra adherida al soporte de traslación lineal. El extremo de la fibra óptica que contiene las nanopartículas es soportado en el atril, con la finalidad de alinear la fibra sobre la lámpara de halógeno.

En este experimento se utilizó un vidrio de reloj para permitir que la luz pase hasta llegar a la fibra óptica y tomar los datos del comportamiento de la punta sensora en aire. Posteriormente, se agregó agua potable en el cristal de reloj hasta cubrir la punta de la fibra óptica como se muestra en la figura 3.20.

Por otro lado, en la figura 3.21 se aprecian dos gráficas. La gráfica en color negro corresponde al espectro de absorción cuando la punta de la fibra óptica con nanopartículas está expuesta al aire. Como se observa, el pico más alto se encuentra en 437 *nm*. Dentro de la imagen se encuentra un recuadro de texto ubicado en la esquina superior derecha. Tal imagen es la etiqueta que identifica a cada fibra con los valores de la cantidad de atenuación generada por las nanopartículas al momento de realizar la fotodeposición. Por otro lado, la gráfica en color rojo representa la punta de la fibra óptica inmersa en agua. Como se observa, el pico más alto de esta gráfica se ubica en 476 *nm*. Al comparar



Figura 3.20: Arreglo experimental para determinar el desplazamiento del pico de absorción de la plata. Una punta de la fibra óptica es colocada en el espectrómetro y la punta con las nanopartículas se ubicó sobre un recipiente transparente para que sea posible pasar la iluminación de una lámpara de halógeno a la fibra óptica

los picos mas altos de ambas gráficas se observa un desplazamiento entre los picos de las señale mostradas por el espectrómetro. El desplazamiento es igual a 39 nm. Este valor numérico permite conocer la sensibilidad del sensor en razón del desplazamiento de los picos debido al cambio de los índices de refracción.

Es importante mencionar que se realizaron varios sensores de fibra óptica con diferentes atenuaciones durante la fotodeposición de las nanopartículas. Para visualizar los espectros de absorción y realizar una comparación de ellos, es necesario tomar en cuenta dos características La primera, es que el pico de absorción se encuentre bien definido. La segunda, es que genere un mayor desplazamiento al cambio de índice de refracción. Por ejemplo, en las gráficas de la figura 3.22 se aprecia un pico bien definido correspondiente a la línea de color negro, la cual representa cuando el sensor se encuentra en aire. El pico más alto lo marca en 381.2 *nm*. Por otro lado, la línea de color rojo representa un pico poco definido el cual corresponde al sensor en agua. Este pico se ubica

en 420.9 *nm*. La diferencia de los picos máximos generan un desplazamiento de 39.7 *nm* cuando cambia de un medio a otro.



Figura 3.21: Gráficas del espectro de absorción con láser de 532 nm y atenuación de 3 dB, mostrando un desplazamiento de 39 nm al cambiar de un medio aire (gráfica negra) a otro medio de diferente índice de refracción, como el agua (gráfica roja).

Así también, la línea negra de la figura 3.23 muestra un espectro de absorción cuyo pico máximo se encuentra en 420 *nm* concerniente al sensor en aire. En contraste, la línea roja muestra un espectro de absorción cuyo pico máximo está en 457.8 *nm*, el cual pertenece al sensor cuando está en agua. De ahí que, la diferencia entre los picos representa un desplazamiento de 37.3 *nm*.

3.2.3.6. Implementación del sensor empleando fotodeposición con láser de emisión continua

Analizando los resultados que se muestran en las gráficas de las figuras 3.22 y 3.23, se puede observar que el mejor de los desplazamientos corresponde aproximadamente a 40 *nm*. La cantidad es aceptable para la sensibilidad del sensor según los datos reportados por Muñoz-Pérez (2016). Con base en estas



Figura 3.22: Gráficas del espectro de absorción con láser de 532 nm con atenuación de 4 dB y un desplazamiento del pico de 39.7 nm al colocar la punta sensora en aire (línea negra) y posteriormente en agua (línea roja)

observaciones, se decidió reproducir el sensor con las mismas características para realizar más sensores y realizar diversas pruebas. De ahí que se procedió a utilizar un láser de emisión continua para fabricar un sensor similar.

Teniendo en cuenta el dominio de la técnica de fotodeposición, se optó por utilizar un láser de emisión continua con longitud de onda de 445 nm con salida en fibra óptica. La ventaja de utilizar este tipo de láser es que la fibra óptica se encuentra acoplada al diodo emisor, de este modo, fue más sencillo realizar la técnica de fotodeposición. Sin embargo, fue necesario utilizar dos conectores tipo FC y un adaptador FC para hacer el empalme entre la fibra del láser y la fibra que se utilizaría como sensor. El otro extremo de la fibra se colocó en la esfera integradora con el objetivo de medir la potencia de salida. Una vez realizados los ajustes, se inicia la técnica de fotodeposición, como se muestra en la figura 3.24.



Figura 3.23: Gráficas del espectro de absorción con Láser de 532 nm y atenuación de 5 dB, mostrando un desplazamiento de 37.5 nm al cambiar de un medio aire (gráfica negra) a otro medio de diferente índice de refracción, como el agua (gráfica roja).

Se obtuvieron mejores resultados empleando el láser de emisión continua, con respecto al láser pulsado, a pesar de ser la misma técnica de fotodeposición. El tiempo de adherencia de las nanopartículas fue reducido debido a la rapidez de la técnica y a las características propias del láser. Por consiguiente, se logró realizar un análisis pronto con una potencia de salida en la fibra óptica de 50 μW y hasta terminar con una potencia de 200 μW . La atenuación fue variada de acuerdo con cada potencia del láser, desde 1 dB hasta 5 dB en los diferentes tramos de fibras ópticas empleadas para sensores.



Figura 3.24: Arreglo experimental de técnica de fotodeposición con láser 445 nm

3.2.3.7. Resultados y discusión

Las pruebas sobre el funcionamiento de puntas sensoras con la técnica de fotodeposición de nanopartículas realizadas con atenuaciones de 1 y 2 dB y potencia de salida igual a 50 μW , no presentan desplazamientos mayores a 2 dB. Por esta razón no se contemplaron tales atenuaciones en los siguientes experimentos donde la potencia salida del láser fue incrementada a 100, 150 y 200 μW .

Ahora bien, como se muestra en la gráfica 3.25, la técnica de fotodeposición de nanopartículas fue realizada con 50 μW de potencia de salida del láser, lo cual generó una atenuación de 3 dB. En la gráfica, la línea negra representa el momento cuando el sensor se encuentra en aire y el pico más alto se ubica a 416.3 nm. Cuando el sensor se introduce en agua se presenta un pico no bien formado, el cual se encuentra en 463.6 nm. Por lo tanto, la diferencia de los picos genera un desplazamiento de 47.3 nm.

Por otro lado, las gráficas mostradas en la figura 3.26 corresponden a los espectros de absorción con 50 μW de potencia de salida del láser pero con 4 dB de atenuación. En las gráficas se aprecia una línea de color negro que representa cuando el sensor se encuentra en aire ubicando el pico más alto en



Figura 3.25: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 50 μW . Se observa un desplazamiento de 47.3 nm al cambio de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

415.7 *nm*. En contraste, la línea roja representa cuando el sensor está inmerso en agua, ubicando el pico máximo en 456.1 *nm*. Así que teniendo estos valores, el desplazamiento generado corresponde a 40.4 *nm*.

Finalmente, dejando el mismo valor de potencia de salida del láser, se aumentó la acumulación de nanopartículas en la punta de la fibra hasta generar una atenuación de 5 dB; el resultado se muestra en la figura 3.27, donde es posible ver el pico de absorción en 437 nm en la línea negra que simboliza cuando el sensor se encuentra en aire. Por su parte la línea roja escenifica el sensor inmerso en agua, situando el pico máximo en 478.6 nm. Como consecuencia se genera un desplazamiento de 41.6 nm. Cabe señalar que los desplazamientos del pico de absorción en las gráficas mencionadas presentaron poco más de 40 nm. Estos resultados reflejan una buena sensibilidad al cambiar de un índice de refracción a otro diferente.



Figura 3.26: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 50 μW . Se observa un desplazamiento de 40.4 nm al cambio de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

Las pruebas realizadas en fibras ópticas sensoras con la técnica de fotodeposición con atenuaciones de 3, 4 y 5 dB y 100 μW de potencia de salida del láser, son mostradas en las figuras 3.28, 3.29 y 3.30 respectivamente.

La figura 3.28 muestra una línea negra concerniente al sensor ubicado en aire cuyo pico máximo de absorción encaja en 438.2 *nm*. En contraste, la línea roja representa el momento cuando el sensor se encuentra inmerso en agua y el pico de absorción máximo se encuentra en 476.3 *nm*. Como consecuencia, se genera un desplazamiento de 38.1 *nm*.

La figura 3.29 muestra una línea negra referente al sensor localizado en aire cuyo pico máximo de absorción está en 433 nm. La línea roja muestra el momento cuando el sensor se encuentra inmerso en agua y el pico máximo está en 472.2 nm. Con base en estos picos del espectro de absorción se produce un desplazamiento de 38.1 nm con atenuación 3 dB y 100 μW de potencia.



Figura 3.27: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 50 μW . Se observa un desplazamiento de 41.6 nm. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

Finalmente, la figura 3.30 muestra una línea negra donde el pico máximo está localizado en 434.1 *nm* representando al sensor en aire. La línea roja representa al sensor inmerso en agua y se observa el pico máximo en 512.1 nm, por lo que generó un desplazamiento de 78 nm al cambio de índice de refracción.

La figura 3.31 corresponde a los espectros de absorción de una fibra sensora elaborada con la técnica de fotodeposición de nanopartículas de plata con 150 μW de potencia a la salida del láser. Las nanopartículas generan una atenuación de 3 dB. Por su parte la línea negra representa el sensor ubicado en aire, lo que genera que el pico máximo de absorción se observe en 376 nm, y en 375.4 nm cuando el sensor se encuentra inmerso en agua, representado por la línea roja.

La figura 3.32 representa los espectros de absorción de una fibra óptica irradiada con la misma potencia de la figura $3.31(150 \ \mu W)$ pero las



Figura 3.28: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 39.2 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

nanopartículas generan una atenuación de 4 *dB*, por lo tanto el pico máximo de absorción se sitúa en 415.2 *nm* cunado el sensor se encuentra en aire (línea negra). Cuando el sensor se encuentra inmerso en agua (línea roja), el pico máximo se aprecia en 443.4 *nm*, lo que genera un desplazamiento de 28.2 *nm*.

Finalmente, la figura 3.33 corresponde al espectro de absorción de una fibra irradiada con 150 μW de potencia de salida, generando una atenuación de 5 dB por las nanopartículas de plata y un desplazamiento de 29.3 nm al cambiar de índice de refracción, ya que el pico máximo de absorción situado en 409.4 nm cuando está en aire (línea negra), y por la línea roja cuando se encuentra en agua, por lo que el pico máximo de absorción está en 438.7 nm.

Cabe señalar que los desplazamiento que muestran las gráficas 3.25, 3.28, 3.31 y 3.34, se encuentra reportado con anterioridad por Muñoz-Pérez (2016),



Figura 3.29: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 39.2 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se ubica inmersa en agua.

mediante la misma técnica de fotodeposición pero con un láser diferente, pues el láser utilizado en este trabajo corresponde a un láser de emisión continua. Por otro lado, la figura 3.30 muestra el mejor de los desplazamientos debido a las características de fabricación del sensor, ya que se usaron 100 mW de potencia para la técnica de fotodeposición de las nanopartículas de plata generando una atenuación de 5 dB. En la figura se observa que existe un desplazamiento de 78 nm al cambio del índice de refracción de aire a agua, mismo que se puede apreciar con más detalle en la figura 3.35. Por consiguiente, se utilizó este sensor para realizar las pruebas de detección de concentración de glicerina.

Con los resultados obtenidos sobre el desplazamiento, se procede a realizar la siguiente experimentación: colocar la parte sensible de la fibra óptica (punta con nanopartículas) dentro de las diferentes concentraciones. En la parte de abajo del recipiente que contiene la solución de glicerina se coloca una lámpara de



Figura 3.30: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 78 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

halógeno con el objetivo de que la luz proveniente de ella cruce la solución y viaje a través de la fibra óptica.

También debido a las nanopartículas inmovilizadas, se observó el pico de absorción de la plata en cada gráfica cuando la punta de la fibra óptica se ubicaba en aire. En este experimento se esperaba ver algún cambio en la posición de tal pico de absorción con las diferentes concentraciones de glicerina. El arreglo utilizado se muestra en la figura 3.36, donde observa el tramo de fibra óptica que funciona como sensor. La punta de la fibra que no cuenta con nanopartículas adheridas es alineada en la entrada del espectrómetro donde se encuentra la rejilla de difracción. Por otro lado, el extremo de la fibra óptica con nanopartículas se colocó sobre un recipiente transparente sin tocar su fondo. La fibra se sujetó a un poste anclado al soporte de traslación para poder controlar la altura de la punta sensora.



Figura 3.31: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 1.2 nm, al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

3.2.4. Deposición de nanopartículas usando la técnica de goteo

La técnica de deposición por goteo consiste en colocar, de forma dosificada, la solución con nanopartículas de plata sobre un portaobjetos para permitir que se vaya evaporando el etanol y queden adheridas sólo las nanopartículas. Esta técnica evita la dispersión de las nanopartículas en regiones donde no se tomarán en cuenta cuando los resultados sean validados.

Cabe mencionar que, esta técnica es muy básica comparando con otros métodos en los que se requiere realizar procedimientos de limpieza antes de cualquier deposición. Por ejemplo, una erosión para eliminar una capa superficial del material para su posterior deposición, tal como lo realizó Vershinin y col. (2000). Existen algunas otras técnicas de deposición más



Figura 3.32: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 4 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 28.2 nm, al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

complejas como la deposición por evaporación o baño de deposición química (CACIEDO y col., 2002).

3.2.4.1. Implementación del sensor empleando deposición por goteo

En esta experimentación, una deposición por goteo de nanopartículas de plata fue realizada. Para ello, se utilizó una jeringa de 3 mL, con la cual se depositaron gotas controladas de solución coloidal compuesta por etanol con nanopartículas de plata sobre un portaobjetos de doble cavidad, como se aprecia en la figura 3.37. La deposición se inició con dos gotas en una de las cavidades esperando un tiempo aproximado de 10 minutos con la finalidad de evaporar el etanol. Algunas cavidades se dejaron así (con dos gotas) y en algunas otras fue aumentando la cantidad de gotas, esperando 10 minutos entre cada deposición. Es importante mencionar que si no se respetaba el


Figura 3.33: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 150 μW . Se observa un desplazamiento de 29.3 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

tiempo de evaporación y se agregaban más gotas, la solución coloidal salía de la cavidad del portaobjetos y con ello las nanopartículas de plata.

3.2.4.2. Resultados y discusión

Las gráficas de la figura 3.38a corresponden a una cavidad del portaobjetos con deposición de 3 gotas de solución con nanopartículas de plata convirtiéndose en la parte sensora. La línea de color negro representa el espectro de absorción de la plata, cuando la parte sensora está en aire y el pico de absorción se ubica en 393 *nm*. Cuando fue agregada agua en la cavidad, el pico de absorción se posicionó en 372.6 *nm*, por lo que se generó un desplazamiento del pico de absorción de 20.4 *nm*. Por otro lado, la figura 3.38b, contiene una línea negra que muestra el pico de absorción ubicado en 411.7 *nm*, el cual es generado cuando la parte sensora se encuentra en aire. Posteriormente, al colocar agua, el pico de absorción se posicionó en 376 *nm*. Este pico se



Figura 3.34: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 3 dB y potencia de 200 μW . Se observa un desplazamiento de 1.1 nm al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.

encuentra representado por la linea roja, generando un desplazamiento de 35.7 *nm*.

La figura 3.39a muestra el resultado del pico de absorción que produce un sensor elaborado con 10 gotas de solución con nanopartículas. La línea negra representa la parte sensora en aire y el pico de absorción se localiza en 441 *nm*. Al depositar agua sobre la parte sensora el pico se posiciona en 428 *nm*, como lo representa la línea roja. Lo anterior genera un desplazamiento de 23 *nm* al cambio en el índice de refracción. La figura 3.39b muestra el resultado del pico de absorción que produce un sensor elaborado con 26 gotas de solución con nanopartículas. En esta figura, la línea negra ilustra cuando la parte sensora se encuentra en aire y el pico de absorción se localiza en 417.5 *nm*. Por su parte la línea roja representa la parte sensora en agua, lo que genera un pico en 380 *nm* propiciando un desplazamiento de 37.5 *nm* al cambio en el índice



Figura 3.35: Gráficas del espectro de absorción con atenuación 5 dB y potencia de 100 μW . Se observa un desplazamiento de 78 nm, al cambiar de índice de refracción. La línea negra corresponde a la punta sensora cuando se encuentra al aire. La línea roja representa cuando la punta se encuentra inmersa en agua.







Figura 3.37: Experimento con varios portaobjetos de doble cavidad para deposición de nanopartículas utilizando goteo controlado por una jeringa

La figura 3.40 muestra el resultado del pico de absorción sobre un sensor elaborado con 35 gotas de solución con nanopartículas. La línea negra representa la parte sensora en aire y el pico de absorción se localiza en 415.2 *nm*. Por otro lado, al depositar agua sobre la parte sensora el pico se localiza en 366.2 *nm*, como lo representa la línea roja. Lo anterior genera un desplazamiento de 49 *nm* al cambio en el índice de refracción.

3.2.4.3. Experimentación adicional

En esta sección se busco mejorar la experimentación inicial con los portaobjetos. Dado que la curva de absorción estaba bien definida, se busco algún método que ayudará a mantener las nanopartículas adheridas al portaobjetos. En la primer opción se utilizó el punto de fusión de la plata corresponde a 962 °C, sin embargo, se consideró que por ser nanopartículas la temperatura de fusión debería ser menor. Así mismo se consideró el punto de fusión del silicato con el que se encuentran elaborados los portaobjetos. Sin embargo, debido a la escasa información de la combinación de materiales que componen los portaobjetos, se decidió tomar en cuenta las propiedades



Figura 3.38: Gráficas de espectro de absorción por goteos de 3 y 5 gotas. (a) Generando un desplazamiento de 20.4 nm por las nanopartículas de plata, al cambio de índice de refracción de aire (gráfica en negro) a agua (gráfica roja). La deposición fue de 3 gotas de la solución con nanopartículas de plata en la cavidad del portaobjetos. (b) Espectro de absorción con 5 gotas de concentración en la cavidad del portaobjetos generando un desplazamiento de 35.7 nm



Figura 3.39: Gráficas de espectro de absorción por goteos de 23 y 26 gotas. (a) Generando un desplazamiento de 23 nm al cambio en el índice de refracción, la deposición fue de 23 gotas. (b) Las gráficas de espectro de absorción con 26 gotas de concentración en la cavidad del portaobjetos generando un desplazamiento de 35.7 nm al cambio en el índice de refracción



Figura 3.40: Gráficas de espectro de absorción por goteo de 35 gotas generando un desplazamiento de 49 nm al cambio de índice de refracción de aire a agua

del silicio puro y del vidrio pues son los elementos básicos de aleación de un portaobjetos. En el caso del silicio puro su punto de fusión es de 1410 °C y el de algunos vidrios es más de 800 °C. Lo anterior indica que el portaobjetos podría resistir el calor para llevar al punto de fusión las nanopartículas de plata.

En el laboratorio de química existe un horno muy grande para los portaobjetos, por ello, se procedió a improvisar un horno utilizando ladrillos refractarios, una resistencia y un termopar para controlar la temperatura de la resistencia. Para validar la correcta operación del horno, se realizaron pruebas de calentamiento cuyos resultados fueron positivos. En seguida, se colocó un par de portaobjetos preparados para reproducir las gráficas de la figura 3.40, las cuales fueron elegidas por el desplazamiento observado correspondiente a 49 nm al cambio del índice de refracción. Sin embargo, al colocar los portaobjetos a 200 °*C*, se deformaron completamente, por lo que no fue posible usar la cavidad para realizar las pruebas correspondientes.

3.2.5. Deposición de película de plata empleando el reactivo de Tollens

La técnica de deposición por goteo presentó gráficas bien definidas, lo cual sustentó la idea de colocar una película de plata sobre la fibra. La literatura revisada señala el uso del reactivo de Tollens como el procedimiento más recomendable para fabricar la película. Este procedimiento fue publicado en 1882 y desde entonces se ha empleado como parte de la didáctica para estudiantes de química orgánica. Actualmente, es comúnmente utilizado en la creación de una gran variedad de sensores (Sánchez y col., 2015).

La preparación del reactivo de Tollens se realiza en el sitio y en poco volumen, debido a su corta vida útil. Para realizar la medición correcta de las distintas soluciones requeridas por el reactivo, se utilizaron jeringas para insulina cuya escala de unidades es muy pequeña. Por ejemplo, 30 unidades es igual a 0.3 mL. Por lo tanto, se tomaron 30 unidades de nitrato de plata de concentración 25 g/l, al cual se añade hidróxido amónico concentrado gota a gota. Entonces, aparece un precipitado que se disuelve posteriormente. Enseguida, se incorporan 15 unidades de hidróxido de potasio a una concentración de 44.5 g/l. Nuevamente aparece el precipitado el cual debe disolverse añadiendo gotas de hidróxido amónico concentrado. Una vez que la mezcla presenta un color claro, se adicionan 2 unidades de disolución de glucosa (40 g en 350 ml de agua). Es importante mencionar que, la glucosa debe agregarse para iniciar la oxidación la cual produce la película de plata (Sánchez y col., 2015). Esto quiere decir, que este último paso se realiza cuando la fibra óptica está inmersa en la solución.

3.2.5.1. Implementación del sensor empleando el reactivo de Tollens

La implementación del sensor requiere una preparación especifica de la fibra óptica. Primero, se toma un tramo de fibra de 30 cm aproximadamente. Con ayuda de una pinza peladora de fibra óptica, se retira el revestimiento y el recubrimiento, el propósito es dejar el núcleo de la fibra expuesto. Posteriormente, la fibra es moldeada en tipo Ü". Sólo se sumerge la parte

c)

descubierta del núcleo en cloruro estañoso al 0.2% durante 30 minutos. Después, se retira la fibra y se enjuaga con agua destilada para remover el exceso de cloruro. Finalmente, se deja secar la parte sensora. Una vez terminado este procedimiento, la fibra está lista para agregar la película de plata.

En la figura 3.41 se aprecia el espejo de plata después de finalizar la reacción de Tollens. Cabe señalar que este primer experimento fue realizado en un vidrio de reloj, posteriormente, se realizó en la fibra óptica.



b)

Figura 3.41: Cristal de reloj con reactivo Tollens. Previamente tratado con cloruro estañoso al 0.2%. a) Lado cóncavo del vidrio de reloj tratado. b) Lado convexo del vidrio tratado. c) Lado cóncavo de un vidrio de reloj sin tratamiento estañoso con el mismo reactivo de Tollens empleado en el primer vidrio de reloj

3.2.5.2. Resultados y discusión

a)

Las imágenes del resultado de la película de plata en el cristal empleando el reactivo de Tollens confirman la necesidad de usar el tratamiento de cloruro estañoso. En consecuencia se procedió a tratar los tramos de fibra óptica siguiendo el mismo procedimiento de pre tratado y de la formación de la película.

En el análisis de las fibras sensoras, fue necesario utilizar el espectrómetro para validar la formación del pico de absorción conforme se adhería la película. La figura 3.42 muestra diversas gráficas del seguimiento a la formación de la película de plata. La línea de color negro representa la gráfica del espectro de absorción cuando la fibra óptica se encuentra inmersa en el reactivo de Tollens sin glucosa. La línea de color rojo interpreta cuando la fibra está inmersa en la solución y se le agrega la glucosa para que inicie la reacción química, lo cual es considerado el minuto cero. Las líneas azul, rosa y verde, representan el espectro de absorción de uno, dos y diez minutos después de agregar la glucosa, respectivamente.



Figura 3.42: Prueba 1. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens . Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea negra representa cuando la fibra óptica es tratada para ser adherida la película. Las líneas roja, azul, rosa y verde corresponden al minuto cero, uno, dos y diez respectivamente, después de iniciar la reacción química para la formación de la película de plata

La figura 3.43 ilustra diferentes gráficas sobre la evolución de la oxidación para la formación de la película. La línea de color negro representa la gráfica del espectro de absorción cuando la fibra óptica se encuentra inmersa en el reactivo de Tollens sin glucosa. La línea de color rojo interpreta cuando la fibra está inmersa en la solución y se agrega la glucosa, lo que se considera como minuto cero. Las líneas azul y rosa representan el espectro de absorción de uno y diez minutos respectivamente después de agregar la glucosa.



Figura 3.43: Prueba 2. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens. Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea negra representa cuando la fibra óptica tratada para ser adherida la película. Las líneas roja, azul y rosa corresponden al minuto cero, uno y diez respectivamente, después de iniciar la reacción química para la formación de la película de plata

La figura 3.44 muestra diversas gráficas para dar seguimiento a la evolución de la película de plata. La línea de color negro representa la gráfica del espectro de absorción cuando la fibra óptica se encuentra en aire sin algún tratamiento previo. La línea de color rojo ilustra cuando la fibra está inmersa en la solución y se agrega la glucosa para que inicie la reacción química, lo cual es considerado como minuto cero. Las líneas azul, rosa, verde y azul rey representan el espectro de absorción de uno, dos, cinco y diez minutos respectivamente, después de agregar la glucosa.



Figura 3.44: Prueba 3. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens. Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea negra representa cuando la fibra óptica tratada para ser adherida la película. Las líneas roja, azul rey, rosa, verde y azul marino corresponden al minuto cero, uno, dos, cinco y diez respectivamente, después de iniciar la formación de la película de plata

La figura 3.45 muestra diversas gráficas sobre la evolución de la formación de la plata. La línea de color negro representa la gráfica del espectro de absorción cuando la fibra óptica se encuentra con el núcleo expuesto al aire sin tratamiento previo. La línea de color rojo ilustra cuando la fibra está inmersa en la solución del cloruro estañoso. La línea de color azul rey representa cuando la fibra está inmersa en el reactivo Tollens sin glucosa. La línea rosa ilustra la gráfica cuando la fibra óptica se encuentra inmersa en el reactivo Tollens y se agrega la glucosa para que inicie la reacción química, lo cual es considerado como minuto cero. Las líneas verde, azul marina, lila y morada representan el espectro de absorción de uno, dos, tres y diez minutos respectivamente, se retiró la fibra óptica del reactivo Tollens para enjuagar con agua destilada. El objetivo es retirar los excesos del reactivo de Tollens. Finalmente, se dejó secar por un lapso de 30 minutos para tomar una gráfica del espectro de absorción,



la cual es representada por la línea color café. Por otro lado, la línea de color verde seco ilustra cuando la fibra se sumergió en un recipiente con agua.

Figura 3.45: Prueba 4. Gráfica del espectro de absorción empleando el reactivo de Tollens. Se muestra el proceso de adherencia de la película de plata a la fibra óptica. La línea de color negro representa cuando la fibra óptica se encuentra desnuda sin tratamiento. La línea roja representa cuando la fibra está inmersa en cloruro estañoso. La línea azul rey ilustra cuando la fibra tratada está inmersa en el compuesto Tollens sin reaccionar. Las líneas rosa, verde, azul marino, violeta y morada corresponden al minuto cero, uno, dos, tres y diez respectivamente, después de iniciar la reacción química para la formación de la película de plata. Por otra parte, la línea de color café ilustra cuando la fibra está en aire y la línea verde representa cuando la parte sensora se encuentra inmersa en agua

Después de realizar varias fibras sensoras y ver, mediante las gráficas, que no se obtenían resultados favorables para la resonancia del plasmón superficial, se procedió a tomar una muestra para analizar la formación de la película en la fibra óptica, como se aprecia en la imagen 3.46. En la imagen se muestra una micrografía tomada con un microscopio de barrido electrónico (SEM, por sus siglas en inglés), se puede observar una película con un espesor no uniforme aproximado de 100 nm.



Figura 3.46: Micrografía obtenida a través de un SEM de un tramo de fibra óptica con una película superficial de plata empleando el reactivo de Tollens

3.3. Implementación del sensor con base en el fenómeno de onda evanescente

3.3.1. Introducción

Una vez revisada la teoría del fenómeno de la onda evanescente, se aprovechará este fenómeno para la implementación del sensor. En particular, el capítulo 1 resume que la mayoría de los sensores basados en el fenómeno de onda evanescente tienen una configuración en forma de "U", sin considerar el tipo de fibra a utilizar. La mayoría de los trabajos usan fibras de núcleos mayores a 200 μm .

En esta sección se presenta la lista de materiales ocupados en la experimentación, así como su descripción. También se describe el arreglo experimental para la elaboración del sensor. Finalmente, se analizan los resultados obtenidos con las pruebas del sensor basado en el fenómeno de onda evanescente.

3.3.2. Preparación de materiales

Para continuar con la implementación del sensor basado en el fenómeno de onda evanescente, se usaron los materiales que a continuación se enlistan:

- Una fibra óptica multimodo de Thorlabs (para más información ver sección 3.2.1).
- Un láser Thorlabs con longitud de onda de 1550 nm, unidad de control integrado y salida acoplada a fibra óptica, como se muestra en la figura 3.47 (Thorlabs, 2017d).



Figura 3.47: Láser de 1550 nm con salida a fibra óptica. Imagen de referencia tomada de (Thorlabs, 2017d)

- Un adaptador para fibra óptica modelo F-MA-FC-FC de Newport (para más información ver sección 3.2.1).
- Un conector FC para fibra desnuda modelo F-AM-FC de Newport (para más información ver sección 3.2.1).
- Un sensor Newport modelo 918D-IG-OD1R, el cual es mostrado en la figura 3.48. El sensor cuenta con un rango espectral de 0.8 a 1.65 μ m, potencia promedio máximo con atenuador de 100 mW/cm^2 y sin atenuador de 10 mW/cm^2 a todo el espectro, con energía de pulso

máximo con atenuador equivalente a 50 nJ/ cm^2 y sin atenuador $5nJ/cm^2$ a 15 ns de ancho de pulso. El sensor está hecho de indio de galio y arseniuro (InGaAs) con un área activa de 1 cm^2 y diámetro activo de 1.13 cm. (Newport, 2017g).



Figura 3.48: Sensor Newport operable en rango infrarrojo adaptable a la esfera integradora. Imagen de referencia tomada de (Newport, 2017g)

- Un medidor de potencia Newport (para más información ver sección 3.2.1).
- Esfera integradora Newport (para más información ver sección 3.2.1).

3.3.3. Arreglo experimental

La descripción del experimento se aprecia en la figura 3.49, donde se emplea un láser de emisión continua a 1550 nm con salida a fibra óptica. El láser está acoplado a un trozo de fibra óptica mediante conectores FC, tanto en la fibra del láser como en la fibra empleada para el sensor. Así como un acoplador FC para realizar el empalme. El otro extremo de la fibra sensora está sujeto con la pinza del atril. A la mitad del trozo de fibra se retira el recubrimiento con la finalidad de dejar expuesto el núcleo de la fibra. Posteriormente, se moldea la fibra en forma de "U" con la ayuda de dos trozos del forro externo de la fibra. El objetivo de los trozos del forro es servir de guía y evitar el maltrato de la fibra óptica.



Figura 3.49: Arreglo experimental del sensor con base en el fenómeno de onda evanescente

Para la elaboración del sensor se utilizó un trozo de fibra óptica multimodo doblada en forma de "U". En un extremo se acopló al láser de emisión continua de 1550 nm mediante un par de conectores FC. El extremo opuesto está acoplado a la esfera integradora utilizando un par de postes en forma de cruz sujetados por una abrazadera angular. En la punta del poste horizontal se colocó una pinza de atril para sujetar la parte sensora en forma de "U". Es necesario recordar que esta parte se introducirá en diversas muestras de glicerina a diferentes concentraciones, tal como se aprecia en la figura 3.50.

3.3.4. Resultados de la elaboración del sensor basado en onda evanescente

Una vez instalado el arreglo experimental se inician las pruebas. El primer paso es controlar el radio de curvatura del sensor y realizar varias fibras ópticas sensoras con diferentes longitudes del área de sensado, partiendo de un centímetro hasta 3 centímetros. El objetivo fue encontrar la relación



Figura 3.50: Arreglo experimental del sensor con diferentes concentraciones de glicerina

diámetro-longitud para obtener la mayor sensibilidad del dispositivo sensor. Una vez que se tiene la primera fibra sensora, ésta es introducida en las diferentes concentraciones de agua potable con glicerina. Los valores de la potencia de salida de la fibra óptica se van anotando para posteriormente graficarlos.

Las gráficas de la figura 3.51 comparan la respuesta de los sensores. El primero corresponde a 1 *cm* de área sensible y un diámetro de curvatura de 2 *cm*, el cual es representado por la línea de color rojo. Por otra parte, la línea de color negro ilustra el dispositivo sensor con 1 *cm* de área sensible y un diámetro de curvatura igual a 3 *cm*. Se debe mencionar que se intentó realizar la prueba con un diámetro menor de curvatura (aproximadamente 1 cm), pero la fibra óptica se rompía, razón por lo cual no se obtuvo alguna gráfica con tal diámetro.

A continuación, la figura 3.52 muestra las respuestas del sensor al aumentar la longitud de sensado en la fibra óptica a 2 *cm*. El sensor con radio de curvatura de 3 *cm* es representado por la línea de color rojo. La línea de color negro es la respuesta del sensor con longitud de sensado de 2 *cm* y diámetro de la curvatura de 3 *cm*. En particular, se utilizaron las mismas muestras de glicerina para realizar las pruebas de los diferentes dispositivos sensores. La figura 3.53 muestra la respuesta del sensor con longitud de sensado de 3 *cm* y diámetro de 2 *cm* y diámetro de la sensor con longitud de sensado de 3 *cm* y diámetro de la curvatura la respuesta del sensor con longitud de sensado de 3 *cm* y diámetro de 2 *cm* y diámetro de 3 *cm* y diámetro de 2 *cm* y diámetro de 3 *cm* y diámetro de 2 *cm* y diámetro de 2 *cm* y diámetro de 3 *cm* y diámetro y diámetro y de 2 *cm* y diámetro y di x *cm* y diámetro y diámetro y diámetro y diámetr



Figura 3.51: Gráficas de la potencia obtenida por el sensor 1:2 y 1:3. Muestra la potencia de salida del sensor vs concentración de glicerina, variando el radio de curvatura del dispositivo de 2 cm (línea roja) y 3 cm (línea negra) con la longitud del área de sensado igual a 1 cm

rojo ilustra la respuesta del sensor con una longitud de sensado de 3 cm y un radio de curvatura de 3 cm.

Finalmente, la gráfica representada en color negro es la que ilustra mejor una pendiente constante, sobre todo si consideramos que el espectro de absorción de la glicerina está ubicado en el rango de los 1550 *nm* y que la onda evanescente está en dependencia del medio circundante en el cual se va a propagar. También se observo que existe un decremento considerable en la potencia de salida.

A través de los experimentos realizados se ha encontrado la combinación exacta de la longitud ideal del área de sensado y el radio de curvatura apropiado para obtener una buena respuesta en la detección de diferentes concentraciones de glicerina.



Figura 3.52: Gráficas de la potencia obtenida por los sensores 2:2 y 2:3. Muestran la potencia vs la concentración, variando el radio de curvatura, la línea de color rojo representa la respuesta del dispositivo de 2 *cm* de curvatura y 2 *cm* de longitud de sensado. Por su parte, la línea de color negro ilustra la respuesta del sensor de 3 *cm* de radio de curvatura y longitud de sensado igual a 2 *cm*

3.4. Experimentación empleando el refractómetro de Abbe

En esta sección se realizan las pruebas para validar el índice de refracción de las diferentes concentraciones de glicerina que se prepararon anteriormente. Para obtener el índice de refracción de las diferentes concentraciones de glicerina se empleó el refractómetro de Abbe.

3.4.1. Resultados del índice de refracción medidas a través del refractómetro de Abbe

Una vez que se realizaron las mediciones de cada una de las diferentes concentraciones de glicerina, se guardaron los datos para



Figura 3.53: Gráficas de la potencia obtenida por los sensores 3:2 y 3:3. Muestran la potencia vs concentración, variando el radio de curvatura de 2 *cm* ilustrando la línea de color negro. La línea de color rojo ilustra la potencia del dispositivo sensor con un radio de curvatura de 3 *cm*, la longitud de sensado igual a 3 *cm* para los dos sensores antes mencionados

posteriormenteaficaron los valores obtenidos, colocando en el eje " Y "los valores del dispositivo refractómetro de Abbe. Por otra parte, en el eje " X "se ubicaron los valores correspondientes a las diferentes concentraciones de glicerina.

La figura 3.54 muestra la gráfica del valor obtenido a través del refractómetro de Abbe de las diversas soluciones con diferente concentración de glicerina. La gráfica de la figura 3.55 es la representación de un ajuste sobre los cuadros de color negro. Los cuadros representan el funcionamiento de la respuesta del sensor implementado con base en el fenómeno de onda evanescente con longitud de sensado de 3 *cm* y 2 *cm* de radio de curvatura. Esta combinación presentó una mayor sensibilidad.

La línea de color rojo corresponde a la representación de la función: $p = \ln(a + bn)$, donde el despeje de la variable *n* genera la siguiente expresión matemática:



Figura 3.54: Gráfica del índice de refracción obtenido con el refractómetro de Abbe vs la concentración de glicerina

 $n = \frac{\exp p - a}{b}$. Cuando se conoce el valor de la potencia, representada por la variable p, se sustituye junto con los valores de las constantes $a = 1,0943x10^6$ y b = -752999,42 y así se obtiene el valor de la variable n, la cual representa el índice de refracción.

3.5. Conclusiones

De acuerdo con la experimentación realizada, la técnica de fotodeposición de nanopartículas de plata en la punta de la fibra óptica resultó ser muy sencilla. Lo anterior comparándola con otras técnicas o procedimientos que usan un reactivo, como la litografía o la deposición química. La facilidad de la fotodeposición radica en la sencillez de la implementación, pues sólo se requirió una alineación correcta del láser con la fibra óptica y la inmersión de la punta en la solución.



Figura 3.55: Gráfica de la curva de ajuste sobre los puntos del índice de refracción medida con el refractométro de Abbe vs la potencia obtenida por el sensor de onda evanescente

El sensor de fibra óptica que emplea el láser pulsado para la fotodeposición con atenuación de 4 dB, obtuvo un desplazamiento máximo del pico de absorción de 42 nm al cambio en el índice de refracción de aire a agua, algo muy similar a lo reportado en trabajos anteriores.

El sensor de fibra óptica que emplea el láser de emisión continua para la fotodeposición con una atenuación de 5 dB obtuvo una mejora en el desplazamiento del pico de absorción de hasta 78 nm al cambio de índice de refracción. En consecuencia, estas características del arreglo fueron utilizadas para fabricar el dispositivo sensor basado en el fenómeno LSPR.

Con respecto al fenómeno LSPR, el portaobjetos resultó ser un buen elemento para usarse como dispositivo sensor, pues presenta un pico de absorción bien definido y un desplazamiento de 49 *nm* al cambio del índice de refracción de aire a agua. Lo anterior motivó a reproducir las gráficas para conocer la fiabilidad de los resultados. Al intentar reproducir los resultados de las gráficas

sobre el mismo sensor, se observó que sólo se podía realizar una sola muestra en agua, pues al retirar el agua también se desprendían nanopartículas. Por lo tanto, se concluyó que el desplazamiento no era repetible con un mismo portaobjetos. Incluso, se realizó el derretimiento de las nanopartículas, pero no se obtuvieron buenos resultados.

Con respecto a las distintas técnicas de adherencia, también se realizaron diferentes configuraciones del dispositivo sensor. Como en la técnica de fotodeposición se realiza en la punta de la fibra óptica, el sensor utilizando el reactivo de Tollens se realizó en una sección transversal de la fibra óptica sin revestimiento ni recubrimiento. Este arreglo no generó el pico de absorción.

Finalmente, en la implementación del sensor basado en el fenómeno de onda evanescente se determinó que para lograr un buen funcionamiento es necesario conocer el espectro de absorción de la sustancia circundante a la fibra óptica. Conociendo la información del espectro se puede implementar fácilmente un sensor eficiente para determinar el índice de refracción con sólo conocer la potencia de salida.

Capítulo 4

Conclusiones generales

En este trabajo de tesis se ha realizado el desarrollo y la implementación de dos sensores de fibra óptica para medir índices de refracción en soluciones acuosas. Ambos sensores se realizaron con el mismo tipo de fibra óptica para garantizar la equidad de las características de la fibra; sin embargo el fenómeno que distingue a cada sensor es diferente. Por un lado se construyó un sensor basado en el fenómeno de onda evanescente. Por el otro lado, el segundo sensor se basa en el fenómeno de LSPR. Los resultados indican que apesar de que ambos sensores usan la misma fibra óptica, los fenómenos que los caracteriza a cada uno de ellos produce diferente sensibilidad.

El sensor implementado con base en el funcionamiento del fenómeno LSPR presentó un buen comportamiento. Específicamente, se realizaron experimentos con dos diferentes tipos de láser: un láser pulsado que emite en 532 nm y un láser de emisión continua que emite en 445 nm. El primero obtuvo resultados satisfactorios, con sensibilidad de 40 nm/RIU. Por su parte, el segundo sensor mostró una sensibilidad de 78 nm/RIU.

También se realizaron experimentos de deposición por goteo y deposición por el reactivo de Tollens. Los resultados no fueron favorables porque en la deposición por goteo las gráficas no eran reproducibles. Cuando la parte sensora interactuaba con agua las nanopartículas flotaban cambiando los resultados. Incluso, al intentar fijarlas empleando su punto de fusión, se deformaba el portaobjetos.

El sensor con base en el fenómeno de onda evanescente, realmente fue muy sencillo de implementar. Sin embargo, tiene algunas limitaciones, pues depende del rango de frecuencias en la que el material a detectar absorbe la radiación para lograr una mejor sensibilidad.

En las pruebas realizadas se aprecia que existe una pendiente que aumenta de acuerdo con la concentración de glicerina, lo cual provoca que la potencia se reduzca drásticamente en la salida de la fibra, principalmente por dos razones: i) de acuerdo con el capítulo dos, el haz de luz pasa del núcleo de la fibra a la siguiente interfaz generando una pérdida que aumenta al doblar la fibra en forma de "U"; ii) la longitud de onda que viaja en la fibra es absorbida por la glicerina, razón por la cual cuando se aumenta la concentración se genera una mayor pérdida de luz al final de la fibra óptica.

Finalmente, la conclusión principal indica que cada sensor tiene un buen desempeño cuando se utiliza adecuadamente, es decir, en las condiciones correctas. Es importante remarcar que los sensores construidos en este trabajo de tesis tienen un proceso de implementación sencillo en comparación con otras técnicas y equipos, además, no se requieren equipos costosos para su elaboración.

Apéndices

Trabajos derivados de esta tesis

- Participación en 9° Congreso Internacional de Investigación Universidad Politécnica de Tulancingo 2016 con la memoria " Revisión del funcionamiento y clasificación de biosensores ".
- Artículo en Revista de Ingeniería Eléctrica, Septiembre 2017 Vol.1 No.2, 47-51. "Sensor de fibra óptica para medir índices de refracción en medios acuosos".

Bibliografía

- Abel, A. P., Weller, M. G., Duveneck, G. L., Ehrat, M. y Widmer, H. M. (1996).Fiber-Optic Evanescent Wave Biosensor for the Detection ofOligonucleotides. *Analytical Chemistry*.
- ADAM (2017). URL: http://www.ictsl.net/productos/aparatos/ balanzaanalitica25000001gpw254adam.html.
- Aiestarán, P. y Alberro, M. (1970).

Realización de una aplicación de electrónica analógico-digital para la enseñanza de las nuevas tecnologías basadas en fibra óptica de plástico.

- Alexander, M. S. (2007). Plasmonics: fundamentals and applications. Springer Science & Business Media.
- Anderson, G. P. y Taitt, C. (2008). Evanescent wave fiber optic biosensors. *Optical Biosensors: Today and Tomorrow*.
- Aragay, G., Pons, J. y Merkoçi, A. (2011). Recent trends in macro-, micro-, and nanomaterial-based tools and strategies for heavy-metal detection. *Chemical reviews*, 111(5), págs. 3433-3458.
- Bautista, M. (2017). Diseño y construcción de un refractómetro de fibra óptica con alta repetibilidad para control de calidad de líquidos.
 Tesis de mtría. Centro de Investigaciones en Óptica, A.C.
- Bhatia, V. y Vengsarkar, A. M. (1996). Optical fiber long-period grating sensors. *Optics letters*, 21(9), págs. 692-694.
- Binh, L. N. (2015). Advanced digital optical communications. Taylor y Francis.
- Biocotek (2017). URL: http://www.biocotek.com/html%5C_products/TGL%5C-

16(B%5C-CG)%5C-High%5C-Speed%5C-Centrifuge%5C-232.html.

- BW (2017). URL: https://www.gophotonics.com/products/lasers/b-w-tekinc-/29-177-bwf1.
- CACIEDO, L., Moreno, L., Cediel, G. y Gordillo, G. (2002).
 Estúdio propiedades ópticas y cristalográficas de películas delgadas de CdS depositadas sobre substratos de SnO2 y vidrio.
 Revista Colombiana de Fisica, 34(1), págs. 100-105.
- Cennamo, N., D'Agostino, G., Donà, A., Dacarro, G., Pallavicini, P., Pesavento, M. y Zeni, L. (2013).
 - Localized surface plasmon resonance with five-branched gold nanostars in a plastic optical fiber for bio-chemical sensor implementation. *Sensors*, 13(11), págs. 14676-14686.
- Crisp, J. (2001). Introduction to fiber optics. 2nd Edition. Newnes, Elsevier.
- Crosby, J. S., Lucas, D. y Koshland, C. P. (2013).

Fiber optic based evanescent wave sensor for the detection of elemental mercury utilizing gold nanorods.

Sensors and Actuators B: Chemical, 181, págs. 938-942.

Cruz, D. A., Rodriguez, M. C., López, J. M., Herrera, V. M., Orive, A. G.
 y Creus, A. H. (2012). Nanoparticulas metálicas y plasmones de superficie: una relación profunda. *Avances en Ciencias e Ingenieria*, 3(2).

DeCusatis, C. (2008). Handbook of Fiber Öptic Data Communication. Ed. por C. DeCusatis. Academic Press.

DTN (2017). URL: http://mymall.netbuilder.com.my/pic/techlab/item/ Dtn%5C_Ultrasonic%5C_CLeaning%5C_Machine%5C_Series.pdf.

Edmund (2017).

- URL: https://www.edmundoptics.com/optomechanics/optical-
- mounts/optical-lens-mounts/60mm-sq-rectangular-bar-clamp/.
- Elliott, B. y Gilmore, M. (2002). Fiber Optic Cabling.
 - Ed. por B. Elliott y M. Gilmore. Newnes.

F., D. G. (2004).

Sistemas de Comunicación por Fibra Optica de alta capacidad. *Departamento de Fisica y Matemática*.

Falate, R., Frazão, O., Rego, G., Fabris, J. L. y Santos, J. L. (2006).
Refractometric sensor based on a phase-shifted long-period fiber grating. *Applied optics*, 45(21), págs. 5066-5072.

García, S. P. (2015). NUEVOS SENSORES DE FIBRA ÓPTICA CON BASE EN MATERIALES PLÁSTICOS.

Tesis doct. UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.

Gómez, D. R. (2012). Biosensores ópticos de alta sensibilidad basados en técnicas de modulación plasmónica.

Tesis doct. Universidade de Santiago de Compostela.

Gouveia, C., Jorge, P., Baptista, J. y Frazão, O. (2012).
 Fabry–Pérot cavity based on a high-birefringent fiber Bragg grating for refractive index and temperature measurement.
 IEEE Sensors Journal, 12(1), págs. 17-21.

Gupta, B. D., Srivastava, S. K. y Verma, R. (2015).Fiber Optic Sensor Based on Plasmonics.Ed. por B. D. Gupta, S. K. Srivastava y R. Verma.World Scientific Publishing.

- Haes, A. J. y Van Duyne, R. P. (2002). A nanoscale optical biosensor: sensitivity and selectivity of an approach based on the localized surface plasmon resonance spectroscopy of triangular silver nanoparticles. *Journal of the American Chemical Society*, 124(35), págs. 10596-10604.
- Haes, A. J. y Van Duyne, R. P. (2004). A unified view of propagating and localized surface plasmon resonance biosensors.

Analytical and bioanalytical chemistry, 379(7-8), págs. 920-930.

Hayes, J. (2000). FIBER OPTICS Technicians Manual. Ed. por J. Hayes. Electronics Technicians Assosation.

Hecht, E. y Zajac, A. (2000). Optica. Editorial Pearson.

Homola, J. (2003).

Present and future of surface plasmon resonance biosensors.

Analytical and bioanalytical chemistry, 377(3), págs. 528-539.

Iwanaga, M. (2016).

Plasmonic Resonators, Fundamentals, Advances, and Applications. Ed. por M. Iwanaga. Pan Stanford Publishing Pte. Ltd.

Jesus, C., Caldas, P., Frazão, O., Santos, J., Jorge, P. y Baptista, J. (2009). Simultaneous measurement of refractive index and temperature using a hybrid fiber Bragg grating/long-period fiber grating configuration. *Fiber and Integrated Optics*, 28(6), págs. 440-449.

Jiao, L., Dong, D., Zheng, W., Wu, W., Shen, C. y Yan, H. (2013). Research on fiber-optic etching method for evanescent wave sensors. <i>Optik-International Journal for Light and Electron Optics</i> , 124(8), págs. 740-743.
Kao, K. y Hockham, G. A. (1966).
Dielectric-fibre surface waveguides for optical frequencies.
Proceedings of the Institution of Electrical Engineers. Vol. 113. 7. IET, págs. 1151-1158.
Kittel, C., McEuen, P. y McEuen, P. (1996). Introduction to solid state physics.
Vol. 8. Wiley New York.
Lechuga, L., Calle, A. y Prieto, F. (2000). Optical sensors based on evanescent
field sensing-Part I. Surface plasmon resonance sensors.
<i>Quimica Analitica</i> , 19, págs. 54-60.
Leung, A., Shankar, P. M. y Mutharasan, R. (2007).
A review of fiber-optic biosensors.
Sensors and Actuators B: Chemical, 125(2), págs. 688-703.
Liang, W., Huang, Y., Xu, Y., Lee, R. K. y Yariv, A. (2005).
Highly sensitive fiber Bragg grating refractive index sensors.
Applied physics letters, 86(15), pág. 151122.
López-Higuera, J. M. (2002). Handbook of optical fibre sensing technology. Wiley.
Mason, A. (2015). Sensing Technology: Current Status and Future Trends III.
Ed. por A. M. ·. S. C. Mukhopadhyay y K. P. Jayasundera.
Springer International Publishing Switzerland.
Mitschke, F. (2010). Fiber Optics Physics and Technology. Ed. por F. Mitschke.
Springer.
Morán, P. Z. y Mendoza, J. G. O. (2014).
FIBRAS ÓPTICAS PARA LA MANIPULACIÓN Y SELECCIÓN MASIVA
DE MATERIALES NANOESTRUCTURADOS. Materiales Avanzados.
Mrclab (s.f.).
URL:https://www.mrclab.com/data/products/K%207135_OPR.pdf.
Muñoz-Pérez, J. E. (2016). Sensor de fibra óptica para medir el índice de

refracción, mediante el fenómeno de Ispr.

Tesis de mtría. Universidad Politécnica de Tulancingo.

Newport (2017a). URL: https://www.newport.com/p/F-MA-FC-FC.

Newport (2017b). URL: https://www.newport.com/p/F-AM-FC.

Newport (2017c). URL: https://www.newport.com/n/newport-power-meterand-detector-legacy-and-compatibility.

Newport (2017d).

URL: https://www.newport.com/f/integrating-sphere-sensors. Newport (2017e). URL: https://www.newport.com/p/918D-SL-OD2R.

Newport (2017f).

URL: ftp://download.newport.com/Photonics/Others/OSM/OSM400%5C-Manual/Manual%5C_OSM400%5C_e.pdf.

Newport (2017g). URL: https://www.newport.com/p/918D-IG-OD1RR.

Ohk, S.-H. y Bhunia, A. K. (2013). Multiplex fiber optic biosensor for detection of Listeria monocytogenes, Escherichia coli O157:H7 and Salmonella enterica from ready-to-eat meat samples. *Food Microbiology*.

Ortega-Mendoza, J. G., Padilla-Vivanco, A., Toxqui-Quitl, C., Zaca-Morán, P., Villegas-Hernández, D. y Chávez, F. (2014).

Optical fiber sensor based on localized surface plasmon resonance using silver nanoparticles photodeposited on the optical fiber end. *Sensors*, 14(10), págs. 18701-18710.

Ortega-Mendoza, J., Chávez, F., Zaca-Morán, P., Felipe, C.,
Pérez-Sánchez, G., Beltran-Pérez, G., Goiz, O. y Ramos-Garcia, R.
(2013). Selective photodeposition of zinc nanoparticles on the core of a single-mode optical fiber. *Optics express*, 21(5), págs. 6509-6518.

Patrick, H. J., Kersey, A. D. y Bucholtz, F. (1998). Analysis of the response of long period fiber gratings to external index of refraction. *Journal of lightwave technology*, 16(9), pág. 1606.

Pilevar, S., Davis, C. C. y Portugal, F. (1998). Tapered Optical Fiber Sensor Using Near-Infrared Fluorophores To Assay Hybridization. *Analytical Chemistry*.

Pollock, C. R. (1995). Fundamentals of optoelectronics.

Polynkin, P., Polynkin, A., Peyghambarian, N. y Mansuripur, M. (2005). Evanescent field-based optical fiber sensing device for measuring the refractive index of liquids in microfluidic channels. *Optics letters*, 30(11), págs. 1273-1275. Ran, Z. L., Rao, Y. J., Liu, W. J., Liao, X. y Chiang, K. S. (2008).
 Laser-micromachined Fabry-Perot optical fiber tip sensor for high-resolution temperature-independent measurement of refractive index. *Optics express*, 16(3), págs. 2252-2263.

Rego, G. M., Santos, J. L. y Salgado, H. M. (2006).
 Refractive index measurement with long-period gratings arc-induced in pure-silica-core fibres. *Optics Communications*, 259(2), págs. 598-602.

Sánchez, M. M., Hernández, J. M. H. y Sánchez, M. T. M. (2015).
El reactivo de Tollens: de la identificación de aldehidos a su uso en nanotecnologia. Aspectos históricos y aplicaciones didácticas.
Anales de Quimica. Vol. 111. 3.

Sherry, L. J., Jin, R., Mirkin, C. A., Schatz, G. C. y Van Duyne, R. P. (2006). Localized surface plasmon resonance spectroscopy of single silver triangular nanoprisms. *Nano letters*, 6(9), págs. 2060-2065.

 Shu, X., Gwandu, B. A., Liu, Y., Zhang, L. y Bennion, I. (2001).
 Sampled fiber Bragg grating for simultaneous refractive-index and temperature measurement. *Optics Letters*, 26(11), págs. 774-776.

Sigmaaldrich (2017). URL: https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/ aldrich/576832?lang=es%5C®ion=MX.

Silva, S. F., Frazão, O., Caldas, P., Santos, J. L., Araújo, F. y Ferreira, L. A.
(2008). Optical fiber refractometer based on a Fabry-Pérot interferometer. *Optical Engineering*, 47(5), págs. 054403-054403.

Sotelo, H. A. (2010).

SENSORES BASADOS EN LÁSERES DE FIBRA ÓPTICA.

Tesis doct. Centro de Investigaciones en Óptica, A.C.

SpectraExplorer (2017).

URL: http://www.spectra-physics.com/assets/client%5C_files/ files/documents/service/user%5C-manuals/Explorer%5C-532%5C-355-20User%5C-27s%5C-20Manual%5C-20RevB.pdf.

Stefani, F. D. (2001).

Técnicas basadas en la resonancia de plasmones superficiales.

Detección y estudio de reacciones de hibridización de ADN en superficies. *Trabajo de seminario. Universidad Nacional de General San Martın.* Comisión Nacional De Energıa Atómica. Instituto De Tecnologıa. Ingenierıa en Materiales. Argentina.

Tang, L., Ren, Y., Hong, B. y Kang, K. A. (2006).

Fluorophore-mediated, fiber-optic, multi-analyte, immunosensing system for rapid diagnosis and prognosis of cardiovascular diseases. *Journal of Biomedical Optics*.

Thorlabs (2017a). URL: https://

//www.thorlabs.com/search/thorsearch.cfm?search=%5C%20FG105LVA. Thorlabs (2017b).

URL: https://www.thorlabs.com/drawings/eceac0d4455a2fb6-

0764CACC-B1B5-83AB-E26A9F69B44310C9/PAF-X-2-A-Manual.pdf. Thorlabs (2017c). URL: https:

//www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=PT3-ad-image-0. Thorlabs (2017d).

URL: https://www.thorlabs.com/drawings/34bc110f228d3311-285B39B1-9EC7-7FC7-922161BE77B3CDDD/CLD1015-Manual.pdf.

- Toledo, M. (2017). METTLER TOLEDO. Todos derechos reservados. URL: https://www.mt.com/mx/es/home/library/know-how/lab-analyticalinstruments/comparision-measuring-methods-dere.html%5C#top.
- Tschmelak, J., Proll, G. y Gauglitz, G. (2004). Sub-nanogram per litre detection of the emerging contaminant progesterone with a fully automated immunosensor based on evanescent field techniques.

Analytica Chimica Acta Elsevier.

Valle Hernández, J. del (2006).

SENSORES BASADOS EN LÁSERES DE FIBRA ÓPTICA CON LA CAVIDAD LÁSER COMO ELEMENTO SENSIBLE.

Tesis de mtría. Centro de Investigaciones en Óptica, A.C.

Vengsarkar, A. M., Lemaire, P. J., Judkins, J. B., Bhatia, V., Erdogan, T. y Sipe, J. E. (1996). Long-period fiber gratings as band-rejection filters. *Journal of lightwave technology*, 14(1), págs. 58-65.

Vershinin, N., Straumal, B., Giménez, C. F., Bolinches, A. S. y Cantarero, A. (2000). Limpieza del vidrio por erosión iónica, previa a la deposición del recubrimiento decorativo.

Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio, 39, págs. 625-628.

- Vidal, F. J. G. y Moreno, L. M. (2008). Plasmones superficiales. *Investigación y ciencia*, pág. 67.
- Willets, K. A. y Van Duyne, R. P. (2007).Localized surface plasmon resonance spectroscopy and sensing.Annu. Rev. Phys. Chem. 58, págs. 267-297.
- Xin, X., Zhong, N., Liao, Q., Cen, Y., Wu, R. y Wang, Z. (2017).
 High-sensitivity four-layer polymer fiber-optic evanescent wave sensor.
 Biosensors and Bioelectronics, 91, págs. 623-628.
- Xu, Y., Cottenden, A. y Jones, N. B. (2006). A theoretical evaluation of fibre-optic evanescent wave absorption in spectroscopy and sensors.
 Optics and lasers in engineering, 44(2), págs. 93-101.
- Yin, S., Ruffin, P. B. y Yu, F. T. S. (2008). Fiber Optic Sensors.Ed. por S. Yin, P. B. Ruffin y F. T. S. Yu. Second Edition. 6000 BrokenSound Parkway NW, Suite 300 Boca Raton, FL 33487-2742: CRC Press.