

Variación del espectro de transmitancia de una fibra óptica con recubrimiento de polímero por influencia de hidrocarburos y cambios de temperatura

A. Treviño Santoyo^a, M.G. Shlyagin^b, F.J. Mendieta J.^b, V.V. Spirin^b y L. Niño de Rivera^c

^a*Instituto Mexicano del Petróleo*

^b*Estancia Temporal en:*

e-mail: atrevino@cicese.mx

^b*CICESE, División de Física Aplicada,*

Apartado Postal 2732, Ensenada, B.C. 22880, México,

e-mail: mish@cicese.mx, mendieta@cicese.mx, vaspir@cicese.mx

^c*Coordinación SEPI-ESIME-CULHUACÁN-IPN,*

Edificio 2, 3er. Piso, Av. Santa Ana 1000,

Col. San Francisco Culhuacán, 04430, México, D.F.

e-mail: linder@prodigy.net.mx

Recibido el 21 de febrero de 2005; aceptado el 31 de octubre de 2005

Se analiza el comportamiento de un sensor de fibra óptica de campo evanescente bajo diferentes condiciones para su optimización. Este artículo presenta los resultados de un estudio experimental de las características espectrales de una fibra óptica con recubrimiento de polímero expuesta a diferentes analitos. Las mediciones fueron desarrolladas en un intervalo espectral de 1100 a 1800 nanómetros y en un intervalo de temperatura de 5 a 50°C. Se encontró que la influencia de la temperatura ambiental sobre la transmitancia de la fibra óptica es fuertemente dependiente de la longitud de onda.

Descriptores: Fibra óptica; polímero.

We develop an analysis of the behavior of an evanescent field fiber optic sensor under different conditions for its optimization. This paper presents results of an experimental study of the spectral characteristics of a polymer cladding optical fiber exposed to different analytes. The measurements were performed in the spectral interval from 1100 to 1800 nanometers in a temperature range from 5 to 50°C. Influence of ambient temperature on the optical fiber transmittance was found to be strongly dependent on wavelength.

Keywords: Fiber optic; polymer.

PACS: 42.81.-i; 42.70.jk

1. Introducción

En años recientes ha crecido el interés en la investigación y desarrollo de sensores químicos basados en fibras ópticas, debido a sus ventajas de inmunidad a la interferencia electromagnética y capacidad de medición remota [1]. Los principales factores que han motivado la generación de estos sensores son el incremento de los sistemas de monitoreo del medio ambiente, para la detección de derrames de compuestos contaminantes en áreas de alto riesgo, y las demandas de seguridad en la supervisión de los procesos industriales.

Se han propuesto diferentes metodologías para detectar fugas de hidrocarburos ligeros, apoyadas en el uso de fibras ópticas para telecomunicaciones acopladas a un polímero, entre ellas tenemos la rejilla de Bragg, la cual es capaz de realizar una detección cuasi distribuida en algunos minutos [2]; otro tipo es el que emplea microcurvaturas, este método puede resolver en forma distribuida, con una resolución de 2 m en un intervalo de 2 km, en un lapso inferior a 30 segundos [3]. Con el desarrollo de polímeros ópticos es posible emplear fibras especiales con núcleo de vidrio de sílice y recubrimiento polimérico, con las cuales se puede obtener una cobertura distribuida, por medio de un reflectómetro óptico en el dominio del tiempo [4]. La metodología de la espectroscopía de la absorción del campo evanescente por fibras ópticas, se

ha desarrollado con fibras tipo D, fibras con el recubrimiento pulido y, finalmente, mediante fibras con recubrimiento de sol-gel o polímero [5]. Las investigaciones realizadas con fibras con recubrimiento de polímero, en el intervalo espectral de la luz de 1650 a 1800 nm, han demostrado que es posible detectar bajas concentraciones de hidrocarburos ligeros en agua, así como hidrocarburos volátiles [6,7].

El principio de operación de los sensores de fibra óptica de onda evanescente está basado en los rayos que viajan en el núcleo de la fibra por reflexión interna total, ya que éstos producen un campo evanescente en el recubrimiento del núcleo. La amplitud de este campo decae exponencialmente con la distancia de penetración en el recubrimiento [8,9]. La cantidad de absorción de la luz depende de las propiedades del material del recubrimiento y del volumen de interacción de la luz con el analito. Este volumen está directamente relacionado con el segmento de fibra óptica expuesto al analito y con la profundidad de penetración del campo evanescente, la cual, es afectada por el índice de refracción del recubrimiento. Por lo tanto los sensores de fibra óptica con recubrimiento de polímero son sensibles a los efectos que pueden cambiar el índice de refracción del recubrimiento, tales como hinchamiento del polímero, enriquecimiento por difusión de moléculas del analito y variaciones de temperatura.

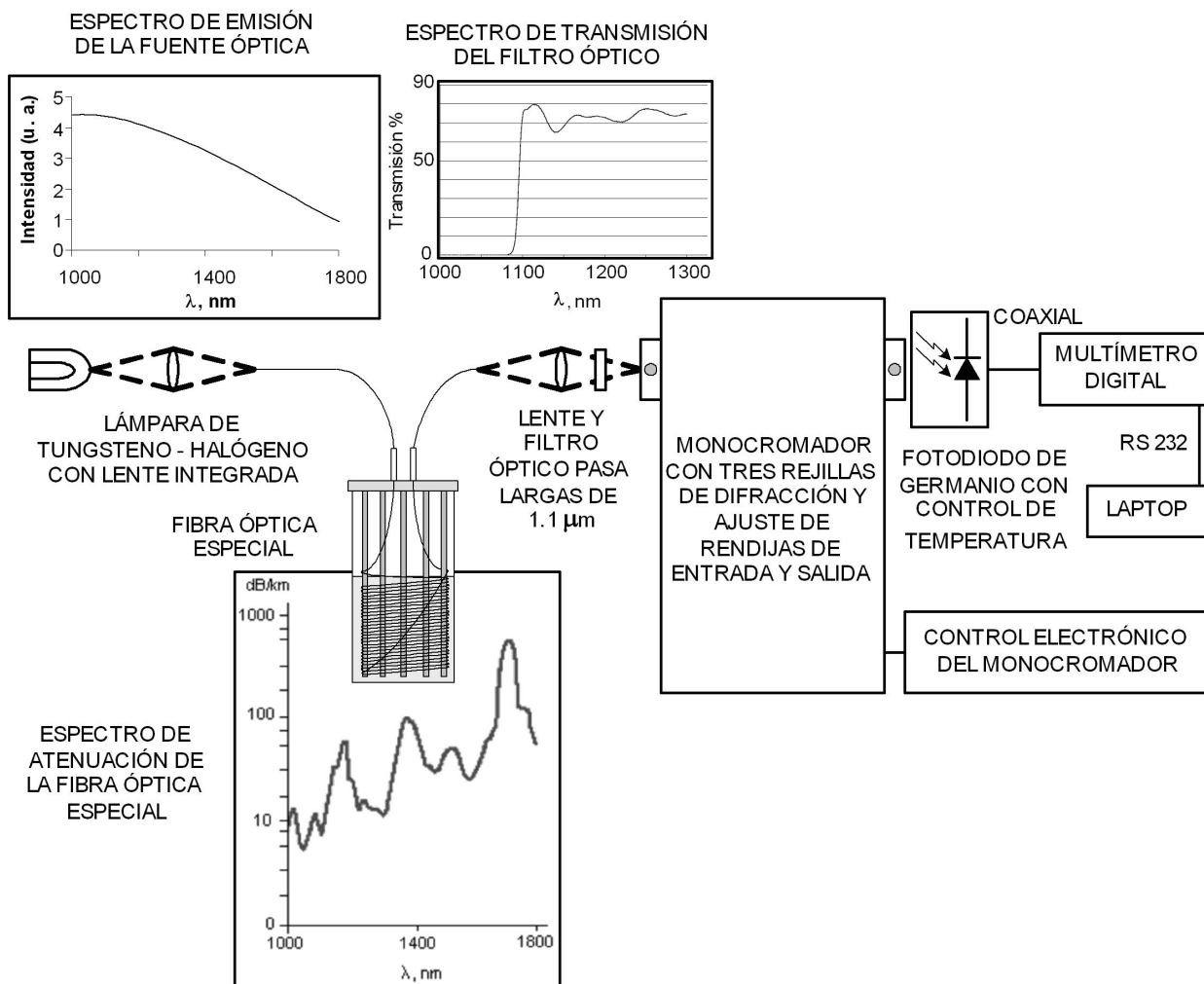


FIGURA 1. Esquema del arreglo experimental.

Los trabajos anteriores, que se basan en la metodología de la espectroscopía de la absorción del campo evanescente, emplean longitudes de onda mayores a 1650 nm y no reportan la influencia por cambios en la temperatura.

En este trabajo presentamos los resultados de la investigación de la respuesta espectral de una fibra óptica con recubrimiento de polímero, de 1100 a 1800 nm, cuando la fibra óptica es expuesta a diferentes analitos. Además, reportamos los efectos provocados por la variación de la temperatura del medio en el cual se encuentra la fibra.

2. Configuración experimental

La Fig. 1 muestra un esquema de los principales componentes del arreglo experimental, para la detección de hidrocarburos.

La fibra óptica empleada tiene un núcleo de sílice de 210 μm de diámetro, un recubrimiento de polímero (polidimetilsiloxano PDMS) con un diámetro exterior de 230 μm y una cubierta de nylon de 270 μm de diámetro externo. Esta fibra de 10 m, fue enrollada en espiral y soportada en una estructura metálica en forma circular con un diámetro externo de 6.5 cm, donde fue removida su cubierta al sumergirla en propilén glicol 1,2 propanediol a 180°C por 3 minutos;

después, fue colocada en un recipiente de vidrio, donde fue expuesta al analito.

Una lámpara de tungsteno – halógeno fue utilizada como fuente de luz de amplio espectro y configuramos el monocromador por medio de un sistema de control automático de posicionamiento de sus tres rejillas de difracción, para realizar barridos espectrales a una velocidad de $1 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$, en el intervalo de 1000 a 1800 nm. Por lo que el filtro óptico, colocado en la entrada del monocromador, fue usado para eliminar el segundo orden de difracción correspondiente a las longitudes de onda que están fuera del intervalo de medición.

Un fotodiodo PIN de germanio fue empleado como fotodetector. Para eliminar las variaciones de corriente de oscuridad causadas por los cambios de temperatura, fue adaptado un sistema de control automático de temperatura al cuerpo del fotodetector. El fotodetector fue conectado a un multímetro digital y éste fue enlazado, por medio del puerto serie, a una computadora, en la cual fueron almacenados los datos de las mediciones.

Unas pruebas fueron realizadas para determinar la repetibilidad y la estabilidad del arreglo experimental, antes de exponer la fibra a los diferentes analitos. Encontramos que la repetibilidad para el barrido espectral fue mejor a 0.2 nm y la estabilidad de la intensidad de la luz medida fue mejor al 1 %

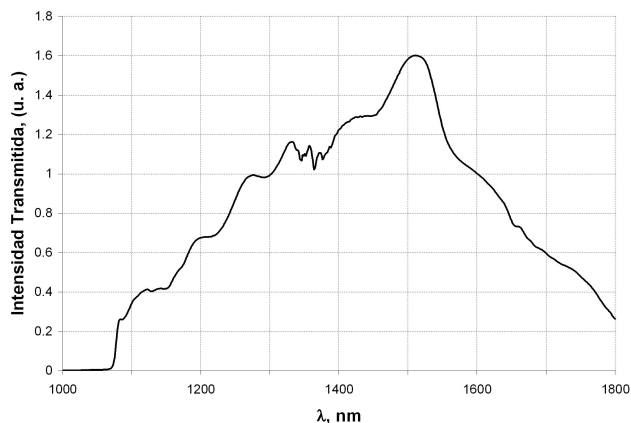


FIGURA 2. Espectro de transmisión de la configuración experimental integrada por la fuente de luz, filtro óptico, monocromador y fotodetector.

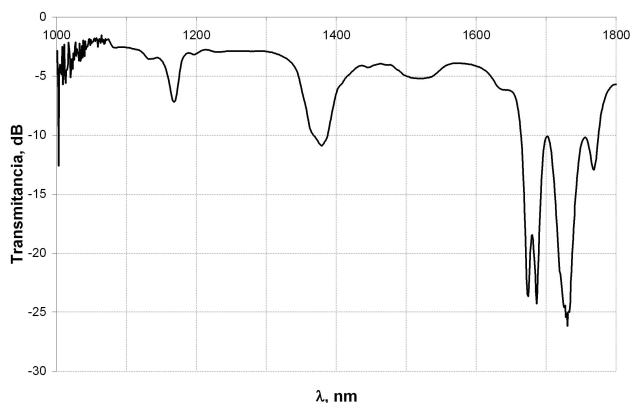


FIGURA 3. Espectro de transmitancia de la fibra óptica con recubrimiento de polímero.

para un lapso de una hora, lo cual es suficiente para conducir a mediciones finas.

3. Desarrollo de pruebas

Un patrón de referencia fue seleccionado a partir de una medición de la respuesta espectral del arreglo experimental, con la fibra óptica expuesta al aire a temperatura ambiente.

Durante el proceso de pruebas, la fibra óptica fue expuesta a diferentes analitos (agua de mar, gasolinas con número de octano 87 y 92 y petróleo). Además, para conocer el comportamiento de la fibra óptica bajo condiciones extremas de operación en aire y agua de mar, se midieron los espectros de la luz transmitida para diferentes temperaturas en la fibra, dentro del intervalo de 5 a 50°C.

4. Resultados obtenidos

En este trabajo presentamos transmitancia de la fibra óptica utilizada y la respuesta espectral de la configuración experimental, cuando la fibra óptica es expuesta al aire a diferentes valores de temperatura, así como para el caso cuando la fibra es sumergida en los analitos antes mencionados en el intervalo espectral de 1100 a 1800 nm a temperatura ambiente.

Los espectros grabados en la computadora son un producto del espectro de emisión de la fuente de luz, el espectro de transmitancia de la fibra, multiplicado por los espectros de respuesta de los otros componentes opto electrónicos.

Si conocemos la respuesta espectral de la configuración experimental mostrada en la Fig. 1 y si removemos la fibra óptica del esquema mencionado, obtenemos la respuesta espectral de la fuente de luz, filtro óptico, monocromador y del fotodetector, la cual se muestra en la Fig. 2; por lo que ahora, al comparar las dos respuestas espectrales, podemos conocer la transmitancia de la fibra óptica utilizada, la cual se muestra en la Fig. 3.

Los cambios en los espectros de transmitancia de la fibra, inducidos por la variación de la temperatura, son semejantes cuando la fibra óptica se encuentra en aire o sumergida en agua de mar. La Fig. 4 muestra las respuestas de la fibra en aire, en el intervalo espectral de 1100 a 1800 nm, para tres valores de temperatura seleccionados. La atenuación de la intensidad en las fronteras del intervalo espectral analizado es causada por el filtro óptico y el detector de germanio, donde la disminución de intensidad entre los 1000 y 1085 nm se debe al efecto del filtro óptico. Se aprecia una caída rápida de intensidad para longitudes de onda mayores a 1500 nm, la cual es debida a la respuesta espectral del fotodetector y por atenuación de la fibra óptica. Los picos de atenuación en 1170, 1380 y 1703 nm son ocasionados por las propiedades ópticas del polímero de la fibra y coinciden con los picos de absorción de los hidrocarburos [10]. Los datos mostrados en la Fig. 5 indican que ciertas regiones espectrales presentan una mayor dependencia a los cambios de temperatura que otras. Dicha figura presenta, en valores escalados a 1, las variaciones de intensidad transmitida por la fibra óptica debidas a cambios de temperatura, para dos longitudes de onda seleccionadas de 1200 y 1703 nanómetros. Como podemos ver, las variaciones por cambios de temperatura en el intervalo de +5 a +50°C son muy distintas, aproximadamente, de 5 y 45 %, para 1200 y 1703 nm, respectivamente.

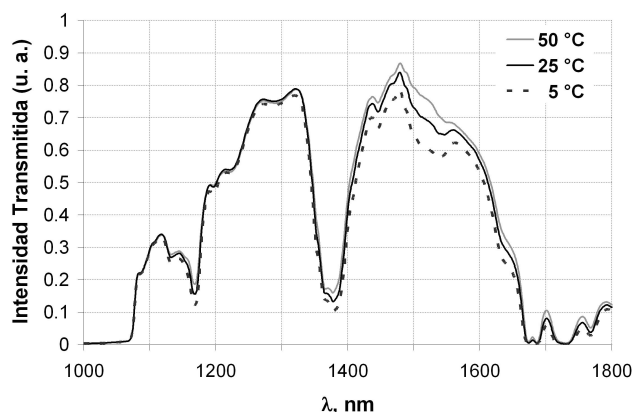


FIGURA 4. Respuesta espectral a los cambios de temperatura con la fibra óptica en aire, en un intervalo de 1100 a 1800 nm.

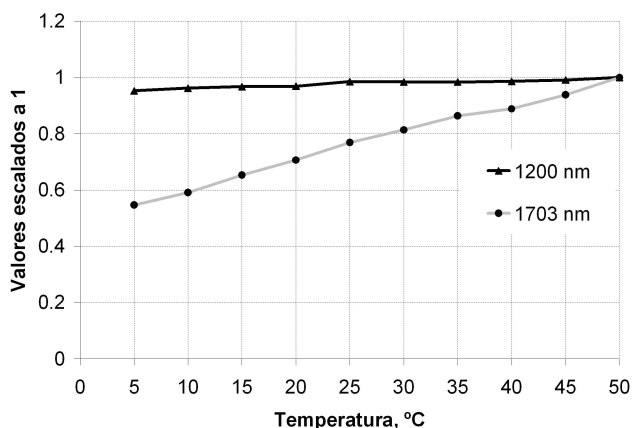


FIGURA 5. Valores escalados de la intensidad transmitida por la fibra óptica contra temperatura en 1200 y 1703 nm.

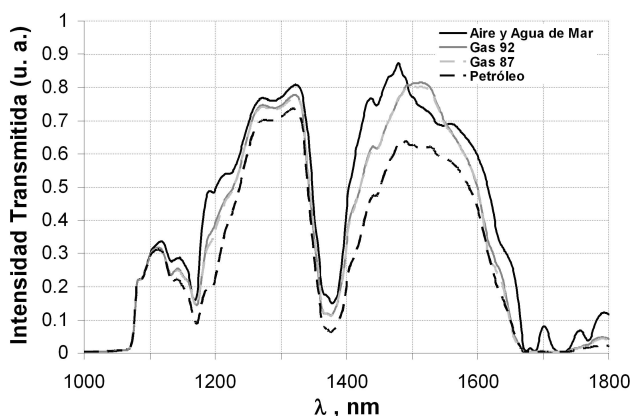


FIGURA 6. Respuestas espectrales con la fibra óptica expuesta a diferentes analitos.

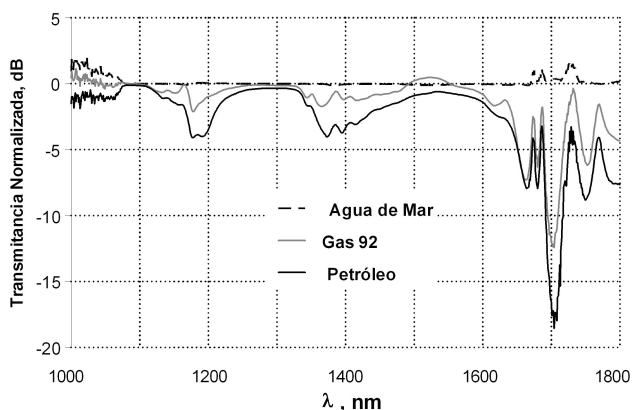


FIGURA 7. Variación de la transmitancia de la fibra por presencia de diferentes hidrocarburos.

La Fig. 6, muestra las intensidades transmitidas por la fibra óptica, cuando la fibra es expuesta a los diferentes analitos. Observamos cambios en la intensidad transmitida en todo el intervalo espectral, con algunos efectos distintivos en líneas espectrales particulares.

Se observa un decremento muy fuerte en la luz transmitida entre los 1680 a 1760 nm, para el caso en que la fibra

óptica se expuso a las gasolinas y el petróleo, con una atenuación máxima en 1703 nm. Esta disminución de intensidad es provocada por la absorción de la luz, como resultado de su interacción con las moléculas del hidrocarburo, ya que el pico fundamental de absorción de los hidrocarburos se encuentra entre los 3360 a 3520 nm con un pico máximo en 3426 nm y un segundo armónico entre los 1680 y 1760 nm [11].

Por otro lado, se aprecia una mayor transmisión de luz de 1490 a 1550 nm, causada por la influencia de las gasolinas. Suponemos que por el hinchamiento del polímero disminuye el índice de refracción del recubrimiento. En este intervalo espectral no hay líneas de absorción de hidrocarburos y es el cambio de índice de refracción el que puede jugar un papel muy importante en la variación de la transmitancia de la fibra. Por este efecto se incrementa la abertura numérica de la fibra, por lo que las condiciones de guiado de los modos de orden mayor son afectadas y, por lo tanto, existe la variación de la intensidad transmitida en la fibra óptica [12]. Por otro lado, no observamos un incremento en la transmitancia, para este mismo intervalo espectral, cuando la fibra es expuesta al petróleo. El índice de refracción de la gasolina de 92 octanos es, aproximadamente, de 1.424 y el del petróleo es de 1.437, ambos medidos en la línea espectral del sodio (589.4 nm).

Los espectros medidos indican que los cambios en la transmitancia de la fibra son inducidos por diferentes mecanismos, entre los cuales podemos mencionar la absorción de las ondas evanescentes por moléculas de hidrocarburo y el cambio de índice de refracción del polímero por enriquecimiento y por hinchamiento.

Para presentar en una manera más clara los cambios espectrales inducidos por la influencia de los hidrocarburos, en la Fig. 7 mostramos los espectros normalizados. Donde indicamos que habrá una menor transmitancia de la fibra cuando ésta es expuesta a un hidrocarburo con mayor índice de refracción.

Si tomamos como referencia la intensidad transmitida por la fibra óptica cuando está en aire y si las intensidades para cada analito son sustituidas en la Ec. (1), encontraremos la transmitancia normalizada de la luz transmitida por la fibra óptica, T , cuando la fibra está inmersa en cada analito:

$$T = 10 \log \frac{I_{ANALITO}}{I_{Aire}}, \quad (1)$$

donde $I_{ANALITO}$ y I_{Aire} son las intensidades transmitidas por la fibra, cuando se encuentra sumergida en el hidrocarburo o agua de mar y cuando está en aire, respectivamente.

Se seleccionó la longitud de onda de 1510 nm y se expuso la fibra óptica a la gasolina, para verificar el aumento de la intensidad transmitida en el intervalo de 1490 y 1550 nm. La Fig. 8, muestra la dinámica de la respuesta, para dicha longitud de onda, cuando la fibra es sumergida en gasolina con número de octano 92. Se observa un incremento muy rápido en la intensidad de la luz transmitida por la fibra y después ésta disminuye hasta llegar a un nivel estable.

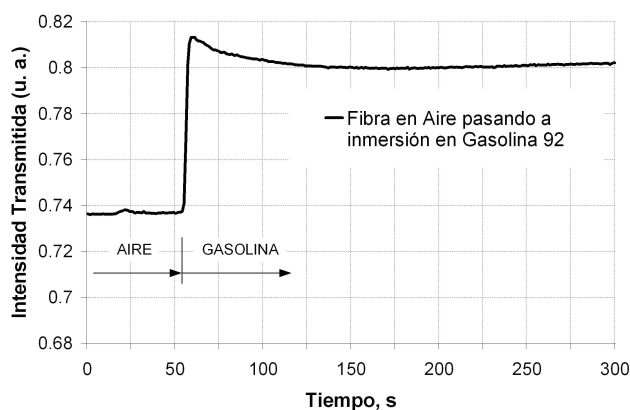


FIGURA 8. Incremento de intensidad transmitida en la fibra, por inmersión en gasolina con número de octano 92, para una longitud de onda de 1510 nm.

5. Discusión

Observamos cambios en la intensidad transmitida por la fibra, cuando ésta es expuesta a los hidrocarburos, en todo el intervalo de 1100 a 1800 nm. Existen tres picos de atenuación inducida adicional. La máxima atenuación está en 1703 nm y es de -18 dB, para una longitud de fibra óptica de 10 m. Los otros dos picos de atenuación están en 1170 y 1380 nm, ambas longitudes de onda muestran una atenuación, aproximada, de -4 dB. Estas atenuaciones son debidas a la absorción de la luz por las moléculas de los hidrocarburos. La atenuación general que se presenta en este intervalo espectral se debe al cambio de índice de refracción del polímero de la fibra óptica, el cual es causado por el enriquecimiento con analito de índice de refracción mayor. Apreciamos, como caso especial, un incremento en la intensidad transmitida en el intervalo de 1490 a 1550 nm, cuando la fibra es expuesta a la gasolina.

La influencia de la temperatura sobre la intensidad transmitida por la fibra es diferente en el intervalo espectral de 1100 a 1800 nm. La variación de temperatura afecta mayormente en 1703 nm y casi no produce cambios en 1200 nm.

Por esta razón, aunque el pico de atenuación inducida por la presencia de hidrocarburos en 1200 nm es mucho menor que para 1703 nm, esta longitud de onda puede ser útil para el sensor; porque casi no hay cambios en la intensidad transmitida por la variación de temperatura.

6. Conclusiones

En este trabajo se han presentado los resultados de una investigación experimental, sobre la transmitancia espectral de una fibra óptica con recubrimiento polimérico por efectos de hidrocarburos e influencia de la temperatura. Se ha mostrado que, de las tres líneas de absorción de hidrocarburos (1170, 1380 y 1703, en el intervalo espectral de 1100 a 1800 nm), la que presenta más atenuación de la intensidad transmitida es la correspondiente a 1703 nm. Se ha observado que existe un incremento de la transmitancia por el efecto del hidrocarburo sobre el índice de refracción del polímero, en la región espectral entre los 1490 y 1550 nm. Sin embargo, en esta zona espectral la transmitancia es muy dependiente de la temperatura, por lo que analizamos el comportamiento en otra longitud de onda, encontrando que la influencia por presencia de hidrocarburos en 1200 nm es muy apreciable y menos dependiente de la temperatura. Por lo tanto estimamos que ésta es una región espectral adecuada para detectar la presencia de este tipo de analitos.

Los resultados obtenidos pueden ser útiles para la optimización de un sensor de fibra óptica con recubrimiento de polímero, para la detección de hidrocarburos en medios acuosos.

Agradecimientos

Este trabajo fue soportado por el Instituto Mexicano del Petróleo a través de una beca de tiempo completo. Agradecemos también al CONACYT, a través de cuyo apoyo se adquirió parte del equipo utilizado.

1. B. Culshaw and J. Dakin, *Optical fiber sensors components and subsystems*, Vol. 3. Artech House, Inc. Norwood, MA, (1996) p. 70.
2. V.V. Spirin, M.G. Shlyagin, S.V. Miridonov, F.J. Mendieta Jiménez, and R.M. López Gutiérrez, *Lasers and Optics in Engineering* **32** (2000) 497.
3. A. MacLean et al., *Proceedings of SPIE* **4204** (2001) 169.
4. E. Sensfelder, J. Bürck, and H.J. Ache, *Applied Spectroscopy* **52** (1998) 1283.
5. K.T.V. Grattan and B.T. Meggitt, *Optical fiber sensor technology* Vol. 4, Kluwer Academic Publishers, Netherlands (1999) p. 27.
6. J. Bürck, P. Denter, M. Mensch, K. Krämer, and M. Scholz. "Fiber optic NIR evanescent wave absorption sensor systems for in situ monitoring of hydrocarbon compounds in waste and ground water". Vo-Dinh, T. [Hrsg], *Environmental Monitoring and Remediation Technologies*, Hynes Convention Center, Bellingham, *SPIE Proceedings Series*, Boston, Mass., **3534** (November 2-5, 1998), 222.
7. D.S. Blair, L.W. Burgess, A.M. Brodsky. *Analytical Chemistry* **69** (1997) 2238.
8. P.K. Coudhury and Toshihiko Yoshino, *Optik – International Journal for Light and Electron Optics*, **115** (September, 2004) 329.
9. B. Mizaikoff, *Meas. Sci. Technol* **10** (1999) 1185.
10. Yong Zhao, Jian Yang, Jin-Qi Wang, and Fang-Xiao Gui, *Optical Engineering* **43** (2004) 2216.
11. V.Maria Graubner, R. Jordan, and O. Nuyken, *Applied Surface Science*, Elsevier Science B.V., **197-198** (2002) 786.
12. J.M. López Higuera, *Handbook of optical fibre sensing technology*. John Willey & Sons, England, (2002) p. 215.