



Universidad  
del País Vasco

Euskal Herriko  
Unibertsitatea



Ingeniaritza Goi Eskola Teknikoa  
Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Bilbao

Master Amaierako Lana

---

# **Nukleo hutsezko eta polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen diseinu, fabrikazio eta karakterizazioa**

---

Telekomunikazio Ingeniaritza Unibertsitate Masterra

Egilea: Natalia Martínez Urdiain

Zuzendaria: Iñaki Bikandi Irazabal

2017/2018

# EDUKIAK

LABURPENA.....	7
RESUMEN.....	8
SUMMARY .....	9
1 SARRERA.....	10
2 TESTUINGURUA .....	12
3 LANAREN HELBURUAK ETA IRISMENA.....	19
4 LANAK DAKARTZAN ONURAK .....	21
5 AUKEREN ANALISIA .....	23
5.1 PZOm zuntzen fabrikazioa .....	23
5.2 PZOm zuntzetan oinarritutako bio-sentsoreak.....	24
6 PROPOSATUTAKO IRTENBIDEAREN AUKERAKETA.....	25
7 METODOLOGIA .....	27
7.1 Egin beharreko ikerketa eginkizunak .....	27
7.2 GANTT Diagrama.....	31
8 EMAITZEN DESKRIBAPENA.....	32
8.1 PZOm zuntz ezberdinen propietate optikoen simulazioa .....	32
8.1.1 Nukleo hutsezko PZOm zuntzak.....	32
8.2 PZOm aurreformen sorkuntza .....	35
8.2.1 Materialaren aukeraketa.....	35
8.2.2 Zulaketa tekniken deskribapena eta analisisa.....	39
8.2.3 Zulaketa tekniken emaitza esperimentalak.....	43

8.3	PZOm zuntzen tenkaketa.....	46
8.3.1	Tenkaketa prozesuaren deskribapen orokorra.....	46
8.3.2	Labeen diseinua: berotze eskema.....	47
8.3.3	Aurreformaren berotzea .....	48
8.3.4	Aurreformaren tenkaketa prozesua .....	50
8.4	Fabrikatutako PZOm zuntzen karakterizazioa.....	51
8.4.1	SEM irudiak .....	52
8.4.2	Potentziaren banaketa espaziala.....	54
8.5	Fabrikatutako PZOm zuntzekin aplikazio zehatza: Raman espektroskopia eta NH-PZOm zuntzak erabiliz, glukosa detekzio sistema baten diseinua.....	56
8.5.1	Erabilitako NH-PZOm.....	57
8.5.2	Muntaia esperimentalak.....	58
8.5.3	Neurketen emaitzak.....	59
9	AURREKONTUA .....	63
10	ARRISKUEN ANALISIA .....	65
11	ONDORIOAK.....	67
12	ERREFERENTZIAK .....	69

# IRUDIEN ZERRENDA

Irudia 2-1 PZO baten egitura.....	13
Irudia 2-2 PZOm zuntz ezberdinak.....	14
Irudia 2-3. Nukleo hutsezko PZOm batean bandgap bidezko argiaren gidapena.....	15
Irudia 2-4 Eraldatutako barne islapen osoaren bidezko gidapena PZOm batean.....	16
Irudia 2-5. NH-PZOm zuntzen erabilera sentsore gisa Raman espektroskopia baliatuz.....	18
Irudia 5-1. PZOm zuntzen fabrikaziorako teknika ezberdinak. (a) zulaketa, (b) estrusioa, (c) kasting, (d) tutuen apilamendua eta (e) jalkitzea.....	23
Irudia 6-1. APG taldearen laborategiko zuntz tenkaketa dorrearen argazki bat, berau osatzen duten unitateen eskemarekin batera. Eskema ondoko irudian, zuntzaren estugunea ikus daiteke.....	26
Irudia 6-2. Laborategiko Raman ekipoaren muntaia.....	26
Irudia 7-1. Gantt Diagrama.....	31
Irudia 8-1. (a) Simulatutako NH-PZOm zuntzaren geometria. (b) Simulazioan erabilitako parametron esanguratsuenak.....	33
Irudia 8-2. Gidatutako moduak, kitzikadura laserra 785 nm-koa denean eta nukleoa airez beteta dagoenean.....	34
Irudia 8-3. (a) Simulatutako NH-PZOm zuntzaren geometria, nukleoan errefrakzio indizea 1,33 delarik.....	34
Irudia 8-4. Gidatutako moduak, kitzikadura laserra 785 nm-koa denean eta nukleoa disoluzio batekin dagoenean. (a) oinarritzkoa modua. (b) bigarren ordenako moduak.....	35
Irudia 8-5. PMMA-ren egitura kimikoa.....	36
Irudia 8-6. Neurtutako 14 aurreformen $T_g$ eta $M_w$ balioak. Estrusio bidez egindakoak gurutze batekin irudikatzen dira, eta kasting bidez egindakoak borobilekin.....	37
Irudia 8-7. PMMA-XT aurreforma baten TGA neurketa.....	38
Irudia 8-8. Burbuilez betetako PMMA aurreforma baten argazkia, tenkaketa dorrean berotu ondoren. Burbuilek, aurreformaren suberatu ezegokia adierazten dute.....	39
Irudia 8-9 (a) Aurreforma baten sorkuntza CNC tornua erabiliz. (b) Zulaketa ostean aurreforma baten argazki bat.....	40
Irudia 8-10. Erabilitako 3 barauts motak:(a) abiadura handiko altzairuzko barautsa, (b) karburozko barauts hoztua eta (c) ezpain bakarreko V forma daukan barautsa.....	40
Irudia 8-11. 5 eraztunez osatutako aurreforma bat.....	42

Irudia 8-12. Diametroaren errorearen emaitza esperimentalak.....	44
Irudia 8-13. Zirkularitatearen emaitza esperimentalak .....	45
Irudia 8-14. Ardatzarekiko perpendikularitatearen emaitza esperimentalak .....	45
Irudia 8-15. Zimurtasun neurketetan lortutako balioak. (a) Ra adierazlea, (b) Rz adierazlea. .....	46
Irudia 8-16 Labe infragorria. (a) goitik ikusita. (b) aldamenetik ikusita.....	48
Irudia 8-17. Labe erresistiboa. (a) Labearen barnekaldea, erresistentzia ikusten delarik. (b) altzairuzko zilindroak, berotze luzera kontrolatzeko .....	48
Irudia 8-18. Tenperaturaren eboluzioa 60 mm-ko diametroa duen PMMA aurreforma bateko 5 posizio ezberdinetan ( $r = -2.5, -1.5, 0, 1.5, \text{ eta } 2.5 \text{ mm}$ ). .....	49
Irudia 8-19. Tenkaketa gunean neurtutako tenperatura. (a) Inconel xaflarekin eta (b) Inconel xafla gabe. ....	50
Irudia 8-20. Fabrikazio prozesuan jarraitutako etapak: (a) 60 mm-ko diametroa duen aurreformatik (d) PZOm zuntzera. (b) 6 mm-ko diametroa duen kanabera. (c) Bitarteko aurreforma, PMMA zilindro batez inguratu ostean. ....	51
Irudia 8-21. 3 mm-troko kanaberaren ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopia irudiak. (a) x25 magnifikazioarekin, (b) x250 magnifikazioarekin.....	52
Irudia 8-22. 650 mikrako NH-PZOm zuntzaren ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopia irudiak. (a) x100 magnifikazioarekin, (b) x250 magnifikazioarekin, (c) x1000 magnifikazioareki, eta (d) x2500 magnifikazioarekin. ....	54
Irudia 8-23. Potentziaren banaketa espaziala neurtzeko erabilitako muntaia esperimentalak.	55
Irudia 8-24. 6 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren irteeran neurtutako potentzia. ....	55
Irudia 8-25. 3 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren irteeran neurtutako potentzia. ....	56
Irudia 8-26. (a) 3 eraztuneko NH-PZOm kanaberaren ekorketazko mikroskopio elektroniko mikroskopia irudiak . (b) 3 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren APG laborategiko mikroskopioarekin ateratako irudiak. ....	57
Irudia 8-27. Betetze selektiboa teknikarekin betetako NH-PZOm zuntzaren mutur baten irudia, laborategiko mikroskopioarekin aterata.....	58
Irudia 8-28. NH-PZOm zuntza erabiliz Raman neurketak gauzatzeko muntaia esperimentalak. ....	59
Irudia 8-29. Erreferentzia bezala erabiltzeko neurtutako espektroak (a) PMMA, (b) Glukosa hautsa, (c) Glukosa 1M uretan. ....	60
Irudia 8-30. Glukosa uretan disolbatutako kalibrazio kurba.....	60

Irudia 8-31. Glukosa 1M disoluzioaren eta PMMA-ren espektro normalizatuak .....	61
Irudia 8-32. Kontzentrazio ezberdinetako disoluzioen Raman espektroak. (a) Kubetan egindako neurketak. (b) NH-PZOm zuntzean egindako neurketak. ....	61

# AKRONIMOEN ZERRENDA

PZOm	Polimerozko zuntz optiko mikroegituratu
NH-PZOm	Nukleo hutsezko polimerozko zuntz optiko mikroegituratu
SEM	Ekortetazko mikroskopio elektroniko
PMMA	Polimetil metakrilato
PS	Poliestireno
PC	Polikarbonato
IG	Indize graduala
MI	Maila-indizea
MMI	Multimaila-indizea
TIR	Barne Islapen Osoa
M-TIR	Eraldatutako Barne Islapen Osoa
PCF	Kristal fotonikozko zuntza

## LABURPENA

Lan honen helburua polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen (PZOm) diseinuaren eta fabrikazioaren ikerkuntza lerroak sendotzea dira, baina bereziki nukleo hutsezko egitura dauzkaten PZOm zuntzen (NH-PZOm) analisiari ekingo dio. Anplifikaturiko Raman espektroskopia erabiliz zuntzaren barnean aurkitzen diren disoluzioaren molekulak detektatu daitezke. Raman espektroskopia aukeratu da espektroskopia teknika desberdinen artean detekzio teknika sentikor eta zehatza baita. Hasierako etapa batean geometria egokiak diseinatuko dira argiaren propagazioa NH-PZOm-en nukleo hutsean ahalbidetzen dela bermatuz. Horretarako, argiaren propagazioa uhin-gidetan modelatzea baimentzen duen simulazio software bat erabiliko da, Photon Design izenekoa. Ondoren, diseinatutako geometria dauzkaten PMMAzko aurreforma zilindrikoak fabrikatuko dira CNC tornu baten bitartez. Teknika honen bitartez, zulatutako geometriaren hainbat parametro kontrola daitezke doitasun handiarekin, besteak beste, zulatutako aire kanalen diametroak, zuloen arteko distantziak edo zuloen arteko banaketa paretan zabalerak. Fabrikazioaren bigarren etapan, aurretiaz diseinatutako PZOm zuntzak ekoizten dira, tenkaketa dorrearen beroketa eta tentaketa unitateak erabiliz. Lortutako PZOm zuntzak bereizmen handiko ekortetazko mikroskopia elektroniko (SEM) irudien bidez karakterizatuko dira, eta NH-PZOm zuntzen gidapena nukleoan ematen dela bermatzeko, potentziaren banaketa espazialaren neurketak egingo dira ekipamendu egokia erabiliz.

Azkenik, fabrikatutako NH-PZOm zuntzekin glukosa sentsore plataforma bat diseinatuko da nukleo hutsezko PZOm zuntzak fabrikatu eta gero. Uretan murgilduriko glukosa disoluzioz NH-PZOm zuntzen nukleoa beteko da, kontzentrazio ezberdinetan. Raman espektroskopia erabiliz neurketa esperimentalak egingo dira garatutako sentsore plataforma balidatzeko asmoarekin.

**Gako-hitzak:** mikroegituratutako polimerozko zuntz optikoa, fabrikazioa, aurreforma, Raman espektroskopia, sentsore plataforma.



## RESUMEN

El objetivo de este trabajo es el diseño y la fabricación de fibras ópticas de polímero microestructuradas (FOPm), especialmente FOPm cuya estructura contenga un núcleo hueco (FOPm-NH), en cuyo interior podamos insertar disoluciones con moléculas, cuya presencia debemos detectar empleando la técnica de espectroscopia Raman amplificada o Surface Enhanced Raman Spectroscopy (SERS). De entre las diferentes técnicas de espectroscopia se ha elegido la espectroscopia Raman por ser una técnica de detección sensible y precisa. Partiendo de una primera etapa en la cual emplearemos un software de simulación que nos permite modelar la propagación de la luz en guías de onda (Photon Design), diseñaremos las geometrías adecuadas que permitan la propagación de la luz en el núcleo hueco de la FOPm. A continuación, creamos las preformas cilíndricas de PMMA que contienen la geometría diseñada, empleando para ello un torno de control numérico (CNC), que ofrece máxima precisión, tanto en el diámetro de los agujeros o canales de aire, como en el espaciado entre los agujeros y su disposición en la preforma. En una última etapa de fabricación, empleando la unidad de calentamiento y estirado de la torre, obtenemos las FOPm deseadas, que caracterizaremos con imágenes de alta resolución (Microscopia SEM), así como con medidas de distribución espacial de potencia.

Una vez fabricadas las FOPm-NH, diseñaremos un sistema de sensado, en el que introduciremos en el núcleo de las FOPm-NH disoluciones de glucosa en agua, en diferentes concentraciones. Empleando la técnica de espectroscopia Raman amplificada, realizaremos medidas experimentales, con el objetivo de validar el sistema de sensado desarrollado.

**Palabras clave:** fibra óptica de polímero microestructurada, fabricación, preforma, espectroscopia Raman, sensado.

## SUMMARY

The aim of this work is to strengthen the new line of research towards the design and manufacture of microstructured polymer optical fibers (mPOF), especially the ones whose structure contains a hollow core (NH-mPOF). We can insert solutions with molecules whose presence we will be able to detect by using Raman Amplification spectroscopy or Surface Enhanced Raman Spectroscopy (SERS). Among the different spectroscopic techniques Raman spectroscopy has been chosen because it provides an accurate and sensitive detection technique. In the first stage, we will design suitable geometries that allow the propagation of light in the hollow core of the mPOF. A simulation software named Photon Design will be used because it allows us to model the propagation of light in waveguides. Next, we will create PMMA cylindrical preforms that contain the designed geometry. Computer numerical control (CNC) will be used for that purpose. This machine provides maximum precision, both in the holes or air channels diameter, in the spacing between the holes and their arrangement in the preform. In the last manufacturing stage, mPOFs are obtained using heating and stretching unit of the machine. They will be characterized by high resolution images (SEM microscopy), and spatial power distribution measurements will be made too.

Once HC-mPOFs are manufactured, we will design a sensing platform, in which we will introduce glucose solutions in water into the core of the HC-mPOF, in different concentrations. We will carry out experimental measurements with the aim of validating the developed sensing platform using Raman Amplification spectroscopy.

**Keywords:** microstructured polymer optical fibers, manufacturing, preform, Raman spectroscopy, sensing platform.

# 1 SARRERA

Nukleo hutsezko zuntz optiko mikroegituratuen (NH-PZOm) zuntzak eta detekzio molekularrerako Raman espektroskopiaren konbinazioa gai gorietako bat da zuntzarekin erlazionatuta komunitate zientifikoan. Nahiz eta kristal fotonikozko zuntzen erabilpena oso ugaria den hainbat arlotan baita oso ikertuak izan ere, lan honek nukleo hutsezko polimerozko zuntz optiko mikroegituratuetan arreta jartzen du. Silizezko zuntzekin alderatuta, polimerozko zuntz optikoen abantaila nagusiak jarraian aipatutakoak dira: polimerozko zuntzak produzitzeko kostu baxua, zuntzaren malgutasuna eta erabilitako polimeroaren bio-bateragarritasuna. Horrez gain, behe fusio tenperatura eta lehen aipatutako bio-bateragarritasuna aprobetxatuz, polimeroa dopatzeko aukera ugari daude, etorkizun handia aurreikusten zaizkielarik zuntz mota hauei.

Lan honetan NH-PZOm zuntzen diseinu eta fabrikazioa aztertzen da, eta behin zuntza egindakoan, nukleoan argia gidatzen dela bermatu da, sentsore sistema gisa erabiltzeko ezinbesteko baldintza delako. Zuntzaren nukleoko interakzio-distantzia luzeak eta dispersaturiko Raman argiaren gidatzeak Raman seinalearen intentsitatea hobestu ditzakete hiru mailatan edo gehiago. Helburu honetarako, geometria egokiak diseinatu beharko ditugu, eta fabrikazio unean, bermatu egin beharko dugu PMMA aurreformetan zulatutako geometria mantendu egiten dela eskala txikiagoko kanabera eta zuntzetan. Kontutan izan behar dugu, kasuak kasu, 60 mm diametroa duen aurreforma, 600 mikra inguruko diametroa duen zuntzera bihurtuko dugula. Etapa hauetan, bai berotze eskema zein tenkaketa eskema zehatzak diseinatu beharko dira.

Master amaierako lan honek ikerkuntza pluridisziplinarra sustatzen du. Hori guztia burutu ahal izateko, jakintza ezberdineko profesional zein ikertzaileen laguntza izango dugu. Hainbat laguntza eta kolaborazio lortu dira dagoeneko EHU-ko FAT/APG taldeaz gain; hala nola, CIC BiomaGUNE erakundeko NanoBioPlasmónica taldearekin eta BCMaterials taldearekin [1],[2]. Denek goi mailako baliabide, esperientzia eta ezagutza baieztatzen dute. Bestalde, FAT/APG taldea BCMaterials ikerkuntza taldearekin elkarlanean dabil, eta Sydney Unibertsitateko Institute of Photonics and Optical Science taldeak polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen diseinuarekin laguntzen du. Beharrezkoa den material eta

ekipamendu optiko guztia unibertsitateko laborategian daukagu, edozein neurketa esperimental aurrera eramán ahal izateko.

## 2 TESTUINGURUA

Lehen polimerozko zuntz optikoa (PZO) hirurogeiko hamarkadan sortu zen. DuPontek “Crofon” izeneko lehen PZOa fabrikatu zuen, PMMAzko (Polymethylmethacrylate) nukleoa zeukan multimaila-indizeko (MMI) PZOa zen eta estaldura partzialki fluoratutako polimeroz osatuta zegoen. Handik aurrera, PZOen eboluzioa baina, bereziki, PZO mikroegituratuen eboluzioa izugarritzko inpaktua izan dute merkatuan. Distantzia laburreko komunikazioetarako primerako aukera bihurtu dira baina detekzio aplikazioetan edo sentzore gisa ere erabil daitezke abantailak direla eta. Abantaila nagusien artean diametro handia, malgutasuna, sendotasuna, zenbakizko irekidura handia eta propietate mekaniko bikainak azpimarratzen dira. Hori guztia dela eta, hain lehiakorra den automobil-industrian nagusitasuna lortu dute eta hautabide bikaina bihurtu dira sentzore aplikazioetan, izan ere, arlo ezberdinetan erabil daitezke, egitura-monitorizaziotik biosentzore gisara arte. Gainera eremu lokaleko sareetan, kapazitate handiko transmisio sistema bezala sekulako ezaugarriak eskaintzen ditu ohiko kobrezko kable-sareekin konparatuta.

Mikroegituratutako polimerozko zuntz optikoen (PZOm) garapenak etorkizun handia iragartzen du non PZOm zuntzetan oinarritutako aplikazioak biderkatzen diren. Mikroegitura eta material ezberdinak erabiliz, edota metamaterialak sintetizatuz, ad-hoc zuntzak fabrika daitezke hainbat aplikaziotan erabil daitezkeenak, adibidez: sentzoreetan, biomedikuntzan, ingeniartzan edo komunikazioetan.

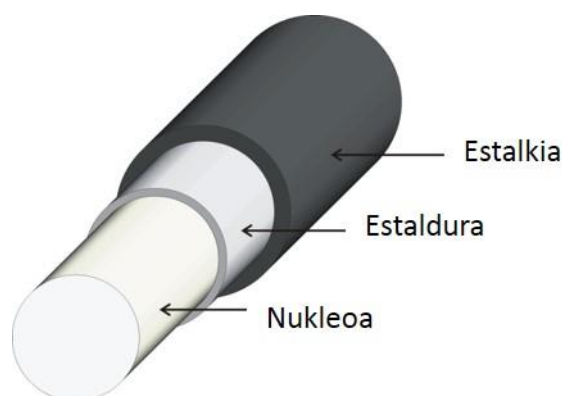
### Nukleo solidozko plastikozko zuntz optikoak

Plastikozko zuntz optikoek argia konfinatzea eta gidatzea ahalbidetzen dute. Forma sinpleenean, oso malgua den eta egitura zilindrikoa duen uhin-gida batez osatuta daude; errefrakzio indize zehatza daukan polimerozko nukleoa errefrakzio indize txikiagoa daukan estaldura batez gainezkaturik dago (Irudia 2-1 irudia).

Nukleoaren erradioak 125 eta 490 $\mu$ m bitarteko tamaina izaten du. Nukleoko materialaren errefrakzio indizea uniforme (maila-indizeko zuntzak) ala graduala (indize gradualeko zuntzak) izan daiteke, estalduarena uniforme izaten delarik. Alde batetik, maila-indizeko PMMA PZOen nukleoaren eta estalduaren errefrakzio indizeen balioak  $n_n \approx 1.492$  eta  $n_c \approx 1.417$  izaten dira, hurrenez hurren.

Zuntzaren nukleoa garbia den edo atomo ezberdinez dopaturik dagoen material batez konposatuta egon daiteke bere ezaugarriak aldatzeko asmoarekin. Materiala erreparatuta, hurrengo PZO motak nabarmentzen dira: PPMA, deuteriozko PMMA, PS (poliestireno) eta fluorozkoak.

PZOen estalkiak kanpo eragileetatik babestu du, hala nola: tentsioa, muturreko tenperaturak edo hezetasuna. Polimero desberdinez konposaturik egon daiteke aplikazioaren beharren arabera. Normalki, estalkia polimeroz osatuta dago baina bestelako materialak ere erabil daitezke.



Irudia 2-1 PZO baten egitura

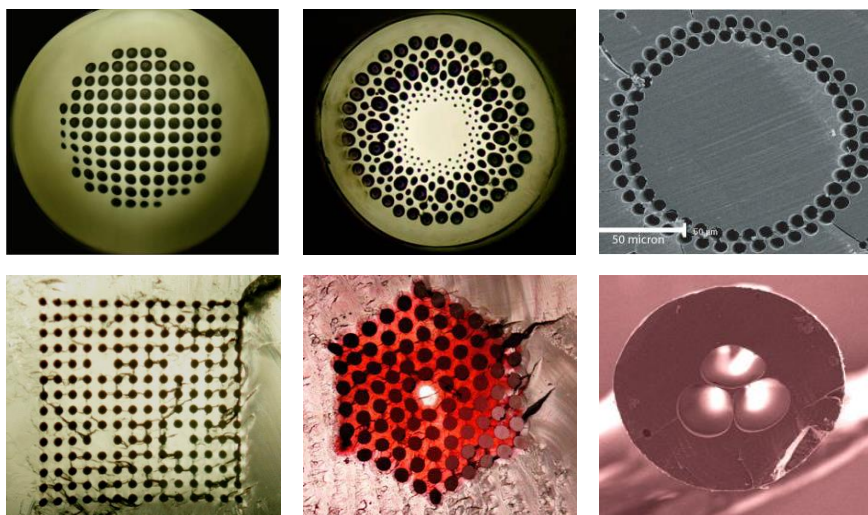
Indize gradualeko profila IG PZOen dispersio modala izugarri gutxitzen du MI PZOekin alderatuta. Kontuan hartu beharra dago, banda zabalera maximoa mugatzen duen faktore nagusia dispersio modala dela.

### Mikroegituratutako plastikozko zuntz optikoak

Indize mailakatuko zuntz konbentzionalen eta kristal fotoniko bidezko gidatze-mekanismoaren arteko konbinazioak polimerozko zuntz mota berri baten garapena sustatu du. Mota berri horrek kristal fotonikozko zuntz edo mikroegituratutako PZO izena dauka. Optical Fiber Technology Centereko (Sydney Unibertsitatea) ikertzaileek lan aitzindaria egin zuten zuntz mota hauen proposamenean. Halaber, modu bakarreko kristal fotonikozko zuntzak, nukleo anitzeko PZOm, birrefringentzia altuko PZOm eta nukleo hutsezko PZOm-ak ere garatu zituzten. Adibide batzuk Irudia 2-2 irudian ikus daitezke.

PZOm zuntzen erronkarik handiena band-gap fotoniko gidatze-mekanismoaren abantailak eta polimero desberdinen abantaila mekaniko propioen konbinazioa lortzea da. Modu

horretan PZOm zuntzen fabrikazio prozesuak, aurreformen diseinua eta propietate optikoak optimiza daitezke. Horren guztiaren ondorioa aplikazio optimoak gauzatzea da. Mikroegitura eta polimeroen elkarketak PZOm zuntzen garapena bultzatzeko aukerak biderkatzen ditu.



Irudia 2-2 PZOm zuntz ezberdinak.

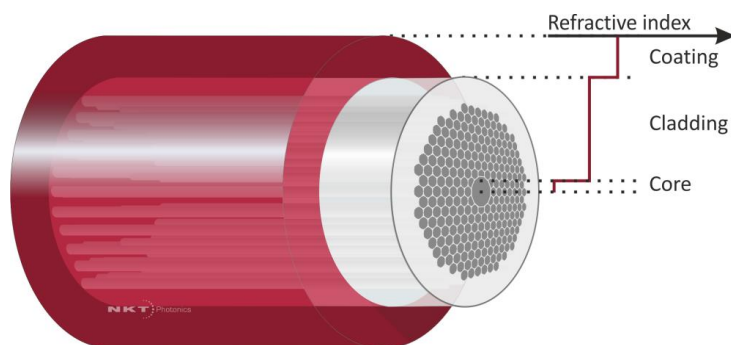
### PZOm zuntzen gidatze-mekanismoak

Argiaren konfinamendua zuntzan aurkitzen da kristal fotonikozko PZOetan matrize edo zulo array baten ondorioz, antolaketa horrek zuntzaren ardatzarekiko paralelo azaltzen da. Argiaren gidatzea bi mekanismo ezberdinen bidez gerta daiteke: errefrakzio indize bidezko gidatzea edo banda fotonikoen egitura bidezko gidatzea [3]. Lehenengo kasuan, argia nukleoan zehar gidatzen da baina nukleoaren errefrakzio indizea estaldurarena baino handiagoa da, barne islapen osoa (TIR) mekanismo izenekoa. Beste kasuan, ordea, kontrakoa gertatzen da. Nukleoaren errefrakzio indizea estaldurarena baino txikiagoa da eta bertan argia gidatzen da. Estaldura kristal fotonikoz osatuta dago.

- **Banda fotonikoen egitura bidezko gidatzea**

Kristal fotonikozko zuntzak (PCF) material honen propietateetan oinarrituta sortu ziren. Zuntzaren egituren zenbait aldaketa eginez argia gidatzea lortzen da. Kasu honetan, gidatze-mekanismoa ez da TIR baizik eta aire kanal mikroskopikoen banaketa sortuz argia gidatzea lortzen da. Egitura berritzaile horrek onura apartak azaltzen ditu, izan ere, modu bakarreko zuntzen funtzionamendua eta diametro handiko nukleoaren abantailak elkartzen

ditu. Mekanismo honetan argiaren hedapena galarazita dauden frekuentzia bandak aurki daitezke kristal fotonikoaren propietateak direla eta. Estalduraren propagazio moduen gabeziak argiaren gidatzea galarazten du estalduran zehar, beraz, argi guztia nukleoan zehar gidatzen da. Honen guztiaren ondorioz, nukleoaren errefrakzio indizea estaldurarena baino handiagoa izan behar delaren baldintza ez da bete behar.



Irudia 2-3. Nukleo hutsezko PZO batean bandgap bidezko argiaren gidapena.

PZO teknologiaren barnean, modu anitzeko gidatzea nagusitzen da, orden altuko moduak aurkitzen dira ikusgai den banda-espektroan. Hala eta guztiz ere, modu bakarreko gidatzea lor daiteke PZO teknologia erabiliz [4]. Zuntzaren barne mikroegitura iragazkitzat har daiteke, hau da, bakarrik konfinatuko ditu nukleoan distribuzio espazial nahikoa duten moduak.

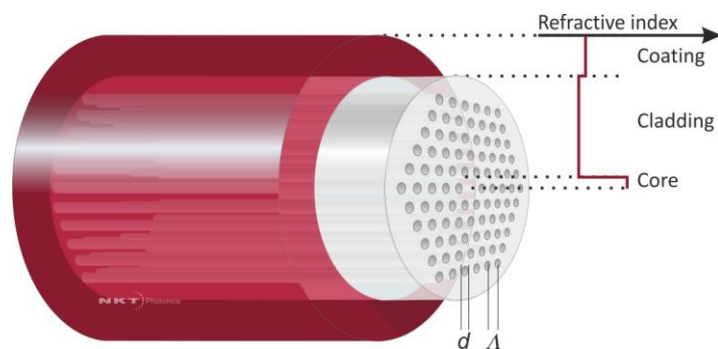
- **Errefrakzio indize bidezko gidatzea**

Errefrakzio indize bidezko gidatzean, zuntzaren nukleoa egitura periodikoko matrizean zenbait zulo falta dituen eremu bat da. Hortaz, nukleoaren errefrakzio indizea ia zuntzaren materialaren berdina da. Estalduran, ordea, errefrakzio indizearen balioa zuntzaren materialen eta zuloen errefrakzio indizearen tartean dabil. Orden altuko propagazio moduak indargabetuta daudenez, oinarritzko moduaren propagazioa errazten du. Gidatze-mekanismo hori eraldatutako TIR (M-TIR) gisa ezaguna da. Zuntz mota hauen portaera maila-indizeko PZO konbentzionalen antzekoa da.

Abantaila garrantzitsuen artean, uhin-luzera guztietarako modu bakar bat gidatzea da. Modu bakarreko PZO zuntzak lortzeko,  $d/\lambda < 0,4$  baldintza bete behar da  $d/\lambda$  pitch parametroa izanda.  $d$  parametroak zuloaren diametroa edo aire kanala adierazten du eta  $\lambda$



parametroak aire kanalen arteko distantzia adierazten du, kristal fotoniko geometriaren konstantea.



Irudia 2-4 Eraldatutako barne islapen osoaren bidezko gidapena PZOm batean.

M-TIR zuntz optiko estandarren TIR prozesuaren antzekoa da. Errefrakzio indize altuko eremu batean oinarritzen da, normalean silizekoa, errefrakzio indize baxuko mikroegituratutako eremu batez inguratuta dagoena. PCF zuntzen estaldura mikroegituratua uhin-luzeraren araberakoa da. Uhin-luzeraren menpekotasun sendoak modu bakarreko zuntz ugarien diseinua baimentzen du.

### PZO zuntzen fabrikazio teknikak

Bi etapa nagusi desberdintzen dira zuntzen fabrikazio prozesuan. Lehenengo fasea aurreformaren diseinuan oinarritzen da, hartatik mikroegituratutako zuntza lortuko da. Aurreformak zuntzaren oinarrizko propietateak zehaztuko ditu.

Polimeroen ezaugarri paregabeek fabrikazio teknika ezberdinak erabiltzea baimentzen dute diseinatu nahi den aplikazio beharren arabera, izan ere, silizea baino fabrikazio tenperatura baxuagoak dituzte eta mekanizazioa errazagoa da.

Teknikarik aitzindariena eta hedatuena, drilling edo zulaketa da [5]. Fresatzaile baten eta kontrol numerikoaren bidez, polimerozko zilindro solido bat zulatzen da nahi den egitura lortuz. Teknika honen bidez aurreforma zehatzak lor daitezke baina zenbait muga dauzka ere, adibidez: barautsen diametroa edo zilindro hutsak ez diren egiturak izatea. Oso erabilia den beste teknika bat capillary stacking edo kapilar tutuen pilaketan oinarritutakoa da. Aurreforma kapilar hodiak edo zilindroak mihizatuz lortzen da. Teknika honen bidez aire frakzio handia lortzen da aurreforman, non nukleo hutsak horma mihiez bananduta dauden. Hortaz, nukleo hutsezko PZOm zuntzen fabrikaziorako ezinbestekoa da. Hala eta

guztiz ere, halako desabantailak aurki daitezke: egituraren aldaketak tenkaketa prozesuaren ondorioz, nukleoen biribiltasun eza edo kapilarren kutsadura pilaketa prozesuan zehar.

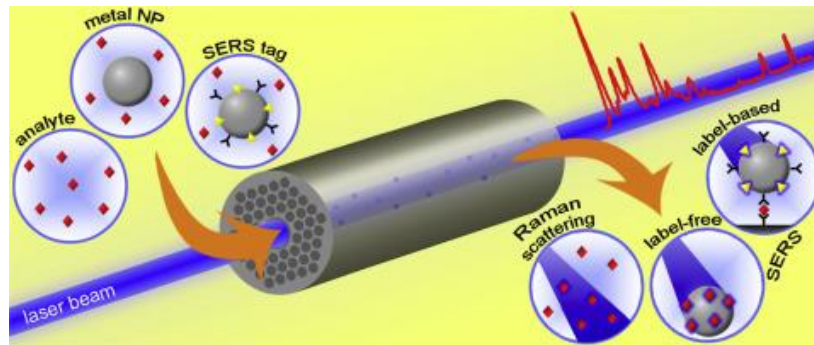
Bigarren fasea aurreformaren tenkaketa datza. Zuntzen fabrikazio dorrea erabiliko da nahi den diametroko mikroegituratutako zuntza lortzeko, ehuneko mikra inguruan, eta diseinatutako egitura aurreforman mantenduz. Tenkaketa fase horrek hainbat bitarteko fasetan zatitu daiteke diametro txikiko aurreformak lortuz, kanabera izenekoak, hori dela eta, zuntzak diseinatzeko aukerak handitzen dira. Prozesu horretan, aurreformek labe bat zeharkatu behar dute beirazko trantsizio tenperatura baino altuago den tenperatura lortuz eta biskositatea gutxituz eta beraz, tenkatu daiteke nahi den diametroa lortu arte zuntzan. Baina kontuan hartu beharra dago tenperaturak edo tentsioak aldaketak ondorio kaltegarriak izan dezaketela mikroegituran.

### PZOm zuntzetan oinarritutako sentsoreak

Raman espektroskopia, indar handiko tresna analitikoa da eta azken urteotan interes handia sortu du biomedikuntza arloko komunitate zientifikoa zehaztasun eta desberdintza handia eskaintzen baitu laginaren konposizio kimikoa aztertzerakoan. Substantzia bakoitzak Raman espektro zehatz eta bakarra duenez, hainbat substantzien identifikazioa ahalbidetzen du momentu berean.

Raman dispersioan sorturiko fotoiak norantza orotara sakabanatzeak, irakurketa zailtzen du. Aitzitik erakutsi da Raman dispersioa aurrez gidaturiko argi batek sortzen bada eta zuntz baten barruan ematen bada efektua, detekzio atalasea 1000 aldiz jaitxi daitekeela. Aurkezten den kasuan, zuntzak dispersaturiko argia jaso eta gidatu egiten du detekzio guneraino.

Ondorioz, PZOm-ak euskarri hobezina bilakatu dira Raman teknika erabiliz disoluzio likidoetan edota gasetan substantzia kimikoak identifikatzeko, biomedikuntzan honek duen garrantziarekin.



Irudia 2-5. NH-PZOm zuntzen erabilera sentso gisa Raman espektroskopia baliatuz.

### 3 LANAREN HELBURUAK ETA IRISMENA

Lan honetan nukleo hutsezko polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen (NH-PZOm) inguruko ikerkuntza lerroak sendotzea du helburu nagusi. Ikerkuntza taldeak, EHU-ko Fotonika Aplikatua Taldea (FAT/APG), eskarmentu handia dauka polimerozko zuntz optikoetan oinarritutako sentsoreen garapenean, eta azken urteotan lan ugari jorratu ditu arlo honetan, bai lan teorikoak garatuz zein sentsore esperimentalak inplementatuz. Arrazoi teknikoengatik, alde batetik polimerozko zuntz optiko mikroegituratuak lortzea oso zaila zelako, eta beste alde batetik, Raman neurketak gauzatzeko azpiegitura ez zutelako, orain arte taldean ez dira bio-sentsoreekin lotutako lan esperimentalak jorratu, baina duela gutxi lortutako ekipamenduari esker, taldea prest dago helburu honi aurre egiteko.

Alde batetik, polimerozko zuntz optiko mikroegituratuak fabrikatzea ahalbidetzen duen dorre bat dauka taldeak. Estatuan aurkitzen den mota honetako lehen azpiegitura da mundu mailan martxan dagoen bakarrenetarikoa. Eta beste alde batetik, *Renishaw inVia Raman Microscope* ekipamendua erosi du, SERS saiakuntzak egitea ahalbidetzen duena eta lagin solido zein likidoen Raman seinalea neurtzeko egokia dena. Honela, zuntz optikoak komunikazio transmisio oinarri izateaz gain, zenbait fenomeno neurtzeko ere plataforma oso interesgarria dela erakutsi nahi da, Raman espektroskopiaz baliatuz. Nahiz eta PZOm zuntzen barnean dibertsitate handia aurki daitekeen, nukleo hutsezkoak ikertuko dira, hauek erabiltzeak abantaila ugari aurkezten dituztelako. Detektatu nahi den molekularekin interakzio luzera handiak sortzen direnez zuntzaren nukleo barruan, Raman seinalea izugarri anplifikatuko da.

Horrela, , lanaren helburu nagusiak hauek dira:

- Simulazio software egokiak erabiliz, nukleo hutsezko polimerozko zuntz optiko mikroegituratu egokien diseinua, gerora fabrikatu eta sentsore plataforma gisa erabili ahal izateko. Zehazki, potentziaren banaketa espaziala edo eremu hurbilaren simulazioak jorratuko dira.
- Polimerozko zuntz mikroegituratuen fabrikazio prozesua hobetzea: aurreformaren sorkuntzarako CNC tornu bat daukagunez, zulaketa teknika erabiliz, analisi sakon bat egingo dugu, bi helbururekin: alde batetik, kalitate altuko aurreforma zulatuak

lotzeko, eta beste alde batetik, berauek lortzeko denbora zati handi batean murrizteko. Analisi honetan, kalitate parametroak aztertuko dira, besteak beste, zuloen diametroen desbideratzea, zuloen zirkularitatea, ardatzarekiko perpendikularitatea, edota zuloen azalaren zimurtasuna.

- PMMA aurreforma zulatuentzako berotze eskema aproposa zehaztu, labe infragorria eta labe erresistiboa erabiliz. Prozesu hau ondo kontrolatzea ezinbestekoa da, ondoren datorren tenkaketa prozesuan lortutako zuntzak aurreformaren geometria berbera mantendu dezan.
- Aurreformak zuntzera tenkatzeko teknika egokia zehaztu, tamaina eta geometria egokiko PZOm zuntza lortuz. Etapa honetan, aurreformaren zuloetan aire-presio negatibo edo positiboa sartzea aztertuko da, zuloen handitze edo txikitzea ahalbidetuz.
- Fabrikatutako PZOm zuntzak karakterizatuko ditugu, berauen bereizmen altuko mikroskopia irudiak eskuratuz, eta propietate optikoak neurtuz. Gainera, simulazioen bitartez teorikoki lortutako emaitzak neurketa esperimentalekin baieztatzen saiatuko gara.
- Guk fabrikatutako NH-PZOm zuntzak erabiliz, eta Raman espektroskopia erabiliz, glukosaren detekziorako plataforma sensore bat garatuko dugu. Zehazki, NH-PZOm zuntzen nukleoa kontzentrazio ezberdineko glukosa disoluzioekin beteko dugu, eta Raman espektroskopia erabiliz, glukosaren kontzentrazio mailak ezberdintzea da helburua. Neurketa esperimentalak gauzatuko ditugu, emaitzak aztertuz.

## 4 LANAK DAKARTZAN ONURAK

Historikoki, silizio dioxidoa edo silizea zuntz optikoen oinarrizko material nagusia izan da. Hala eta guztiz ere, hainbeste desabantailek polimerozko zuntzen ikerkuntza eta garapena bultzatu dute, polimetilmetakrilatoa (PMMA) gehien erabilitako materiala izanik. Beste polimero ezberdinez fabrikaturiko zuntz optikoak ere kontsideratu dira, hala nola: TOPAS, polikarbonato (PC) edo poliestirenoz (PS) egindakoak [6]. Polimerozko zuntz optikoak aplikazio ezberdinetarako hautabide paregabeak dira; adibidez, eremu lokaleko sareetan, biosentsore gisa, osasunaren monitorizazioan edo anplifikazio optikoan erabil daitezke [7].

Mikroegituratutako polimerozko zuntz optikoak 2001.urtean lehen aldiz garatu ziren siliziozko kristalezko zuntz fotonikoen aurreneko diseinuetan oinarrituta. Une hartatik aurrera, mikroegituratutako diseinu asko PZOm bezala onartu dira [8]. Polimeroen eta mikroegituren konbinazioak xede eta propietate optiko anitzen aurkikuntza lortu du, aipatzekoak dira: polimerozko zuntzetan modu bakar baten propagazioa lortzea espektro ikuskorrean edo nukleo hutsezko PZOm-ak, non argia airez beteriko nukleoan zehar gidatzen den. Azkeneko zuntz mota hauetan, nukleoaren errefrakzio indizea estaldurarena baino txikiagoa da [9].

Beste alde batetik, Raman sakabanatzea kimika analitikoan gehien erabilitako erreminta izan da. Substantzia bakoitza karakterizatzen duen aztarna bakarrak laginaren konfigurazio molekularrari buruzko nahiko informazioa ematen du. Hala ere, Raman seinalearen intentsitate baxuak sensore plataforma berrien garapena bultzatu dute eragozpen hauei aurre egiteko helburuarekin.

Lortutako Raman seinalea hobetzea ahalbidetzen duen teknika bat nukleo hutsezko eta polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen erabilera da PMMAz egindako sensore plataformaren baitan. Berriki garatutako zuntzetan estaldurak zulo egitura periodikoa dauka, nukleoa diametro handiagoko zuloa izanik. Era honetan, argia nukleoan barrena gidatu daiteke. Geometriaren egitura periodikoaren eta materialaren errefrakzio indizeen arabera, argiaren gidapena bi mekanismo ezberdinen bidez gerta daiteke: eraldatutako TIR edo banda fotonikoen egitura bidezko gidatzea. Nukleo hutsezko zuntzen kasuan, era selektibo batean beteriko mikroegituratutako nukleoan argiaren gidapena ahalbidetzen da,

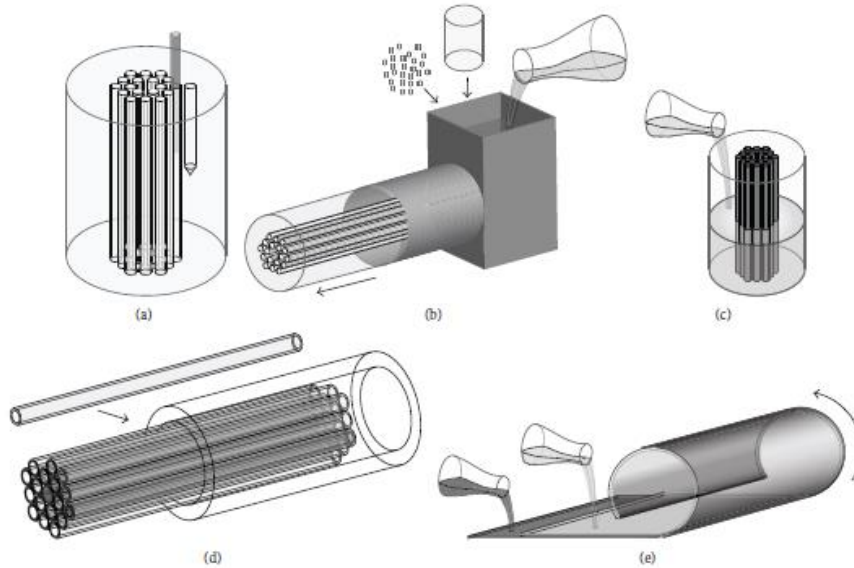
nukleoan disoluzio egokia sartuz gero. Hortaz, nukleo hutsezko eta polimerozko zuntz optiko mikroegituratuak(NH-PZOm) aukera bikaina bilakatu dira, etorkizun oparoarekin. Bi abantailarik nagusienak laginaren eta kitzikatutako argiaren arteko interakzio handia eta nukleoan zehar Raman seinalea anplifikatzen duen sakabanatutako argiaren gidatzea dira.

Nahiz eta kristal fotonikozko zuntzak oso erabiliak eta aztertuak izan, lan hau NH-PZOm zuntzen ikerkuntzan oinarrituta dago. Polimerozko zuntz optiko hauen abantaila nagusiak, silizezkoekin alderatuta, polimerozko zuntzen ekoizpen kostu baxua, malgutasuna eta bio-bateragarritasuna dira. Gainera, urtse-tenperatura oso baxua denez eta bio-bateragarritasuna dela eta, barruko paretaren azalera sentikortasun maximoa lortzeko funtzionalizatu daiteke [10].

## 5 AUKEREN ANALISIA

### 5.1 PZOm zuntzen fabrikazioa

PZOm zuntzen fabrikazioari dagokionez, aukera ezberdinak daude, Irudia 5-1 irudian ikus daitekeen bezala.



Irudia 5-1. PZOm zuntzen fabrikaziorako teknika ezberdinak. (a) zulaketa, (b) estrusioa, (c) kasting, (d) tutuen apilamendua eta (e) jalkitzea.

Teknikarik aitzindariena eta hedatuena, drilling edo zulaketa da [5]. Fresatzaile baten eta kontrol numerikoaren bidez, polimerozko zilindro solido bat zulatzen da nahi den egitura lortuz. Teknika honen bidez aurreforma zehatzak lor daitezke baina zenbait muga dauzka ere, adibidez: barautsen diametroa edo zilindro hutsak ez diren egiturak izatea. Oso erabilia den eta aplikazio ugari dituen beste teknika bat capillary stacking edo kapilar tutuen pilaketan oinarritutakoa da. Behin egitura diseinatuta, aurreforma kapilar hodiak edo zilindroak modu egokian mihiztatuz lortzen da. Teknika honen abantailarik nabarmena gainerako teknikekin konparatuta aurreforman aire frakzio handia lortzen da, non nukleo hutsak horma mihiez bananduta dauden. Hortaz, nukleo hutsezko PZOm zuntzen fabrikaziorako ezinbestekoa da. Hala eta guztiz ere, halako desabantailak aurki daitezke: egituraren aldaketak fabrikazio dorrean gauzatzen den tenkaketa prozesuaren ondorioz, egitura osatzen duten kapilarren kutsadura pilaketa prozesuan zehar edo nukleoaren biribiltasun eza presioa dela eta.



PZOm zuntzak beste teknika ezberdinen bidez ere lor daitezke, adibidez: aurreformen polimerizazioa edo estrusioa. Estrusio prozesua polimero edo monomero batetik abiatuta egin daiteke, erretxinazkoa normalean.

Behin PZOm zuntza izango den aurreforma lortuta, lehen azaldutako edozein teknika erabiliz, fabrikazio prozesuaren bigarren fasea hasteko momentua da. Bigarren fasea aurreformaren tenkaketan datza. Zuntzen fabrikazio dorrea erabiliko da nahi den diametroko mikroegituratutako zuntza lortzeko, ehuneko mikra inguruan, eta diseinatutako egitura aldaketa minimoekin aurreforman mantenduz. Tenkaketa fase horrek hainbat bitarteko fasetan zatitu daiteke diametro txikiko aurreformak lortuz, kanabera izenekoak, hori dela eta, zuntzak diseinatzeko aukerak handitzen dira. Beraz, mikra gutxiko mikroegiturak eta diametro handiko zuntzak fabrikatzea posible da bitarteko kanaberek ad-hoc diseinatutako kapilarrez estaliz. Beste aukera bat aurreforma berri bat diseinatzea da bitarteko kanaberek konbinatuz. Tenkaketa prozesuan, aurreformek labe bat zeharkatu behar dute beirazko trantsizio tenperatura baino altuago den tenperatura lortuz eta biskositatea gutxituz eta beraz, tenkatu daiteke nahi den diametroa lortu arte zuntzan. Baina kontuan hartu beharra dago tentaketa tenperaturak edo tentsioak aldaketak ondorio kaltegarriak izan dezaketela mikroegituran. Tentsio positiboak edo negatibok erabiltzeak erabakigarria da prozesu honetan. Presio positiboek mikroegituraren zuloen diametroa aldatu dezake, negatiboek, aldiz, zuloak kolapsatu dezakete.

## **5.2 PZOm zuntzetan oinarritutako bio-sentsoreak**

Beirazko zuntz optiko mikroegituratuen kasuan, azken 20 urteetan sentsore mota ugari garatu dira, parametro fisiko ezberdinak neurtzeko, besteak beste, tenperatura, kurbadura, desplazamendua, bihurtura, presioa, errefrakzio indizea edo eremu elektromagnetikoa [11]. Polimerozko zuntzen kasuan, oso gutxi izan dira gaur egunerarte argitaratutako sentsoreak, eta gutxiago oraindik bio-sentsoreak Raman espektroskopia erabiliz. Mundu osoan ikerkuntza talde bi dabilta ikerkuntza ildo honetan lanean, baina oraindik ez dira emaitza esanguratsuak argitaratu. Beraz, esan dezakegu ez dagoela heldutasun maila egokirik lortu duen bio-sensorerik Raman espektroskopia eta PZOm zuntzak batera erabiliz, eta erronka handi bat da guk ildo horretan emaitza onak lortzea.

## 6 PROPOSATUTAKO IRTENBIDEAREN AUKERAKETA

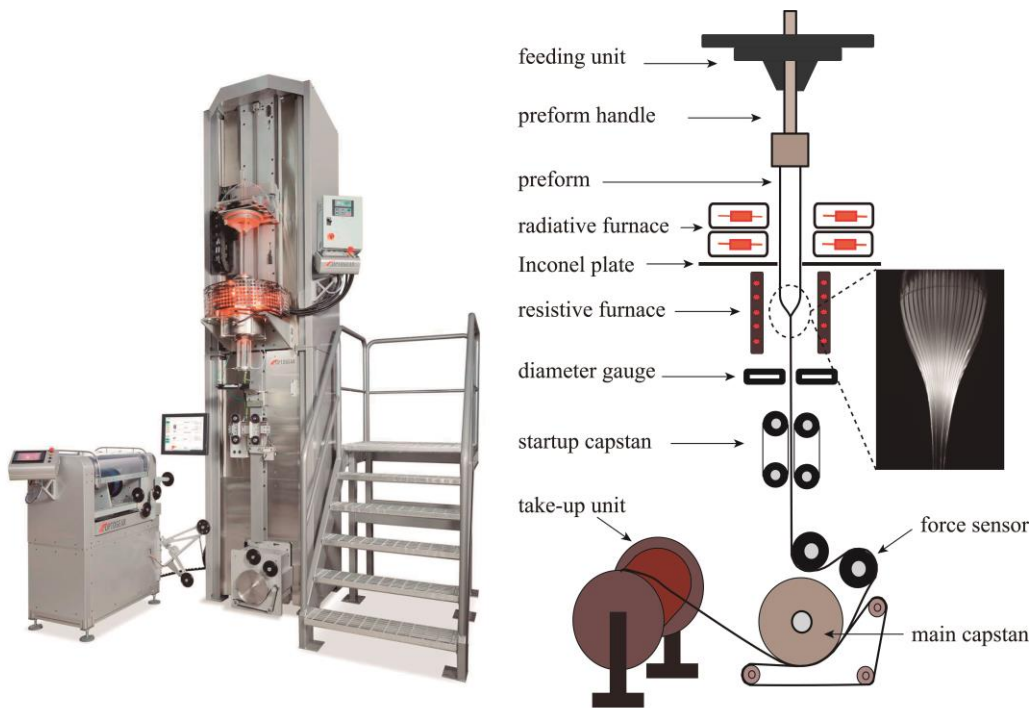
PZOm zuntzen fabrikazioari dagokionez, ondo definitutako prozesu bat aukeratu da aurreformaren sorkuntzarako, eta baita aurreformaren berotze eta tenkaketa etapetarako. FAT/APG ikerkuntza taldean dagoen zuntz fabrikaziorako dorrea erabiliz, eta mekanizaziorako CNC tornu bat erabiliz, ia edozein geometriazko PZOm zuntzak egiteko aukera bermatzen da.

Fabrikazioari ekin aurretik, Photon Design simulazio softwarea erabiliz, PZOm zuntzen geometria ezberdinak modelatuko ditugu, helburu ditugun zuntzen propietate optikoak ezagutzeko, eta geometria hobetuak diseinatzeko.

Ondoren, aurreformaren sorkuntzari dagokionez, zulaketa teknika aukeratu dugu lan honetan. Horretarako, Elgoibarko IMH (Instituto de Maquina Herramienta) taldeko Fabrikazioaren Zentro Aurreratuarekin harremana daukagunez, bertan zulutzen ditugu aurreformak, eta lan honetan zulaketa parametroak ondo zehaztu nahi ditugunez, analisi sakon bat egingo dugu, lortutako zuloen kalitatearen adierazle diren parametro ezberdinak aztertuz, besteak beste, zilindrikotasuna, desbiderapena edo zimurtasuna.

Behin aurreforma egokiak eginda, berauen berotze eta tenkaketa etapak gauzatuko ditugu gure fabrikazio dorrea erabiliz. Kasu honetan, bi labe mota ditugu erabilgarri, labe erresistiboa eta labe infragorria, zuntzaren diseinuaren arabera moldatuko ditugunak. Tenkaketari dagokionez, fabrikazio dorreak dakarren diseinua erabiliko dugu, eta zuntz mikroegituratuen kasuan, presio sistema bat erabili dezakegu, aurreforman egindako zuloak kudeatzeko, komeni denean zuloak ixteko presio negatiboa egokituz, eta komeni denean presio positiboa egokituz, zuloak mantentzeko edo handitzeko. Irudia 6-1 irudian ikus dezakegu fabrikazio dorrea, berau osatzen duten unitateekin.

PZOm zuntzak fabrikatutakoan, karakterizazio zehatza gauzatuko dugu. Alde batetik, bereizmen handiko ekorketazko mikroskopio elektroniko SEM mikroskopia irudiak aterako ditugu, zuntzean lortutako egituren xehetasunak neurtu ahal izateko, eta potentziaren banaketa espaziala neurtuko dugu, simulazioan kalkulaturako emaitzekin bat datorren ala ez jakiteko.



Irudia 6-1. APG taldearen laborategiko zuntz tenkaketa dorrearen argazki bat, berau osatzen duten unitateen eskemarekin batera. Eskema ondoko irudian, zuntzaren estugunea ikus daiteke.

NH-PZOm zuntzak erabiliz glukosa sensore plataformaren diseinuari dagokionez, behin zuntzen transmisio ezaugarriak baieztatuta, Raman ekipamendua erabiliz, eta aurreko lanetan ikasitako teknikak baliatuz, sistema egokia garatuko dugu, zuntzaren nukleoan sartutako disoluzioak neurtuz. Horretarako, Irudia 6-2 irudian ikus daitekeen Renishaw inVia confocal Raman Mikroskopia bat erabiliko dugu, 785 nm-tan kitzikadura iturria duelarik.



Irudia 6-2. Laborategiko Raman ekiporenen muntaia.

## 7 METODOLOGIA

### 7.1 Egin beharreko ikerketa eginkizunak

Lan plana hiru ekintza nagusitan desberdindu da:

- a) Ikerkuntza: atal honetan polimerozko zuntz optiko mikroegituratuaren diseinu eta fabrikazioa dira helburu. Era berean, lortutako zuntzekin aplikazio zehatzak esperimentalki baieztatzea ere helburutzat hartzen da. Diseinuaren atalean, simulazio software pakete zehatzak erabiliko dira, geometria ezberdineko zuntzen transmisioa aztertzeko. Fabrikazio atalean, aukera ezberdinak aztertu ondoren, aurreformaren sorkuntzan zulaketa teknika aurreratuak aztertuko dira, analisi esperimentala gauzatuz eta teknika egokiena aukeratuz. Behin zuntz mikroegituratuak fabrikatuta, bakoitzaren karakterizazio optikoa gauzatuko da, aurreikusitako transmisioa bermatzen dutela frogatzeko. Nukleo hutsezko zuntzetan, aplikazio zehatzetarako garatuak izango direnez, esperimentalki frogatuko da Raman espektroskopia erabiliz detekzio sistema gisa azpiegitura bikaina izan daitezkeela.
- b) Berrikuntza: ikerkuntzatik eratorritako emaitzen prozesaketa eta etorkizuneko pausoak zehaztea duena helburu.
- c) Kudeaketa: lanaren garapen zuzena garantizatuko duena.

Ondoren, azalduriko ekintzak modu zehatzago batean azalduko dira:

#### 1. **Ataza: Proiektuaren kudeaketa eta koordinazioa**

Iraupen estimatua: proiektuak diharduen iraupen osoa

Mugarria: lanaren zuzendariak ikasleari beharrezko azpiegitura eta materialaren horniketa bermatuko du. Gainera, proiektuaren lan-plana diseinatuko da bertan mugarriak, jarraipen batzarrak eta kontrol eta jarraipenerako egokiak diren beste metodo batzuk zehaztuko dira.

## 2. Ataza: Bibliografia irakurketa

Iraupen estimatua: 2 hilabete

Mugarria: hasiera-puntu gisara, saiakera berezia egingo da lanaren helburuak lortzeko beharrezkoak izango diren jakintza lortzeko. Helburua betetzeko, oinarritzko bibliografia eskuratzeko beharrezkoa izango argitaratu berri diren eta egungo egoera definitzen duten artikuluko zientifikoekin batera.

**3. Ataza: Polimerozko zuntz optiko mikroegituratuen propietate optikoen simulazioa. Lan onetan, software komertzial egoki bat aukeratuko da, eta zuntz mikroegituratuen geometria ezberdinetarako, transmisio ezaugarriak aztertuko dira. Zehazki, potentziaren banaketa espaziala edo eremu hurbilaren simulazioak gauzatuko dira. Horrela, modu bakarreko eta modu gutxiko transmisiozko zuntzak fabrikatzea izango da helburuetako bat. Baita ere, Raman espektroskopiako aplikaziotan erabiltzeko, nukleo hutsezko zuntzak simulatu dira, zuntzaren nukleoan disoluzio ezberdinak frogatuz.**

Iraupen estimatua: 3 aste

Mugarria: proposaturiko hainbat diseinu teoriko aztertzea, modu bakarreko edota modu gutxiko transmisioak bermatzeko. Zuntz mota hauen argi-gidaketa fenomenoetako bat band-gap fenomeno da, nukleo hutsezko zuntzetan argiaren transmisioa ahalbidetzen duelarik. Nukleo hutsezko zuntz optiko mikroegituratuen diseinuak espektroaren ikuskorrean eta infragorri hurbileko uhinak gidatu beharko ditu, 780nm baino uhin luzera baino handiagoak; uhin luzera hau izango baita Raman seinalea eskuratzeko erabiliko dena lagina erasotzeko.

*3.1 ataza:* Modu bakarreko eta modu gutxiko transmisioa bermatzen duten PZOm zuntzen geometria ezberdinak simulatzea. Zuntz hauen artean, nukleo hutseko edo NH-PZOm zuntzak ere simulatu beharko dira, aplikazioen helburuen artean Raman espektroskopiarako baliagarriak diren PZOm zuntzak lortu nahi ditugulako. Kasu honetan, helburua zein den kontutan izanda, bi egoera aurreikusi beharko dira, bata zuntzaren nukleoa hutsik

dagoenean, hots, airez beteta, eta bestea, nukleoa disoluzio batekin beteta dagoenean, disoluzioan egongo baita detektatu nahiko den molekula.

#### **4. Ataza: PZOm zuntzen aurreformaren sorkuntza. Zulaketa prozesuaren analisi experimental sakona.**

Mugarria: polimerozko PZOm zuntzen fabrikazio prozesuan bi etapa nagusietatik (aurreformaren sorkuntza eta aurreformaren tenkaketa), ataza honetan geometria konplexua duten aurreformen sorkuntza aztertzen da. CNC dorre bat daukagunez, zulaketa teknika erabiliz, analisi sakon bat egingo dugu, bi helbururekin: alde batetik, kalitate altuko aurreforma zulatuak lotzeko, eta beste alde batetik, geometria batzuek zulo asko dituztenez (50 eta 100 tartean), berauek lortzeko denbora zati handi batean murrizteko. Analisi honetan, nazioarteko protokolo estandarrak jarraituz (Mitutoyo), kalitate parametroak aztertuko dira, beste batzuen artean, zuloen zirkularitatea, perpendikularitatea, edota zuloen azalaren zimurtasuna.

Iraupen estimatua: 2 hilabete

*4.1 Ataza:* Aurreformaren fabrikazio teknika ezberdinen artean, zulaketa aukeratu dugunez, zulaketa parametroak PMMA polimerora egokitu eta analisi experimental bat gauzatuko da, mota ezberdinetako barautsak erabiliz. Hauen artean, estandarrak diren hozte-kanalik gabeko altzairuzko barautsak, barnealdean hozte-kanal borobilak dituzten karburozko barautsak eta ertz bakarreko barautsak, V itxurazko hozte-kanala daukatenak erabiliko dira, lortutako emaitzak konparatuz.

*4.2 Ataza:* Aurreformak sortu ondoren, egindako zuloen analisi kualitatibo eta kuantitatibo bat gauzatuko da. Lortutako zuloen kalitatea, parametro ezberdinen bitartez neurtuko da, analisi estatistiko bat eginez. Analisi hauetan, 3 adierazle aukeratuko dira: zuloen zirkularitatea, aurreformaren ardatzarekiko perpendikularitatea eta zuloen azalaren zimurtasuna.

#### **5. Ataza: PZOm zuntzaren tenkaketa, diseinu eta tamaina egokiko zuntza fabrikatuz.**

Iraupena: 6 aste

Mugarria: Simulazioetan egokitzen onartu diren geometrietan oinarrituta egindako aurreforma zuloetatik abiatuz, zuntz tentaketa dorrea erabiliko dugu aurreformak era egokian berotzeko, eta etapa bakarreko edo bi etapako prozesua erabiliz, helburu den PZOm zuntzak fabrikatuko ditugu. Alde batetik, berotze eskema egokia aukeratu beharko da, laba infragorriak eta erresistiboak erabiliz, eta jarraian, aurreformaren tenkaketa gauzatu. Bigarren etapa honetan, aire-presioa egokitu beharko dugu, zuloen tamaina kontrolatzeko, eta tentsio maila ere aukeratu beharko da, PZOm zuntzaren tamaina kontrolatuz.

*5.1 ataza:* PMMA aurreforma zuloentzako berotze eskema aproposa zehaztu, labe infragorria eta labe erresistiboa erabiliz. Horretarako, termopare egokiak erabiliz, temperatura kontrolatuko dugu aurreformen puntu ezberdinetan. Prozesu hau ondo kontrolatzea ezinbestekoa da, ondoren datorren tenkaketa prozesuan lortutako zuntzak aurreformaren geometria berbera mantendu nahi izanez gero.

*5.2 ataza:* Aurreko atalean aukeratutako berotze eskema erabiliz, aurreformak zuntzera tenkatu, tamaina egokiko PZOm zuntza lortu arte. Etapa honetan, aurreformaren zuloetan aire-presio negatibo edo positiboa sar dezakegu, zuloen handitze edo txikitze prozesua kontrolatzeko.

## **6. Ataza: fabrikatutako PZOm zuntzen karakterizazio optikoa.**

Iraupena: 3 aste

Mugarria: Fabrikazio teknika honen bitartez lortutako PZOm zuntzak karakterizatuko ditugu, berauen propietate optikoak neurtuz. Simulazioen bitartez 2. atazan teorikoki lortu ditugun emaitzak neurketa esperimentalekin baieztatuko ditugu. Horretarako, lortutako PZOm zuntz ezberdinen ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) bereizmen handiko irudiak aterako ditugu, eta potentziaren banaketa espaziala neurtuko dugu.

*6.1 ataza:* Gure tenkaketa dorrean fabrikatutako PZOm zuntz ezberdinen propietate optikoen neurketa eta interpretazioa. PZOm bakoitzeko, potentziaren banaketa espaziala eta transmisioaren espektro leihoa neurtuko ditugu. Potentziaren banaketa angeluarra ere neurtzea aztertuko da, kasu batzuetan.

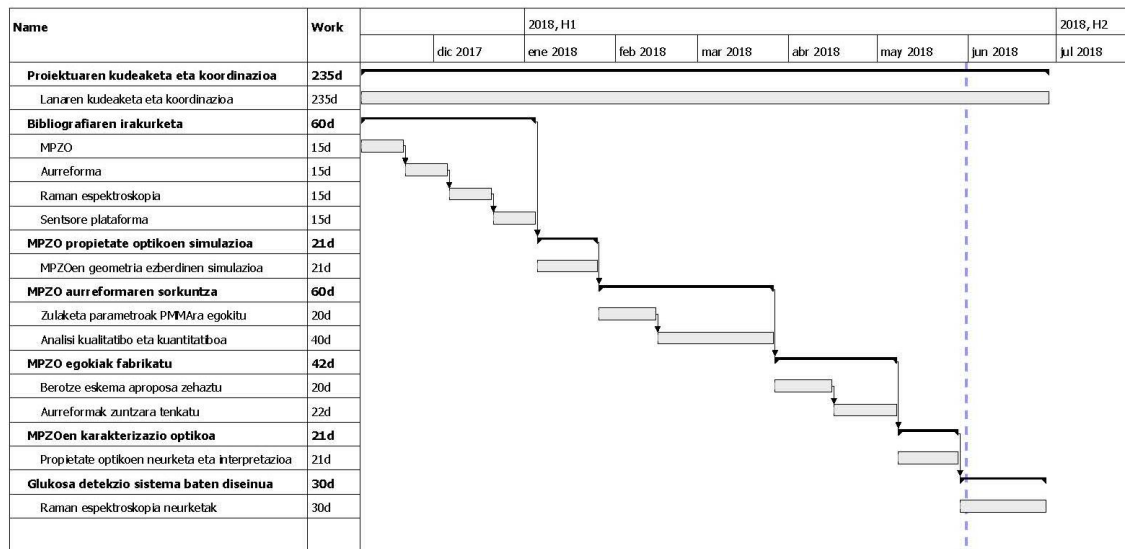
**7. Ataza: fabrikatutako NH-PZOm zuntzekin aplikazio zehatza: Raman espektroskopia eta NH-PZOm zuntzak bateratuz, glukosa detekzio sistema bat diseinatzea.**

Iraupena: 5 aste

Mugarria: Gure tenkaketa dorrean fabrikatutako NH-PZOm zuntzak erabiliz, eta Raman espektroskopia ekipo bat erabiliz, aplikazio zehatz bat garatu nahi dugu: glukosa sentzore bat. Zehazki, NH-PZOm zuntzak erabiliz, beronen nukleoan glukosa uretan disolbatuz, posiblea da Raman espektroskopia erabiliz glukosa detektatzea, argia nukleo barrutik transmititzen delako nagusiki. Neurketa esperimentalak gauzatuko ditugu, emaitzak aztertuz.

7.1 ataza: NH-PZOm zuntzen nukleoan glukosa disoluzioa sartuz, Raman espektroskopia neurketak egin, glukosaren detekzioa aztertuz. Teknika egokiak definitu behar dira, kapilaritatez zuntzaren nukleoa disoluzioarekin betetzeko, nukleoaren inguruko zuloak airez beteta mantenduz.

**7.2 GANTT Diagrama**



Irudia 7-1. Gantt Diagrama



## 8 EMAITZEN DESKRIBAPENA

Proiektu honetan jorrotutako atazak eta lortutako emaitzak ondorengoko ataletan aurkeztuko dira.

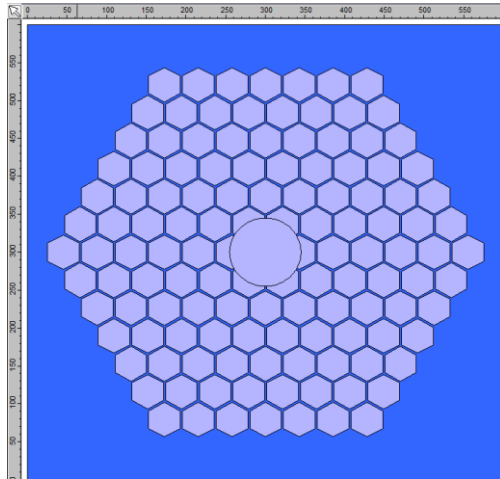
### 8.1 PZOm zuntz ezberdinen propietate optikoen simulazioa

PZOm zuntz ezberdinetan argiaren transmisioa bermatzeko, edozein zuntz fabrikatu aurretik, geometria eta tamaina ezberdinetako zuntzen simulazioak garatu ditugu, parametro egokienak aukeratzeko asmoarekin. Horretarako, Photon Design® software komertziala erabili dugu, zuntz mikroegituratuetarako egokia delako eta FAT/APG taldeak lizentzia bat erosita daukalako. Software honen bitartez, Fimmwave modulua erabiliz, aukeratutako geometrian gidatuko diren moduak ebatzen dira, errefrakzio indizeak aldatu daitezkeelarik. PZOm zuntzetan transmisio mekanismoetako bat band-gap efektua denez, eta kasu honetan zuntzaren geometriak baldintzatzen duenez argiaren transmisioa, zuntz ezberdinen geometriak aukeratu beharko dira fabrikatu aurretik. Hala ere, argitu beharra dago aurreformak daukan geometria zulatua eta tenkaketa prozesuaren ondorioz lortutako zuntzaren geometriak ez direla %100 berdinak, besteak beste, tentaketa etapan airez osatutako zuloak deformatu egiten direlako [12]. Beraz, simulazio hauek hurbilketa bat bezala hartuko ditugu, jakinda lortutako zuntzaren geometriak aldaketa bat izango duela.

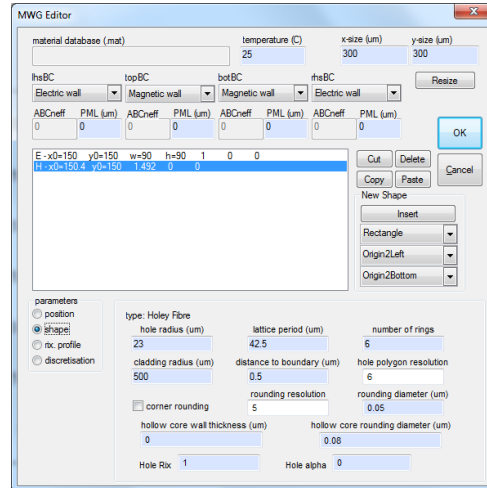
#### 8.1.1 Nukleo hutsezko PZOm zuntzak

Lan honetan fabrikatutako PZOm zuntzekin plataforma sentzore bat garatu nahi dugunez, baldintza bat izango da zuntzaren nukleoan aire edo disoluzio bat egotea, beraz aztertuko ditugun geometrietan, zuntzaren erdian airezko kanal bat egongo da, eta beraz inguratzen, diametro txikiagoko zuloak, geometria hexagonaleko eraztunak irudikatuz. Geometria hauetan, eraztunak osatzen dituzten zuloen diametroak eta zuloen hauen arteko distantziak definitzen dute argiaren gidapena [13]. Zuloen antolaketa eta tamaina ugarirekin saiatu ondoren, atal honetan aurkezten ditugun emaitzetan honako geometria aukeratu da: 46 mikrako diametroa duen erdiko zulo bat, 5 eraztun hexagonalek inguratzen dutelarik. Eraztunen zuloen diametroa 15 mikra dira. Egitura honek abantaila bi ditu: alde batetik, aproposa da zulaketa teknikaren bitartez aurreforma gauzatzeko, eta bestetik, argiaren

gidapena bermatzen du TIR (Barne Islapen Osoa) mekanismoaren bitartez, nukleoa disoluzio batekin beteta dagoenean, beti ere disoluzioaren errefrakzio indizea ( $RI \approx 1.33$ ) airearena baino nabarmen altuago bada ( $RI \approx 1$ ). Aukeratutako geometria Irudia 8-1(a) irudian ikus daiteke, geometria eratzen duten parametro esanguratsuekin batera (Irudia 8-1(b)). Kasu guztietan, kitzikadura laserra 785 nm-takoa da.



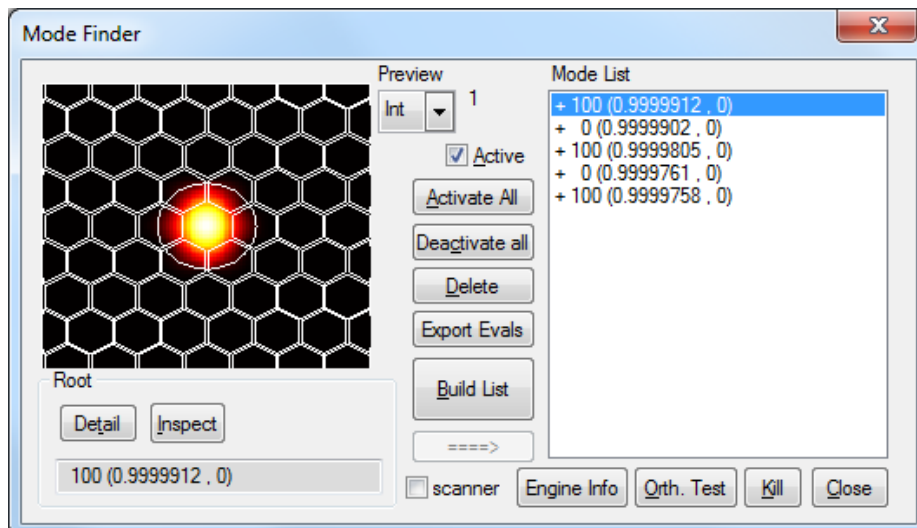
(a)



(b)

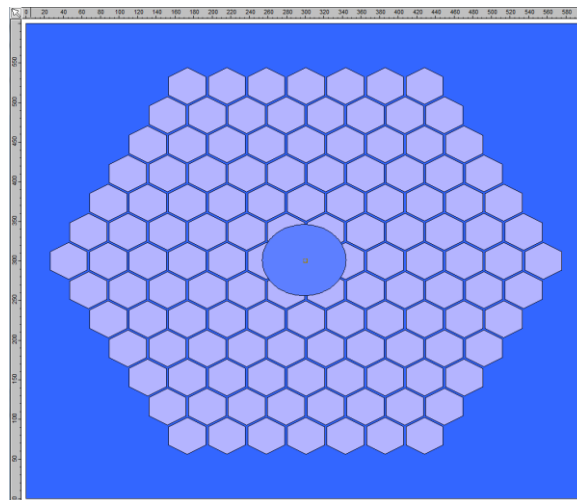
Irudia 8-1. (a) Simulatutako NH-PZOm zuntzaren geometria. (b) Simulazioan erabilitako parametron esanguratsuenak

Simulazioen emaitzei dagokienez, Irudia 8-2 irudian ikus daiteke gidatutako moduen potentziaren banaketa espaziala, nukleoa airez beteta dagoenean. Estalkia osatzen duten zuloei forma hexagonalak esleitu diegu, kontutan izan dugulako fabrikazio prozesuan ikasitako esperientzia: tenkaketa etapan, aire proportzio altua duten aurreformetan, zuloen itxura aldatu egiten da, forma zirkular batetik hexagonal batera aldatzen delarik. Aurrerago aurkeztuko ditugun ekorketazko mikroskopia elektroniko (SEM) irudietan argi ikusi ahal izango da fenomeno hau.



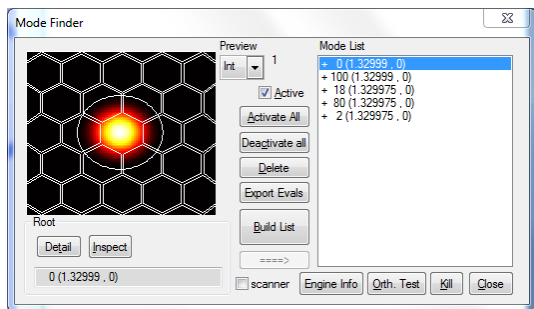
Irudia 8-2. Gidatutako moduak, kitzikadura laserra 785 nm-koa denean eta nukleoa airez beteta dagoenean.

Guk garatu nahi dugun sentzore aplikazioaren kasuan, nukleoan disoluzio egokia sartu behar da, eta bermatu egin behar da argia gidatu egiten dela zuntz mota hauetan. Kasu honetan, gidapen mekanismoa Barne Islapen Osoa da, estalkiaren errefrakzio indizea nukleoarena baino nabarmen baxuagoa delako. Geometria Irudia 8-3 irudian ikus dezakegu:

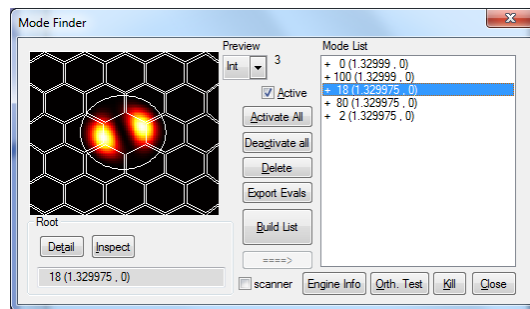


Irudia 8-3. (a) Simulatutako NH-PZOm zuntzaren geometria, nukleoan errefrakzio indizea 1,33 delarik.

Emaitzei dagokienez, espero genuen bezala, argiaren gidapena bermatzen da, Irudia 8-4 irudian ikus daitekeen bezala. Gainera, oinarrizkoa moduz aparte, bigarren mailako moduak ere gidatzen dira (Irudia 8-4(b) irudia).



(a)



(b)

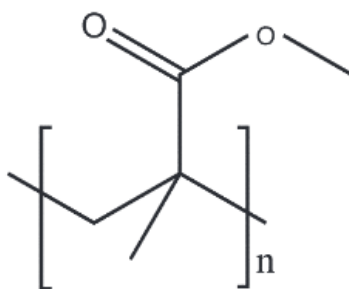
Irudia 8-4. Gidatutako moduak, kitzikadura laserra 785 nm-koa denean eta nukleoa disoluzio batekin dagoenean. (a) oinarritzkoa modua. (b) bigarren ordenako moduak.

Atal hau bukatzeko, aipatu beharra dago lortutako emaitza teoriko hauek ezinbestekoa den zuhurtziarekin interpretatu behar direla, lortutako zuntzen geometria eta simulazioetan erabilitakoen geometria ez bait dira %100 berdinak. Ulegarria denez, fabrikazio prozesuan aurreforman sortutako geometria maila batean desitxuratu edo deformatu egiten delako.

## 8.2 PZOm aurreformen sorkuntza

### 8.2.1 Materialaren aukeraketa

Polimeroaren hautaketa alderdi garrantzitsua da plastikozko zuntz optikoen fabrikazioan. Metilozko polimetilmetakrilatoa (PMMA) gehien erabilitako polimeroa da bere propietate optiko paregabeak direla eta; hala ere, beste motatako polimeroak erabiltzen dira adibidez: polikarbonatoa (PC), egonkortasun termiko handia behar duten aplikazioetan, edo poliestireno (PS) [14]. PMMA akrilikoaren familiakoa da eta bere egitura kimikoa Irudia 8-5 irudian ikus daiteke. Merkatuan Plexiglass, Lucite, Oroglas edo Acrylite bezala ezagutzen da. Azken hori Evonik Cyroko marka komertziala da 1976. urtetik eta gure fabrikazio dorrean erabiliko dena [15]. Taktikotasuna, polimeroen kimika arloan, zintzilikatutako taldearen posizioa katea nagusian zehar adierazten du. Egitura bat isotaktikoa izango da ordezkatzaille guztiak lauaren alde berean daudenean. Egitura sindiotaktikoan, berriz, ordezkatzailleak txandaka kokaturik daude lauaren alde batera eta bestera. Ordezkatzailleak ausaz banatuta dauden egiturei sindiotaktiko deritze. Orokorrean, PMMA material ataktikoa da eta %75erainoko osagai sindiotaktikoa dauka [16].



Irudia 8-5. PMMA-ren egitura kimikoa.

Material polimerikoekin lotutako propietate mekanikoak bere pisu molekularren ondorio dira, eta beraz, parametro hori kontrolpean izatea oso garrantzitsua da. Polimeroa egokia dela zuntzaren berokuntza eta tenkaketa prozesuan zehar bermatu behar da.

Kasu gehienetan, polimero bat egokia da aplikazio zehatz baterako baldin eta pisu molekularra balio tarte batean badago. Pisu molekularren batezbesteko balioa formula honen bidez adieraz daiteke:

$$\bar{M} = \sum n_i M_i ,$$

$n_i$  polimerizazio gradu zehatza daukaten molekula kopurua adierazten du eta  $M_i$  dagokion pisu molekularra. Baina batez besteko desberdinak daude, eta horien artean erabilgarrienak bi dira: zenbakizko batez besteko pisu molekularra ( $M_n$ ) eta pisuzko batez besteko pisu molekularra ( $M_w$ ). Hortaz, aurreko formula geratzen da:

$$M_n = \sum n_x M_x ,$$

$$M_w = \sum w_x M_x .$$

Kalitate optikozko PMMAren, pisuzko batez besteko pisu molekularra balio tipikoak, nahiz eta polimerizazio prozesuaren araberakoak diren, 110,000g/mol baliotik hurbil daude.

Tenkaketa prozesuan eragina daukan beste parametro nagusi bat beira-trantsizio tenperatura da ( $T_g$ ). PMMAren kasuan, 105-120°C bitartean dabil [17].

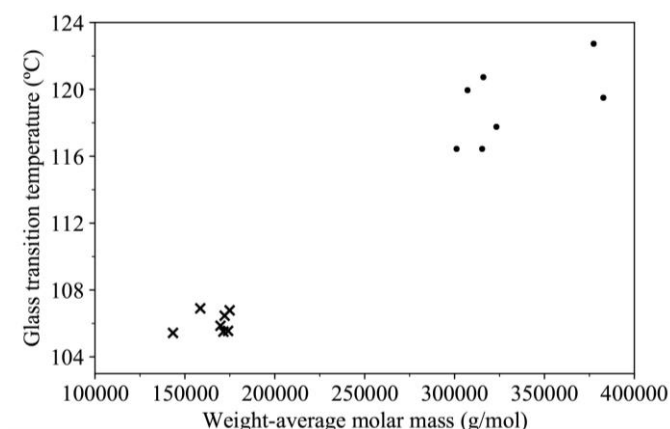
Metilozko polimetakrilatozko polimero komertzial (PMMA-XT) bat erabili da tenkatuko diren aurreformak egin ahal izateko. PMMA-XT polimeroa estrusio bidezko prozesu baten bidez sortzen da. Gardena eta koloregabea den material horretan, hurrengo ezaugarriak nabarmendu daitezke: haustura eta inpaktuekiko erresistentea da baita ingurumen-baldintza

eta zahartze prozesuarekiko. Azido eta baseekin disolbatzeko erresistentzia handia aurkezten du baina eskasa da ordea, disolbatzaile organikoekin nahastuz gero.

Lortutako PMMA aurreformek, erabilitako teknikaren arabera, batez besteko pisu molekular, polisakabanatze, elkartze-maila eta ezpurutasun balio ezberdinak dituzte [18]. Hori guztia kontuan hartu behar da, izan ere, aurreformaren biskositatea baldintzatzen du eta horren ondorioz, aurreformaren tentaketa ahalmena. Beira-trantsizio tenperatura ( $T_g$ ) eta pisuzko batez besteko pisu molekularren neurketa esperimentalak egin dira Evonik komertzializaturiko PMMA solidozko 14 aurreformetan horien egokitasuna bermatzeko.

Horretarako, hiru termoanalitika ezberdin erabili dira. Ekorketa kalorimetria diferentziala (DSC) polimeroek fase trantsizioak jasaten dituzten tenperaturak neurtzea baimentzen du, adibidez: beira-trantsizio tenperatura edo polimero kateak mugitzen diren tenperaturak. Gel-permeazio kromatografiak (GPC) erabilitako polimeroaren pisu molekularren banaketa azaltzen du, pisuzko batez besteko pisu molekularra kenduz. Termograbitmetriak laginaren masaren bariazioa neurtzen du denboraren edo tenperaturaren arabera, beraz, polimeroa degradatzen hazten den tenperaturari buruzko informazioa ematen du.

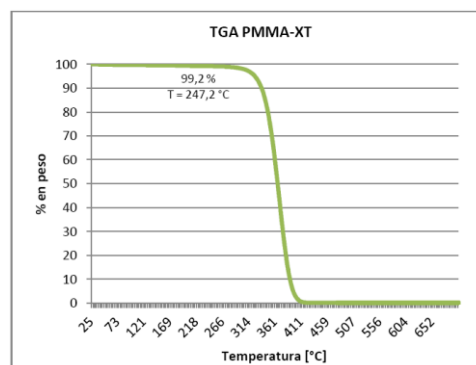
$T_g$  eta  $M_w$  dagozkien emaitzak Irudia 8-6 irudian ikus daitezke. Aztertutako zazpi aurreforma Plexigas GS zilindroak dira eta  $T_g$  eta  $M_w$  balio handiak dituzte. Bestalde, gainerako zazpi aurreformek, Plexigas XT osatuta,  $T_g$  eta  $M_w$  balio txikiagoak dituzte.



Irudia 8-6. Neurtutako 14 aurreformen  $T_g$  eta  $M_w$  balioak. Estrusio bidez egindakoak gurutze batekin irudikatzen dira, eta kasting bidez egindakoak borobilekin.

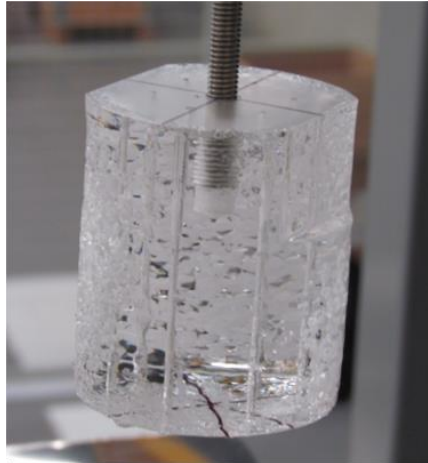
Estrusio prozesuaren bidez lortutako aurreformek  $T_g$  eta  $M_w$  balio txikiagoak dituztela baieztatu dezakegu neurketa esperimentalak aztertuz, hortaz, hautagai bikainak dira tentaketa prozesurako. Kateen luzerak materiala jariatzea tantaka erori gabe baimentzen du temperatura egokia denean. Aitzitik, colada teknikaren bidez lortutako aurreforma guztiak  $T_g$  eta  $M_w$  balio altuagoak dituzte. Egin honek polimeroa osatzen duten kateak luzeagoak direla adierazten du eta beraz, fluidotasuna eta tentaketa ahalmena mugatuz. Hori guztia dela eta, gure kasuan aurreforma mota hauek portaera desegokia dute diametroa konstante mantenduz eta bigunduz, materiala desegiten den arte gehiegizko temperaturagatik.

Polimeroa degradatzen hazten den temperaturari dagokion termograbitimetriaren emaitzak Irudia 8-7 irudian ikus daitezke.



Irudia 8-7. PMMA-XT aurreforma baten TGA neurketa.

Kontuan hartu behar den polimeroen propietate nagusi bat ur-xurgapen ahalmena da. Aurreformak suberatu behar dira tenkatu baino lehen, burbuilak ez agertzeko aurreforma tenkatzen ari denean [19]. Horretarako, polimero aurreformak labe batean mantendu behar dira 90°C-tan denbora luze zehar. Temperatura igoerak aurreformaren aldaketak eragiten duenez, aurreformen suberaketa zulaketa prozesua aurretik eta ondoren egin behar da. Hurrengo irudian ikus daiteke suberatu ez den aurreforma bat eta horren ondorioz, burbuilak sortu dira beroketa prozesuan labean sartuta zegoenean.



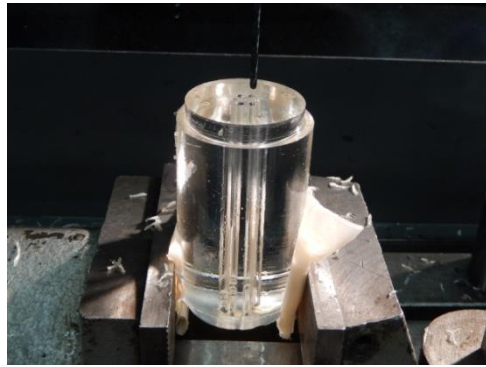
Irudia 8-8. Burbuilez betetako PMMA aurreforma baten argazkia, tenkaketa dorrean berotu ondoren. Burbuilek, aurreformaren suberatu ezegokia adierazten dute.

### **8.2.2 Zulaketa tekniken deskribapena eta analisia**

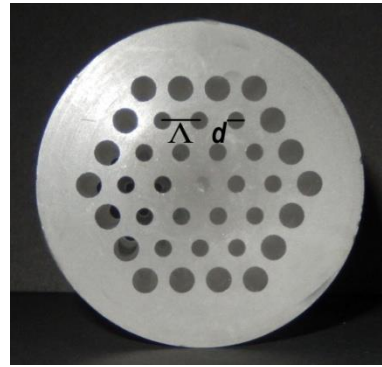
Zulaketa aurreformen egituren sorkuntzarako oso erabilia den metodoa da. Lehen kristal fotonikoa errefrakzio indize altua material dielektrikoazko kubo bat zulatuz eginda zegoen 1991. urtean [20]. Polimeroen kasuan, zulaketa gehien erabilitako eta arrakasta gehieneko metodo bezala nagusitu da polimero desberdinez osatutako aurreformen fabrikazioan.

CNC makina erabiltzen duen mekanizazioak geometria ezberdineko aurreformak fabrikatzea ahalbidetzen du, doitasun altuarekin, zuloen edo aire kanalen diametroa aldatuz, zuloen arteko tartea aldatuz ( $\Delta$ ) edota hauen antolaketa aurreforman. Irudia 8-9 irudian CNC bidezko mekanizazioa erabiliz sortutako aurreforma baten mekanizazioa azaltzen da.





(a)

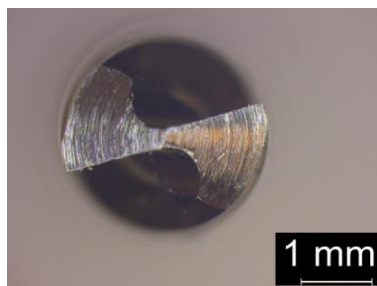


(b)

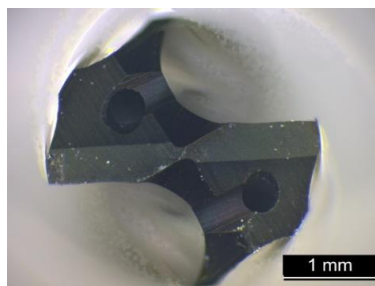
Irudia 8-9 (a) Aurreforma baten sorkuntza CNC tornua erabiliz. (b) Zulaketa ostean aurreforma baten argazki bat.

Lortu nahi den zuntzaren egituraren arabera, hasierako PMMA aurreformak zulo ugari eduki dezake, gutxieneko distantzia batez banatuta. Beraz, ez da harrizkeoa 60mm-ko diametroko aurreforma batean 60 edo 90 zulo izatea. Horrelako egiturak lortu ahal izateko milimetro gutxiko diametroa daukaten barautsak erabili behar dira. Zulaketa metodoaren muga erabilitako barautsen luzera maximoa da. Orain arte, teknika honen bidez lortutako aurreformaren luzera maximoa ez da 70mm baino handiagokoa 2mm-ko zuloentzat.

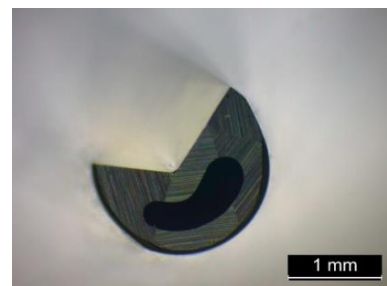
Master amaierako lan honetan, hiru mota ezberdineko barautsak erabili dira: abiadura handiko altzairuzko barautsa, karburozko barauts hoztua eta ertz bakarreko V forma daukan barautsa. Irudia 8-10 Irudian mota bakoitzeko barautsak azaltzen dira.



(a)



(b)



(c)

Irudia 8-10. Erabilitako 3 barauts motak:(a) abiadura handiko altzairuzko barautsa, (b) karburozko barauts hoztua eta (c) ezpain bakarreko V forma daukan barautsa.

Altzairuzko barauts batekin zulatzea ezpala formako espiralak sortzen ditu barautsaren artekatik irteten direnak. Ezpalek erremintaren eta polimeroaren arteko marruskadura

eragiten dute irteera bidean. Polimeroa arraspatzen da eta honek zimurtasun kalitatea kaltetzen du. Gainera, zulaketa mota honek desegin eta zuloak trangatzen dituen ezpalak sortzen ditu irudian ikusten den bezala. Hori dela eta, ziztadetan oinarritutako metodoa erabili da. Pauso bakoitzean, barautsak sakonera txiki bat zulatzen du (ebaketa txikiak landutako piezan), zulotik irteten da (behin eta berriz barautsa zulotik atera), azkeneko Z posiziora bueltatu eta zulotxo bat egiten du berriz ere ezpalik ez daudela ziurtatzeko. Metodo honen ondorio nagusia ikaragarri konplexua eta denbora ugari behar duen prozesu bat da aurreformen fabrikaziorako.

Eragozpen hau gainditzeko asmoarekin, zulaketa teknika hobetu daiteke hozteko gaitasuna daukaten karburozko barautsak erabiliz. Barauts hoztua zeharkatzen duten bi zuloetatik ateratzen da likidoak ebakidura puntua hozten du. Likidoa 40mBars inguruko presioarekin aplikatu behar da.

Arrazoi horregatik, 2mm-ko barautsak erabiltzea xahutu da eta analisisetan, 3mm-ko barautsak erabiliko dira. Kasu honetan, ziztadetan oinarritutako metodoa altzairuzko barautsekin erabiliko ez denez, barauts mota hauen erabilerak zuloen kalitatea hobetzen du baita zulaketan erabil beharreko denbora gutxitzen du ere. Hasieran, angelu helikoidal (barautsaren ardatzaren eta kanalaren norabidearen arteko angelua) handiarekin frogatu da baina helizeen inklinazio handiek, eta ondorioz, bira kopuru altuek, hozgarriaren atomizazioa eragiten dute. Angelu helikoidal txikiko hozgarria daukaten karburozko barautsak erabiliz arazo konpondu egin da.

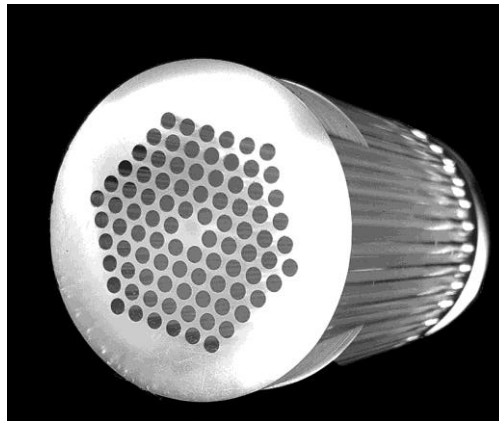
Erabilitako hirugarren barauts mota, ertz bakarreko barautsak, diseinu asimetrikoa dauka, V-itxurazko kanal bat daukalarik hondakinak ateratzeko (8-10 (c) irudia). Era berean, likido edo isurkari hozgarria erabiltzeko barne kanal bat ere badauka, eta teorikoki, egindako zuloen barne murrizadurari dagokionez, aurreko barautsek baino emaitza hobek eskaintzen ditu.

Gure saiakuntzetan lau barauts erabili dira, bakoitzaren ezaugarriak zulaketaren emaitzan daukan eragina aztertzeko helburuarekin:

- 3mm diametroko barauts estandarra, 30 balioko luzera-diametroa erlazioa daukana, hozgarririk gabekoa (aurrerantzean TD3).

- 3mm diametroko barnealdean hozte-kanal borobilak dituzten karburozko barautsa, 30 balioko luzera-diametroa erlazioa daukana (aurrerantzean CCD3).
- 2mm diametroko ertz bakarreko barautsa, 50 balioko luzera-diametroa erlazioa daukana (aurrerantzean SLD2).
- 3mm diametroko ertz bakarreko barautsa, 50 balioko luzera-diametroa erlazioa daukana (aurrerantzean SLD3).

Barauts bakoitzarekin 60mm diametroko PMMA solidozko 4 aurreformetan geometria berbera zulatu da: 5 eraztunez osatutako geometria berbera egin da, aurreforma bakoitzean 92 zulo eginez. Adibide gisa, 5 eraztuneko aurreforma bat Irudia 8-11 irudian erakusten da.



Irudia 8-11. 5 eraztunez osatutako aurreforma bat.

Parametro edo adierazle desberdinak aztertu daitezke zuloen kalitatea aztertzeko asmoarekin. Proiektu honetan, arreta lau parametroetan jarriko da: diametroaren errorea, zirkularitatea, zuloen ardatzarekiko perpendikularitatea eta zuloen azalaren zimurtasuna.

Diametroaren erroreak tamainaren aldakuntza adierazten du edo beste era batera esanda, neurtutako eta diseinatutako diametroaren arteko diferentzia da. Errorea positiboa bada materiala gehiegi moztu dela esan nahi du. Zirkularitateak formaren aldakuntza neurtzen du, zuloen itxurak elipse forma hartzen duen ala ez adieraziz. Zuloen ardatzarekiko perpendikularitateak, bere aldetik, zulo bakoitzak bere ardatzarekiko daukan desbideratzea adierazten du. Zuloen azalaren zimurtasunak azaleko profil baten ausazko eta errepikakorrak diren desbiderapenak adierazten ditu. Oso garrantzitsua da higadura,

korrosio, neke, zama-edukiera, bero transferentzia eta hainbeste faktoreen ikuspuntutik [20]. Zimurtasuna kuantifikatzeko, bi adierazle neurtu ditugu: Ra, neurketa atal bakoitzeko profil zimurraren gehieneko eta gutxieneko balio absolutuen arteko batazbesteko aritmetikoa. Argiago ulertzeko, laukizuzen baten altuera izango litzakeena, laukizuzenaren luzera neurtutako atalaren luzera balitz, eta laukizuzenaren azalera, neurtutako zimurtasunen azalera). Eta Rz, neurketa atal bakoitzeko 5 pikua altuenen eta 5 haran baxuenen arteko distantzien balio absolutuen batazbestekoa.

### 8.2.3 Zulaketa tekniken emaitza esperimentalak

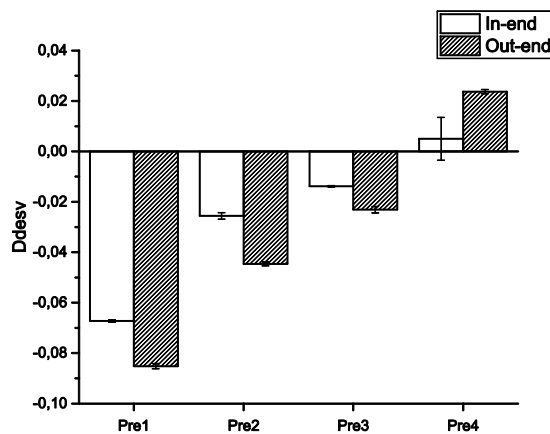
Ataza honetan, lau barauts bakoitzerako kalitate parametroen neurtutako balioak aurkezten dira. Diametroaren errorea, zirkularitatea eta aurreformaren ardatzarekiko perpendikularitatea nazioarteko protokolo estandarrak erabiliz (Mitutoyo) neurtu dira. Zuloen azalaren zimurtasunari buruzko neurketak gainazal-analizatzaile bat erabiliz egin dira eta zulo bakoitzean 4mm luzerak neurtu dira goiko eta beheko bukaeretan. Neurketa guztietan, hasierako 10mm (barauts pilotuak egina) ez dira kontuan hartu. Era honetan, zuloaren paretan neurtutako azalera zulakera sakonari dagokiola bermatzen da. Emaitzak aurkezterakoan, 4 aurreformen identifikazio eskema 8.1 taulan ikus daiteke:

8.1 taula. Aurreformen identifikazioa neurketa esperimentaletan

Izena	Mota	Luzera (mm)	Diametroa (mm)
Pre1	SLD2	110	2
Pre2	CCD3	93	3
Pre3	SLD3	175	3
Pre4	TD3	118	3

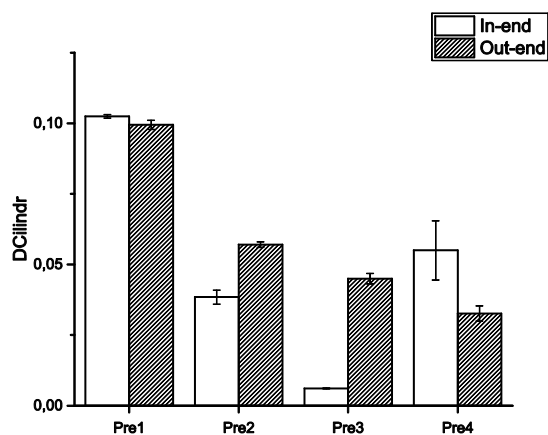
Diametroaren erroreari dagokienez, emaitzak Irudia 8-12 irudian ikus daitezke. Altzairuzko barautsen kasuan (TD3), errorea positiboa da, beraz, zuloaren diametroa barautsarena baino handiagoa da. Barnealdean hozte-kanal borobilak dituzten karburozko eta ertz bakarreko barautsak, ordean, neurtutako diametroa erabilitako barautsen baino txikiagoa da. Diferentzia hori zuloen paretak jasaten dituzten tenperaturen aldakuntzagatik gerta daiteke. Altzairuzko barautsetan pecking teknika erabiltzen da, aldizkako zulaketan oinarritzen dena, baina beste bi barautsen kasuan, hozte-kanalekoak eta ertz bakarrekoetan,

barautsen aitzinamendua jarraia da eta beraz, zuloen paraten tenperatura izugarri handitzen da. Zulaketaren ondorioz sortutako beroa plastikoa zabaltzea eta zuloen diametroa gutxitzea eragiten du. 2mm diametroko ertz bakarreko barautsen kasuan, diametroaren errorea besteen baino askoz ere handiagoa da. %4 balioak arte heldu dezake. Gainerakoetan, ordea, errorea 2% baino txikiagoa mantentzen da. 2mm diametroko barautsetan, hozte-kanalak 3mm diametroko barautsenak baino txikiagoak dira, eta beraz, zuloen barnealdeko tenperatura handiagoa da. Hala ere, zulo guztietan neurtutako erroreak aldakuntza minimoa aurkezten du. Uniformetasun honek zuloen diametroan, fabrikaturiko aurreformaren geometriari simetria proportzionatzen du, geroko tentaketa prozesuan eragin positiboa izango duelarik.



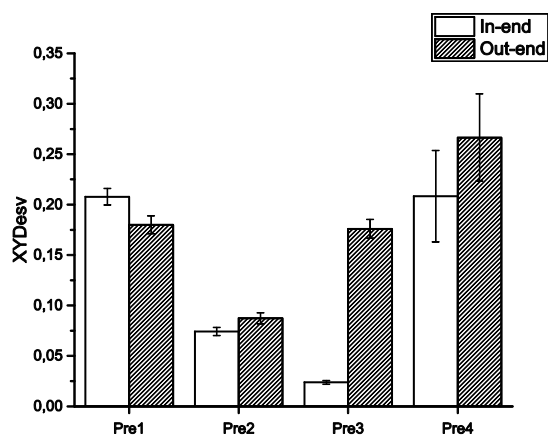
Irudia 8-12. Diametroaren errorearen emaitza esperimentalak

Zirkularitateari dagokionez, emaitzak Irudia 8-13 irudian aurkezten dira. Kasu honetan ere desbiderapen handiena 2mm diametroko barautsetan lortzen da. Zehazki %5 lortzen da, gainerako kasuetan baino handiagoa zalantzarik gabe sarreran baita irteeran ere. Beste kasuetan, balioak txikiagoak dira, %2 baino txikiagoak eta haien artean antzekoak. Orain ere, halakoa gertatzen da 2mm diametroko barautsetan izandako hozte eskasagatik 3mm diametrokoekin alderatuta. Diametroaren errorearen eta zirkularitatearen kasuan, irteeran lortutako neurketak latzak direla nabarmendu behar da sarreran egindakoekin konparatuta, barauts estandarrek salbu. Altzairuzko barautsak metal gogorrezkoenak baino ez hain zurrinak dira eta honek aurreformara akoplatzerakoan bibrazio gehiago eragiten ditu.



Irudia 8-13. Zirkularitatearen emaitza esperimentalak

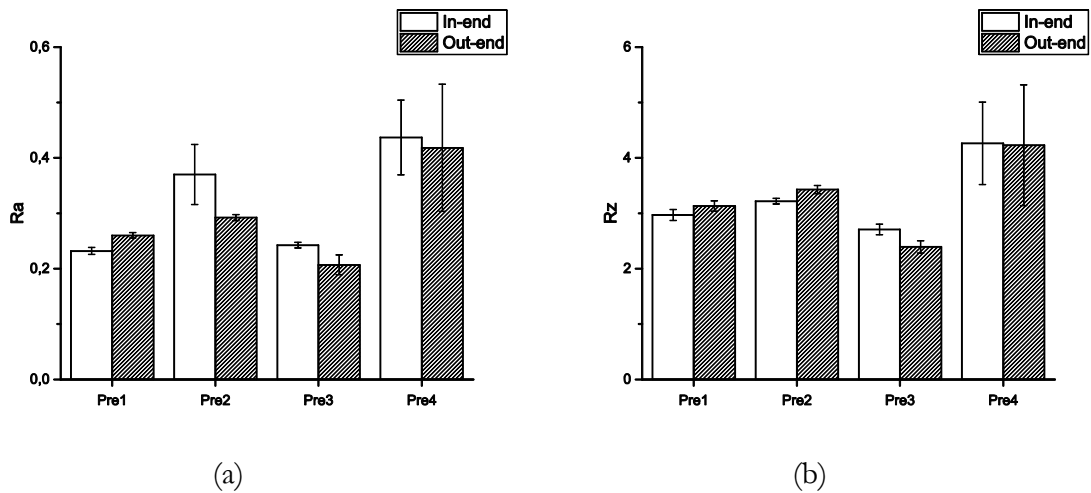
Neurtutako beste parametro bat aurreformaren ardatzarekiko perpendikularitatea da, elkar banatutako bi sekzioen arteko desbiderapena neurtzen duelarik. Emaitzak Irudia 8-14 irudian ikus daitezke. Adierazle honen kasuan, emaitza okerrenak altzairuzko barautsekin lortzen dira. Ertz bakarreko barautsetan, 50 balioko luzera-diametro ratioarekin, neurketak balio antzekoak dituzte eta beraz, 3mm diametroko barautsetan errorea txikiagoa dela adierazten du. Edonola, kualitatiboki emaitza onenak karburozko barauts hoztuekin lortu dira, adierazle hau 0,10 baliotik behera mantenduz zulo guztietan.



Irudia 8-14. Ardatzarekiko perpendikularitatearen emaitza esperimentalak

Zuloen paretan zimurtasunari dagokionez, emaitzak Irudia 8-15 irudian aurkezten dira. Bi adierazle neurtu ditugu, Ra eta Rz, beraien esanahia aurreko atalean azaldu delarik. Ra-ri

dagokionez, zimurtasunaren batzbestekoaren adierazle bezala erabiltzen dena, TD3 barauts estandarren kasuan lortzen dira emaitzarik eskasena. Emaitzarik onenak ertz-bakarreko barautsekin lortu dira, estandarren zimurtasunarekin konparatuz, neurtutako Ra balioak erdira jaitziz. Rz adierazleari erreparatuz, profilarren gora-behera esanguratsuenak isladatzen dituena, hemen ere barauts estandarrekin egindako zuloetan neurtu ditugu emaitzarik kaskarrenak. Kasu honetan, beste 3 barautsekin antzeko emaitzak lortu ditugu.



Irudia 8-15. Zimurtasun neurketetan lortutako balioak. (a) Ra adierazlea, (b) Rz adierazlea.

### 8.3 PZOm zuntzen tenkaketa

#### 8.3.1 Tenkaketa prozesuaren deskribapen orokorra

FAT/APG taldearen zuntz tenkaketaren dorrea, beronen unitateen eskema batekin batera Irudia 6-1 irudian ikus daiteke. Tenkaketa prozesua zuntz konbentzionaletan erabilitakoaren antzekoa da: labe barrukaldeko beroketa prozesuan zehar, pausoz-pausoko motor bat arduratzen da abiadura egoki batean aurreforma sartzeaz. Aurreformaren tenperatura beira-trantsizioa tenperaturaraino ( $T_g$ ) heldu behar da polimeroa tenkatu ahal izateko.

Berotutako aurreforma abiadura handiagoz tenkatzen denean, tenkaketa abiadura izenarekin ezagutzen dena ( $v_{draw}$ ), estugunea (neck down region) sortzen da. Estugune honek zera adierasten du: aurreformaren sekzioa non diametroaren aldaketa/murrizketa azkarra ematen da. Neck down estugunearen itxura eta luzeera oso garrantzitsuak dira PZOm zuntzen fabrikazio prozesuan, zuloen deformazioan eta diametroaren aldakuntzan

daukan eraginagatik. Egoera egonkorrean, masaren kontserbazioaren teoriak gobernatzen du zuntzaren bukaerako diametroa ( $D_f$ ), aurreforma labean sartzen den abiaduraren ( $v_{feed}$ ), aurreformaren diametroaren ( $D_0$ ) eta tenkaketa abiaduaren ( $v_{draw}$ ) arebera:

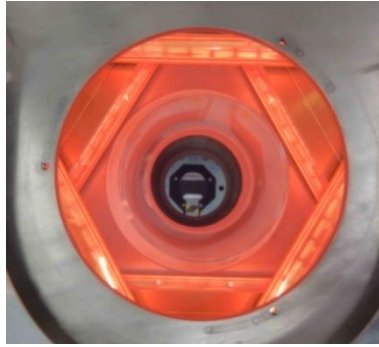
$$D_f = D_0 \sqrt{\frac{v_{feed}}{v_{draw}}}. \quad (1)$$

### 8.3.2 Labeen diseinua: berotze eskema

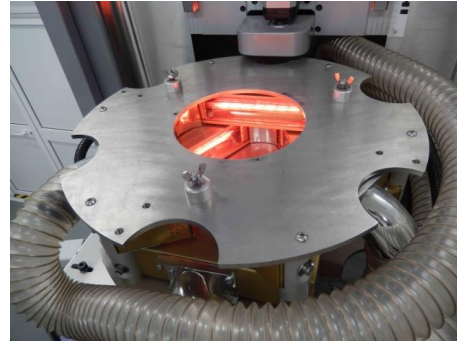
Aurreforma diseinatzerakoan, mikroegituraren deformazioa minimizatzeko faktore oso garrantzitsu bat tenperaturaren profilaren uniformetasuna lortzea da aurreformaren zeharkako ebakiduran. Nahiz eta polimerozko aurreformak berotzea kontzeptualki beirazko aurreformak berotzearen antzekoa izan, errealitatean egoera guztiz desberdina da materialen eta aurreformen ezaugarriengatik [21]. Hasteko, PZOm zuntzen fabrikaziorako erabilitako polimeroen eroankortasun termikoa oso eskasa da (PMMA-ren kasuan, magnitude-orden bat txikiagoa). Gainera, PZOm zuntzen kasuan aurreformaren tamaina handiagoa da. Beirazko aurreformen diametroa zentimetro ingurukoa da (2-3cm); PZOm zuntzen aurreforma primarioetan, ordea, 6-8 cm-koa da. Aparteko zailtasun bat polimerozko aurreformak diseinatzeko orduan egitura barnean aurkitzen den aire frakzio handia da. Arazo honi aurre egiteko bero transferentzia eroale eta erradiazio moduen interakzioan pentsatu behar da. Hortaz, labe zehatzaren diseinu eta jokaerak zuloaren deformazioan inpaktu handia daukate. Aurreforma bakoitzerako bero baldintza optimoak lortzeko, neurketa esperimentalak errepikatu behar izaten dira, helburua lortu arte.

Labearen eskema osoa bi atazetan banatzen da: airez hoztutako labe erradiatzaile infragorri bat hasierako beroketarako erabiliko dena eta labe erresistibo bat zuntzen tenkaketarako. Labe erradiatzailea bi altuera desberdinetan kokatutako sei lanpara infragorritz osatuta dago. Altuera bakoitzean hiru lanpara daude triangelu aldeakide bat osatuz eta bi triangeluak  $60^\circ$  elkar biratuta daude. Triangeluen barnean kokatutako beirazko zilindroak lanparak hozteko erabilitako aireaz babesten du. Labe erradiatzaileari dagokionez, berotzeko kablez biribildutako altzairu herdoilgaitzezko hodi batek osatzen du labea. Aurreformen tamaina handia dela eta, tenkaketa prozesua bi zatitan banatzen da: jatorrizko aurreformatik kanaberara tentaketa, eta kanaberatik zuntzera tentaketa. Inconeletzko xafla bat erabil daiteke labearen bi atazak banatzeko eta isolatzeko.



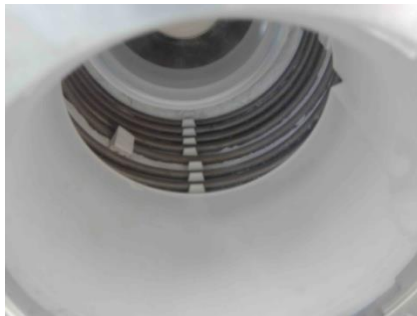


(a)



(b)

Irudia 8-16 Labe infragorria. (a) goitik ikusita. (b) aldamenetik ikusita.



(a)



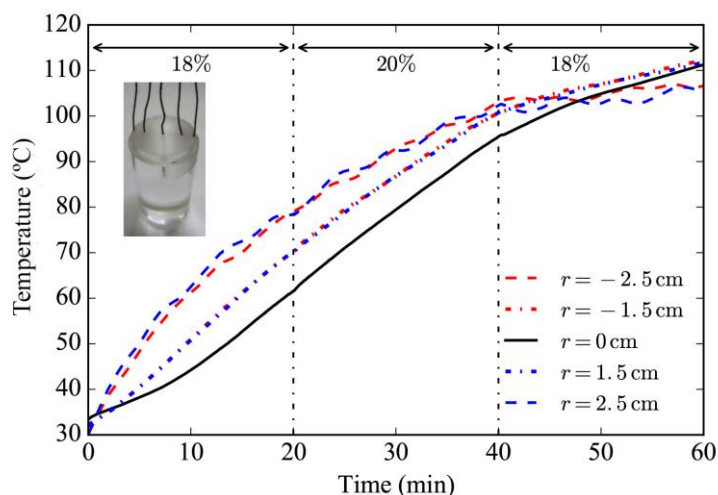
(b)

Irudia 8-17. Labe erresistiboa. (a) Labearen barnekaldea, erresistentzia ikusten delarik. (b) altzairuzko zilindroak, berotze luzera kontrolatzeko

### 8.3.3 Aurreformaren berotzea

Berotze prozesuaren lehen fasearen helburua aurreformaren tenperatura  $110^{\circ}\text{C}$  arte igotzea da, diseinu fasean egindako geometriak deformaziorik ez daukala bermatzeko. Etapa honetan, erronkarik nagusia beroketa uniformea lortzea da aurreforma luzearen zeharkako ebakiduran (gure kasuan, 60 mm diametroa jatorrizko aurreformetan).

Analizatu diren beroketa estrategia desberdinen artean, emaitza hoberenak pausokako eskemarekin lortu dira. PMMA solidozko aurreforma bat (60mm diametrokoa) erabili da neurketetan. Bost K-termopare posizio erradial ezberdinetan kokatu dira, aurreformaren goikaldetik 45mm-tara. Irudia 8-18 irudian termopareen kokapena ikusi daiteke, neurtutako emaitzekin batera.



Irudia 8-18. Tenperaturaren eboluzioa 60 mm-ko diametroa duen PMMA aurreforma bateko 5 posizio ezberdinetan ( $r = -2.5, -1.5, 0, 1.5, \text{ eta } 2.5$  mm).

Emaitzak ikusita, esan dezakegu tenperaturari dagokionez, aurreformaren puntu ezberdinetan lortutako homogeneitatea bikaina dela. Aurreformaren tenperaturaren banaketa erradialaren eboluzioa denboran zehar analizatzerakoan, prozesu fisikoa modu honetan azaldu behar da: hasierako faseetan, aurreformaren azalera oso azkar berotzen da. Polimeroaren eroankortasun termiko eskasa dela eta, aurreformaren eskualde zentrala berotzeko denbora luzea itxaron behar da. Hori dela eta, azalaren tenperaturaren gehikuntzarik nabarmena hasierako faseetan izaten da (labearen tenperaturaren ezartzearen lehenengo erdian : 0-20min, labearen potentzia maximoaren %18-ra ezarrita). Ondoren (ezartze-prozesuaren bigarren zatian, 20-40 min, labearen potentzia %20-ra ezarrita), labearen potentzia hasierako %18-ko baliora gutxitu behar da azalera gainberotzeaz babesteko eta aurreformaren erdialdea azalera tenperatura berdintzeko. Tenperaturaren profilaren uniformitate erradiala modu honetan definitu daiteke:

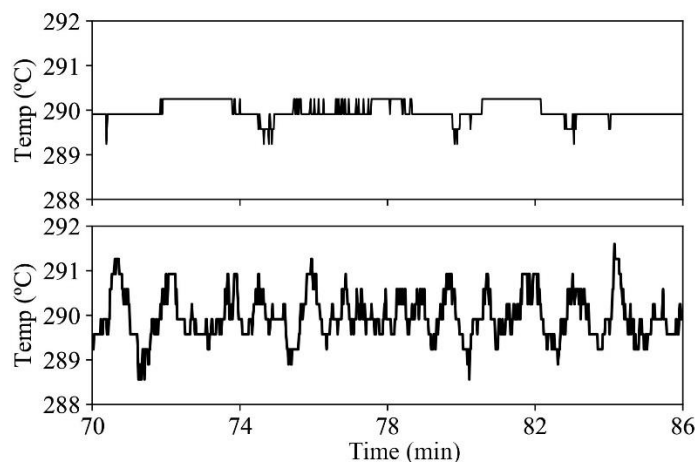
$$\Delta T = \left( \frac{T_{\max} - T_c}{T_c} \right) \times 100,$$

non  $T_{\max}$  aldagaiak aurreformaren tenperatura maximoa adierazten du momentu zehatz batean, eta  $T_c$  aldagaiak aurreformaren erdialdearen tenperatura momentu berean. Uniformetasun maximoa step-down fasean lortzen da. Ondorioz, esan dezakegu pausokako eskema hau egokia dela ezinbesteko den tenperaturaren uniformetasuna bermatzeko.

### 8.3.4 Aurreformaren tenkaketa prozesua

Aurreforma aurreberotzearen ostean, tenkaketa fasea hasteko ordua da. Fase honetan labearen atalak banatzeko asmoarekin Inconel xafla erabiltzearen premia azpimarratu behar da labe erresistiboaren eragiketa independentea eta egonkorra bermatzeko.

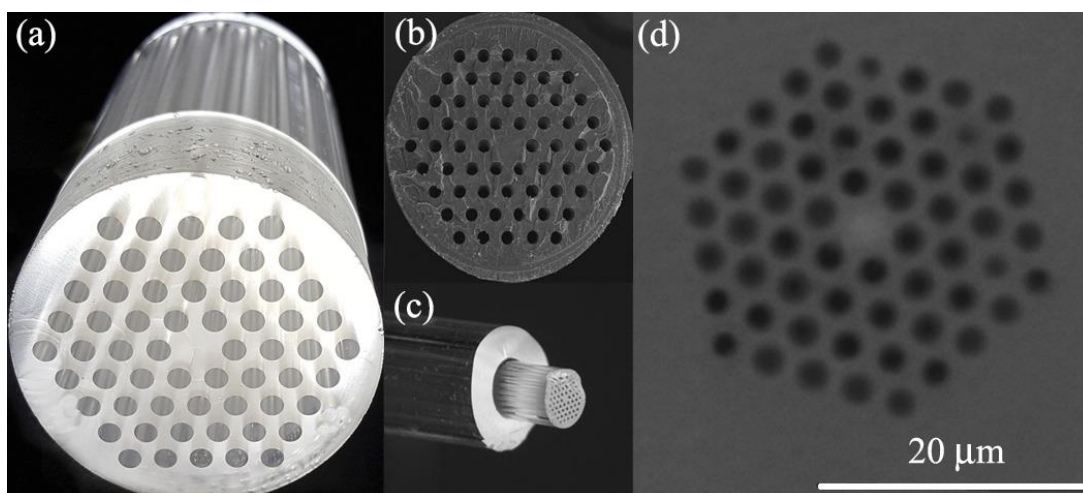
Irudia 8-19 irudian labe erresistiboaren tenperaturaren eboluzioa ikusi daiteke Inconel xaflaren eragina kontuan hartuz. Inconel xafla jartzerakoan, tenperatura konstantea dela esan daiteke, gehienezko 0,2°C desbiderapenarekin.



Irudia 8-19. Tenkaketa gunean neurtutako tenperatura. (a) Inconel xaflarekin eta (b) Inconel xafla gabe.

Bi etapako tenkaketa prozesuan, jatorrizko aurreforma zuzenean PZOm zuntzera tenkatu beharrean, 6 mm inguruko diametroa duen kanabera edo bitarteko aurreforma batera tenkatzen da. Prozesua bi atal desberdinetan banatzeak zuntzaren diametroa kontrolpean izatea baimentzen du, izan ere, tenkaketa abiadura handiek eragin kaltegarriak dituzte zuntzaren diametroaren egonkortasunean (aurreforma primarioa zuzenki zuntza bihurtuko balitz  $v_{\text{draw}}/v_{\text{feed}}$  3600-90000 ratioa ingurukoa izango zen). Zenbait PZOm zuntzen diseinuan kanabera PMMA-zko edo PC-zko tutu zilindriko batekin estaltzea komeni da, bukaerako PZOm zuntzean zuloen eta nukleoaren dimentsioetan balio zehatzak lortu ahal izateko. Bitarteko estaldura prozesuan, mikroegituratutako kanabera polimerozko tutu batean estuki murgiltzen da, azken honen diametroa kanaberarena baino pixkat handiagoa delarik. Gero haien artean sortutako aire hutsunea huts konprimatuko konpresore sistema batera konektatzen da, kanabera eta tutuaren artean dagoen airea zurgatuz. Ondorioz, tutua eta kanabera bateratu eta integratu egiten dira, zilindro bakarrean bihurtuz. Tenkaketaren

bigarren fasean, bitarteko aurreforma hau bukaerako PZOm zuntzera tenkatzen da, lortutako zuntzak hasieran diseinatutako mikroegitura aurkeztuz, zuloen diametro eta banaketa egokiarekin. Adibide bezala, bi etapako tenkaketa prozesuko atal bakoitzean lortutako emaitzak Irudia 8-20 irudian aurkezten dira.



Irudia 8-20. Fabrikazio prozesuan jarraitutako etapak: (a) 60 mm-ko diametroa duen aurreformatik (d) PZOm zuntzera. (b) 6 mm-ko diametroa duen kanabera. (c) Bitarteko aurreforma, PMMA zilindro batez inguratu ostean.

#### 8.4 Fabrikatutako PZOm zuntzen karakterizazioa

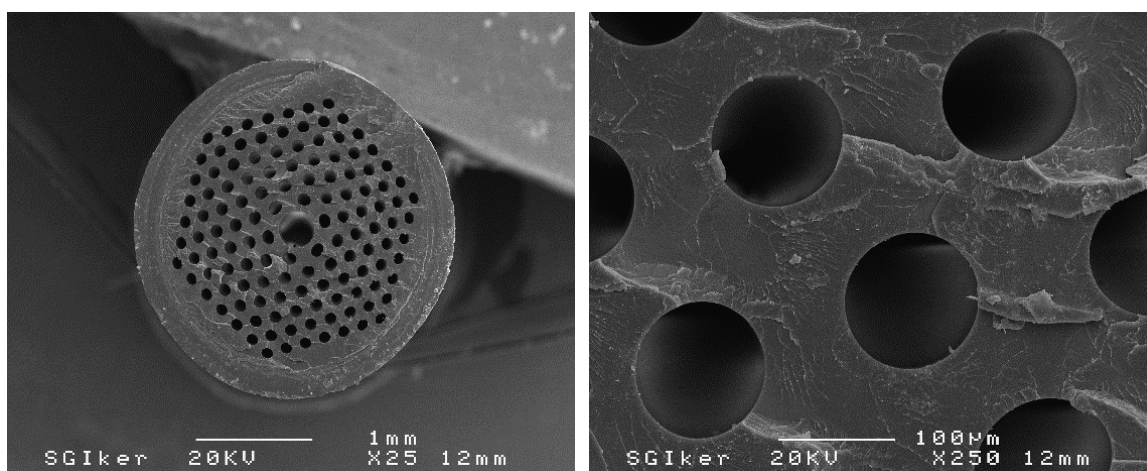
Atal honetan, aurreko ataletan deskribatutako pausoak jarraituz diseinatu eta fabrikatu ditugun nukleo hutsezko PZOm zuntzak karakterizatuko ditugu. Zuntzen diametroak 100 mikra eta 1 mm bitartekoak direnez, geometria eta diseinuen arabera, mikroegiturak xehetasun onarekin aztertu ahal izateko, bereizmen handiko ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopio irudiak atera ditugu, EHU-ren SGIker zerbitzua erabiliz. Irudi hauekin, egituren zuloen diametroak, zuloen arteko distantziak eta zuloen arteko zubiak neurtu ahal izango ditugu.

Beste alde batetik, NH-PZOm zuntzen ezaugarri optikoak neurtzeko, potentziaren banaketa espaziala neurtuko dugu, eta bermatu egingo dugu 785 nm-tan argia gidatzeko gaitasuna daukatela, gero glukosaren sentzore plataforma gisa erabili daitekeela baieztatuz. Neurketa hauetarako Hammamatsu LEPAS-12 NF gailua erabiliko dugu.

### 8.4.1 SEM irudiak

Bereizmen handiko ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopia irudiak ateratzeko, EHU-ren SGIker zerbitzuak Mikroskopia Elektronikoa eta Materialen Mikroanalisisa unitateaz baliatu gara. Bertara eramán ditugu fabrikatutako NH-PZOm zuntz lagin ezberdinak, eta magnifikazio ezberdinetako irudiak etera dizkigute, mikroegiturak xehetasun handiarekin ikus daitezén.

Alde batetik, bitarteko aurreforma edo kanabera bat aurkezten dugu Irudia 8-21 irudian, 3 mm-ko diametroa duenak. Kanabera hau bi etapako fabrikazio prozesuan erabiltzen da, PMMAzko estalki zilindriko batekin inguratu ondoren zuntzera tenkatuz. Argi ikus daitezkeen bezala, jatorrizko 60 mm-ko diametroa duen aurreformarekin konparatuz, egitura mantendu egin da, 6 eraztun hexagonaleko geometria eta erdian aire kanal zilindriko bat daukalarik, baina zuloen zirkularitatea nabarmen desitxuratu da. Esan beharra dago, zirkularitate gabezia hau, argazkiak atera ahal izateko zuntzaren ebakuntzan ematen den deformazioari egokitzen diogula, zuntza edo kasu honetan kanabera, bizarra mozteko hortz batekin ebakitzen bai dugu. Teknika primitiboa dirudien arren, hau da PZOm mikroegituratuak mozteko erabiltzen den teknika egokiena.



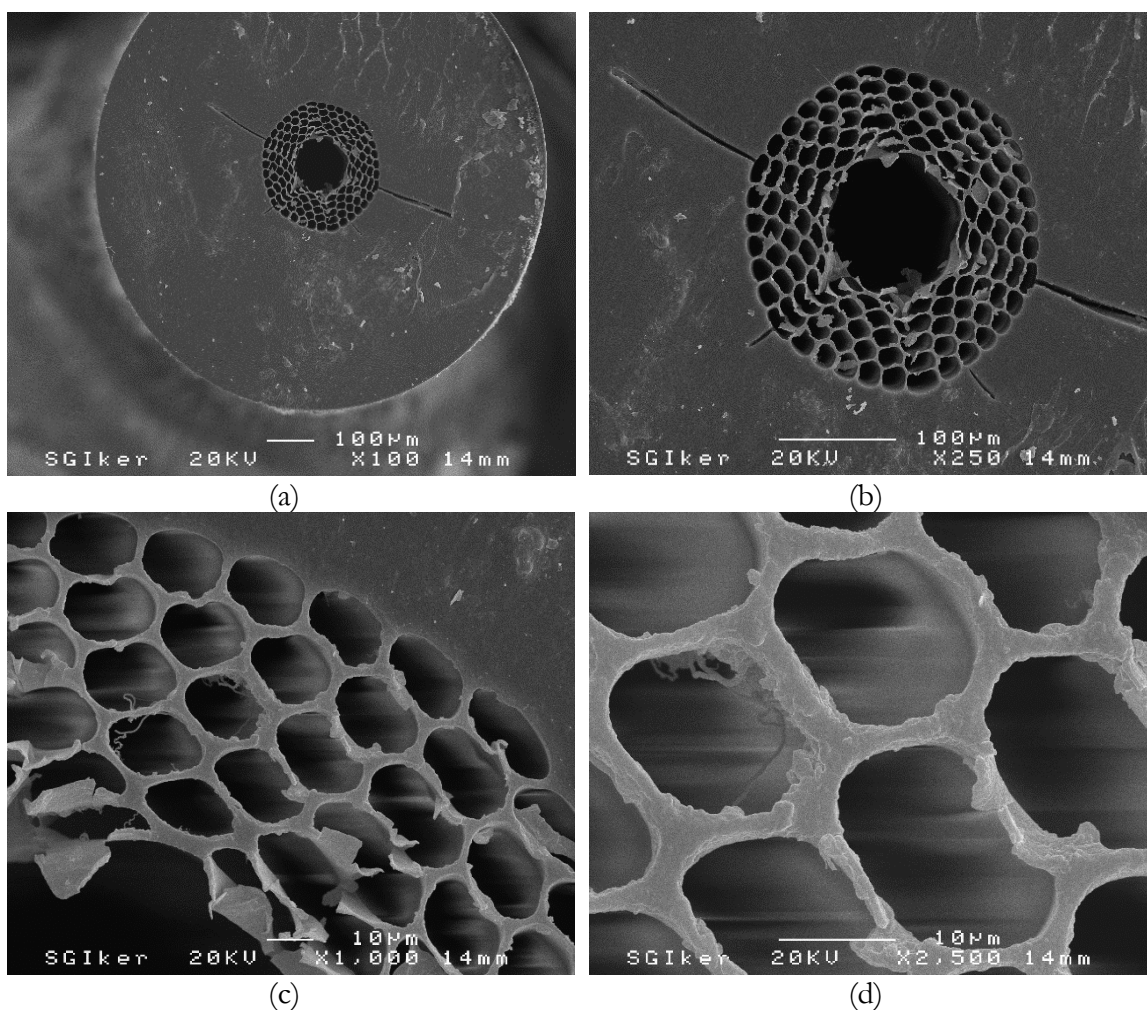
(a)

(b)

Irudia 8-21. 3 mm-troko kanaberaren ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopia irudiak. (a) x25 magnifikazioarekin, (b) x250 magnifikazioarekin

Kanaberaren diametrotik zuntzera jaistean, mikroskopioaren magnifikazioa nabarmen handitu behar izan da, eta lortutako irudi batzuk Irudia 8-22 irudian ikus daitezke. Kasu honetan, 650 mikrako diametroa duen NH-PZOm zuntz bati dagozkio argazkiak, aurreko

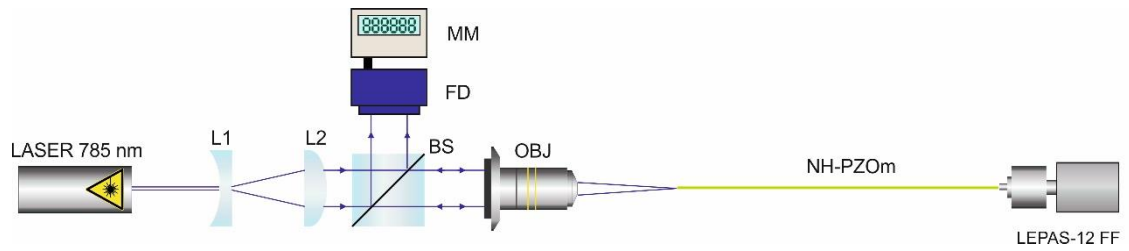
Irudia 8-21 irudian aurkeztutako kanaberatik ateratako zuntza, zehazki. Irudia 8-22 (a) irudian zuntza ia osorik ikus daiteke, eta jatorrizko kanaberarekin konparatuz, bi ezberdintasun ikus daitezke nagusiki. Alde batetik, kanaberak zituen 6 eraztunak ikusten dira. Baina kasu honetan, kanabera estalki batekin inguratua izan denez tenkatu aurretik, mikroegiturak ez du zuntzaren azalera osoa betetzen, baizik eta zuntzaren barnealdeko eremu txiki batean kokatzen da. Jatorrizko kanaberarekin konparatuz gero, bigarren ezberdintasun bat zuloen diametroan dago. Zuntzaren kasuan, tenkaketa prozesuan presio positiboa egokitu diogunez erdiko airezko kanalari, beronen tamaina handitu egin da eraztunen zuloekin konparatuz. Irudia 8-22 (b) irudian zuntzaren mikroegitura ikus daiteke x250 magnifikazioarekin. Alde batetik, mozketaren ondorioz sortutako arrakalak ikus daitezke, eta mikroegiturari dagokionez, zuloen itxura aldaketa nabarmena da, jatorrizko zulo zirkularrak itxura hexagonal edo eliptiko batekin agertzen direlarik. Zuntzaren estalkia osatzen duten eraztunak xehetasun handiagoarekin ikusi ahal izateko, Irudia 8-22 (c) eta (d) irudietan x1000 eta x2500 magnifikazioarekin ateratako irudiak ikus ditzakegu. Irudi hauetatik posiblea da eraztuna osatzen duten zuloen diametroa zenbatzea, eta beraien arteko zubien zabalera ere bai. Zuloen diametroari dagokienez, batzbeste 10-15 mikrako diametroak dituzte, eta zuloen arteko zubiek mikra bateko zabalera dute.



Irudia 8-22. 650 mikrako NH-PZOm zuntzaren ekorketazko mikroskopio elektroniko (SEM) mikroskopio irudiak. (a) x100 magnifikazioarekin, (b) x250 magnifikazioarekin, (c) x1000 magnifikazioareki, eta (d) x2500 magnifikazioarekin.

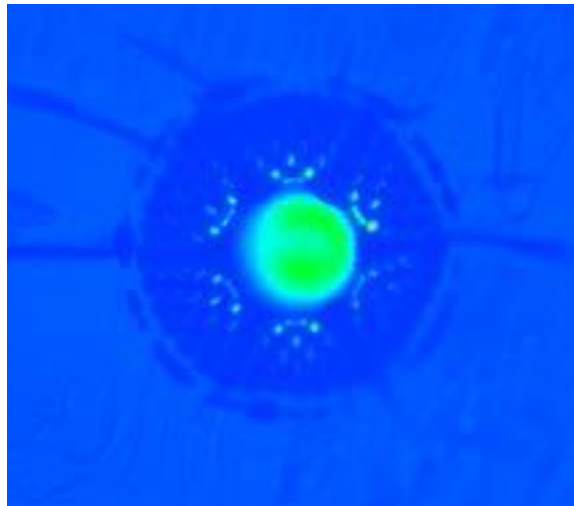
#### 8.4.2 Potentziaren banaketa espaziala

NH-PZOm zuntzak argiaren gidapena bermatzen dutela frogatzeko, potentziaren banaketa espaziala neurtu beharra dago. Kasu honetan, zuntzak sentzore aplikazioan erabili nahi ditugunez eta Raman neurketak 785 nm-tan egingo ditugunez, uhin luzera honetan neurtuko dugu potentziaren hurbileko eremua edo banaketa espaziala. Neurketak FAT/APG taldeko laborategian gauzatu dira eta ondoko muntaia esperimentalak erabili dugu:



Irudia 8-23. Potentziaren banaketa espaziala neurtzeko erabilitako muntaia esperimentalak.

785 nm-tako laser baten potentzia kolimatu eta magnifikatu ondoren, objektibo bat erabiliz NH-PZOm zuntzaren nukleoan fokatu dugu, zuntzaren nukleoa airez beteta dagoelarik. Zuntzari dagokionez, 50 cm-ko lagin bat erabili dugu, zuzen dagoelarik. Zuntzaren irteerako potentzia LEPAS-12 Near Field gailuarekin neurtu dugu, eta emaitzak Irudia 8-24 irudian ikus daitezke:

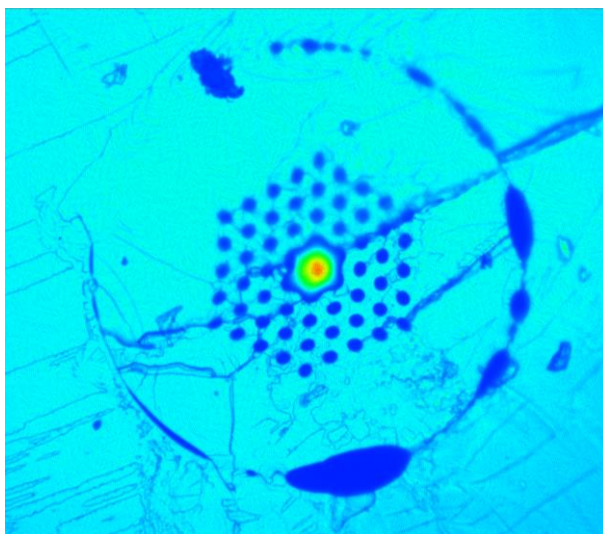


Irudia 8-24. 6 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren irteeran neurtutako potentzia.

Zuntzaren irteeran neurtutako potentziari dagokionez, argi dago gidatutako argiaren potentzia ia dena nukleo barrualdetik gidatzen dela, simulazioetan kalkulatu genuen bezala. Nukleoa inguratzen duten eraztunetan nekez ikus daiteke argirik, eta dagoen argi gutxi hori galera moduei dagokie, nukleotik uhin ebanesente edo suntsikor gisa heldutako argia ain zuzen.



Muntaia esperimental berbera erabiliz, 3 eraztun ez osatutako NH-PZOm zuntza ere neurtu dugu, nukleoan argia gidatzeko gaitasuna duela bermatzeko. Kasu honetan ere, Irudia 8-25 irudian ikus daitekeen bezala, argiaren gidapena nukleo barnealdean gertatzen da.



Irudia 8-25. 3 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren irteeran neurtutako potentzia.

## 8.5 Fabrikatutako PZOm zuntzekin aplikazio zehatza: Raman espektroskopia eta NH-PZOm zuntzak erabiliz, glukosa detekzio sistema baten diseinua

Sentsore aplikazioetan, Raman espektrometriaren efizientzia eta sentikortasun txikia gainditzeko hurbilketa bat, hutsezko PZOm zuntzak erabiltzea da. Luzetarako zuloz beteriko egitura duten zuntz mota hauetan, argia nukleoan konfinaturik transmititzen da, aurreko atalean frogatu dugun bezala. Kasu honetan, lortutako espektroaren intentsitatea handitzea posible da interakzio distantzia luzeen eta sakabanatutako argiaren gidatzeagatik. Ataza honetan, bereziki fabrikatutako nukleo hutsezko eta polimerozko mikroegituratutako zuntz optikoa (NH-PZOm) aurkeztuko da Raman espektroskopiako biosentsore plataforma gisa erabiliko ditugunak. Simulazioaren hasierako fasetik abiatuta, aurreforma zehatz bat sortu da, zulo bakarrek nukleo zentral batekin, 3 eraztun ez osatutako estalki batekin inguratuta dagoena. Argiaren gidatze-mekanismoak izugarritzko garrantzia dauka, izan ere, Raman sakabanatzearen anplifikazio egokia lortzeko ezinbestekoa baita argia zuntzaren nukleotik gidatzea [22].

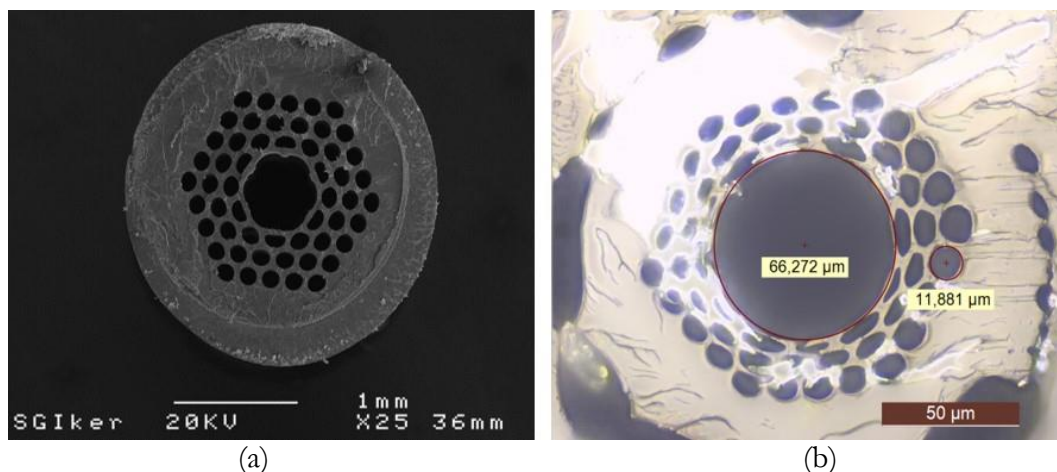
Kasu honetan, glukosa molekulen Raman seinalea optimizatzeko intentzioarekin, nukleoa ur disoluzioz bete da eta inguruko eraztunak zigilatu egin dira. Nukleoaren errefrakzio

indizea 1.33 baliotik hurbil dago eta estalduraren errefrakzio indizea baxuagoa denez, eraldatutako barne islapen osoak (M-TIR) bermatzen du argiaren gidapen mekanismoa. Ondorengoko ataletan, FAT/APG taldeko laborategian egindako Raman neurketa esperimentalak aurkeztuko dira, lortutako emaitzak azalduz.

Aplikazio honen helburua honako hau da: NH-PZOm zuntzaren nukleoan sartutako glukosa kontzentrazio ezberdinak dituzten disoluzioak neurtzea. Neurtutako Raman espektroen emaitzetatik, garatutako sistema glukosa kontzentrazioaren maila bereizteko gaitasuna eskaintzen duela frogatu nahi dugu.

### 8.5.1 Erabilitako NH-PZOm

Kasu honetan, 3 eraztun ez osatutako NH-PZOm zuntza erabili dugu, aurretiaz egindako simulazioetan oinarrituta. Emaitza teoriko hauen arabera, zuntzaren nukleo hutsean argiaren gidapena bermatzen da ( ikusi 8.1 atala). Gure zuntz fabrikazio dorrean lortutako bitarteko aurreforma eta zuntza Irudia 8-26 irudian ikus ditzakegu.

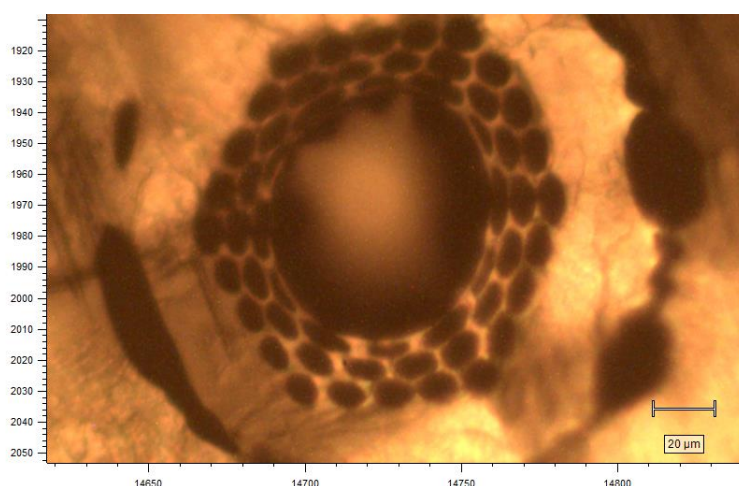


Irudia 8-26. (a) 3 eraztuneko NH-PZOm kanaberaren ekorketazko mikroskopia elektronikoko mikroskopia irudiak . (b) 3 eraztuneko NH-PZOm zuntzaren APG laborategiko mikroskopiaarekin ateratako irudiak.

NH-PZOm zuntza selektiboki betetzeko, NOA 65 (Thorlabs Inc, USA) izenarekin ezagutzen den polimero bat erabili dugu, polimeroa isopropyl alkoholean disolbatuz [23]. Kapilaritate efektua dela eta, zuloen betetze abiadura ezberdina da berauen tamainaren arabera, beraz zuntzaren mutur bat NOA 65 disoluzioan sartuz, eta sartuta dagoen denbora kontrolatuz, posiblea da eraztuna osatzen duten zuloak oztopatzea, nukleoa osatzen duen zuloa libre edo irekita mantenduz, ondorengoko pauso batean disoluzioarekin betetzeko.

Horretarako, hasierako pauso bezala, 15 cm luze den zuntzaren mutur bat 10 segundotan NOA 65 soluzio batean murgildurik egon da eta jarraian, argi ultramorearekin tratatu da. Geroago, zuntzaren zentimetro bat moztu da. Fase honetan, disoluzioak distantzia handiagoa ibili duenez nukleoan estalduraren zuloetan baino, nukleoa oztopatu da eta estalduaren zuloak ireki dira. Bigarren pauso batean zuntza soluzioan berriz ere murgiltzea da 2 minututan zehar. Honela, disoluzioak irekita dauden eraztunetan gora egiten du, nukleoa oztopatuta dagoen zuntzaren maila gaindituz. Polimeroa tratatu ostean, beste 1,5 cm moztu egiten dira, oztopatuta zegoen nukleoaren zuloa irekiz, eraztuna osatzen duten zuloak oztopatuta mantentzen direlarik.

Irudia 8-27 irudian ikus daitekeen bezala, tratatutako zuntzaren muturra glukosa disoluzioan murgilduz gero, zuntzaren nukleoa era selektibo batean bete egiten da. Egoera hau minutu askotako eperako egonkor mantenduko da.



Irudia 8-27. Betetze selektiboa teknikarekin betetako NH-PZOm zuntzaren mutur baten irudia, laborategiko mikroskopiorekin aterata.

### 8.5.2 Muntaia esperimentalak

Raman espektroaren neurketak egiteko Renishaw inVia Raman Microscope ekipoa aukeratu da, 785 nm-ko kitzikapenarekin. Neurketa muntaietan, bai NH-PZOm zuntzen kasuan eta baita kubetaren kasuan, eskurapen denbora 10 segundotan finkatu da eta argia 20x objektibo batekin fokuratu da.

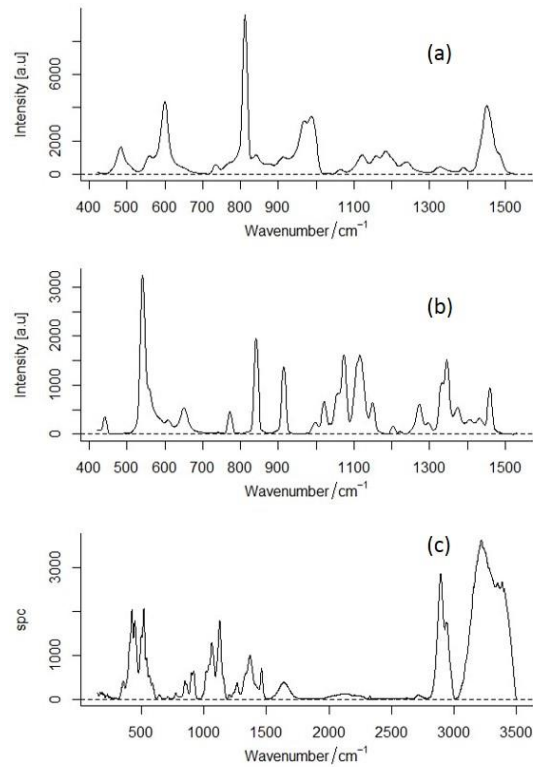
Kubeta batean egindako neurketetan, polikarbonatozko kubeta bat disoluzioarekin bete da eta argia goiko azalera fukuratuta. Zuntzaren kasuan, zuntzaren muturra neurrira egindako euskarri batean kokatzen da, argiaren fukuratze egokia bermatuz zuntza disoluzioz betetzen ari den bitartean kapilaritate efektuaz.



Irudia 8-28. NH-PZOm zuntza erabiliz Raman neurketak gauzatzeko muntaia esperimentalak.

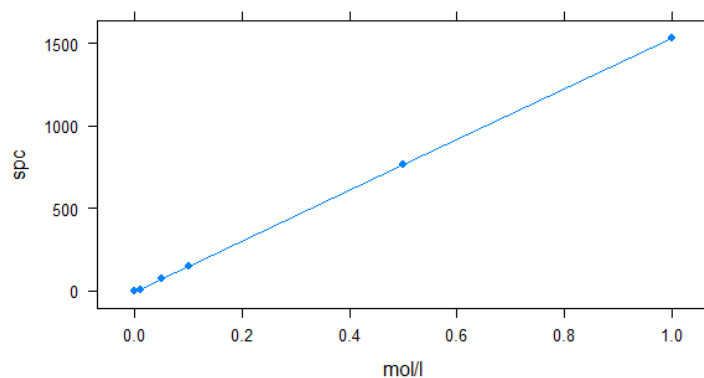
### 8.5.3 Neurketen emaitzak

Hasteko, molekula eta sustantzia ezberdinen Raman espektroa neurtu da, zehazki, PMMA, glukosa hautsa eta glukosa 1M uretan, erabilitako material eta sustantzien espektroa erreferentziatzen hartu ahal izateko. Irudia 8-29 irudian neurtutako materialen eta sustantzien erreferentzia-espektroa erakusten da:



Irudia 8-29. Erreferentzia bezala erabiltzeko neurtutako espeketroak (a) PMMA, (b) Glukosa hautsa, (c) Glukosa 1M uretan.

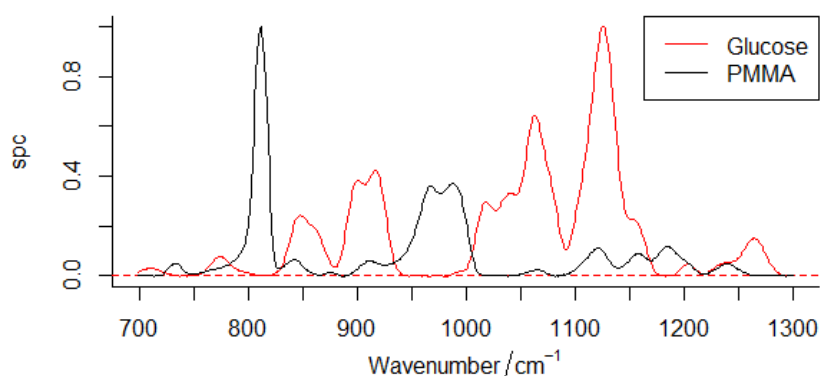
Ondoren, kubetak erabiliz, uretan disolbatutako glukosaren kontzentrazio desberdinak neurtu dira, kalibratio-kurbak lortu ahal izateko. Kubetan egindako neurketetarako, 1125  $\text{cm}^{-1}$  kokatuta dagoen pikoaren intentsitatearen kalibratio grafikoa neurtu da. Irudia 8-30 irudian grafikoa ikus daiteke:



Irudia 8-30. Glukosa uretan disolbatutako kalibratio kurba

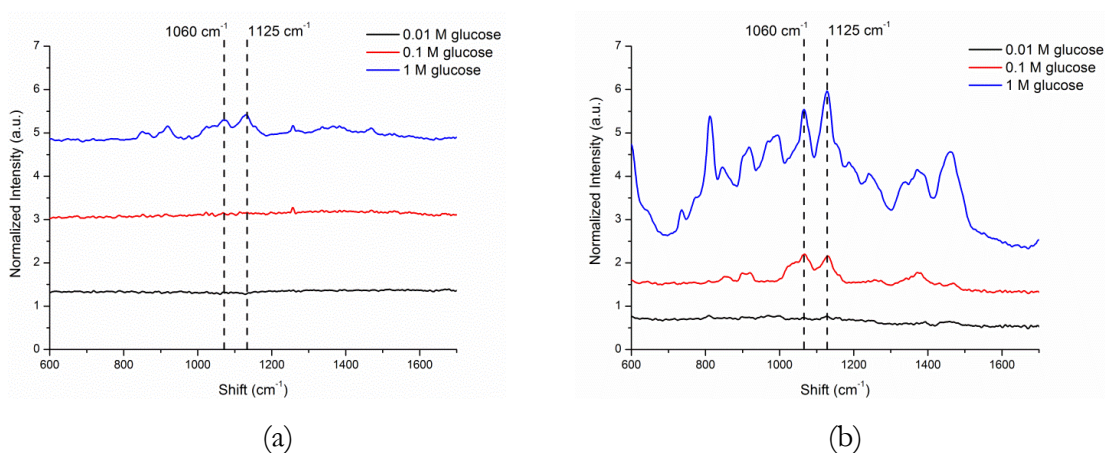
Kalibrazio kurbak lortu ostean, kontzentrazio ezberdineko disoluzioen espektroa neurtu da 3 eraztuneko NH-PZOm zuntzak erabiliz. Aukeratu ditugun kontzentrazioak honako hauek izan dira: 1M, 0,1 M eta 0,01M. Espektro guztiak hondo-zarata kentzeko Savitzky-Golay iragazkiarekin prozesatuak izan dira.

Zuntzan egindako neurketetarako,  $1125\text{ cm}^{-1}$  kokatutako piko hartu da eta PMMA  $1125\text{ cm}^{-1}$  ere piko intrintseko bat daukanez, lortutako seinalea prozesatu behar da. Irudia 8-31 irudian pikoen arteko interferentziak erakusten dira:



Irudia 8-31. Glukosa 1M disoluzioaren eta PMMA-ren espektro normalizatuak

Irudia 8-32 irudian ikus ditzakegu kontzentrazio ezberdinetarako kubetan eta NH-PZOm zuntzean lortutako emaitzak:



Irudia 8-32. Kontzentrazio ezberdinetako disoluzioen Raman espektroak. (a) Kubetan egindako neurketak. (b) NH-PZOm zuntzean egindako neurketak.

Lortutako emaitzetan bermatu behar dena zera da: espektroetako pikoak glukosaren piko esanguratsuenekin bat datoze [24]. Zehazki,  $1060\text{ cm}^{-1}$  eta  $1125\text{ cm}^{-1}$  kokatutako pikoak glukosaren neurketa adierazten dute. Kubetan egindako neurketei begiratzen badiegu, piku hauek 1M kontzentrazioan ageri dira soilik. Zuntzean egindako neurketetan berriz, piku hauek 1M eta 0,1M kontzentrazioan nabaritzen dira argi eta garbi. Horrela, 0,1M kontzentrazioan arreta ipintzen badugu, esan dezakegu NH-PZOm zuntzetan glukosa detektatzea posible dela, kubetan ezinezkoa den bitartean. Beraz, baieztatu dezakegu guk egindako zuntza erabiliz, kubetaren detekzio limitea hobetu dugula. Hala ere, esan beharra dago giza jariakinen analisisan ondo lan egiteko, detekzio limitea 0,01 M baino txikiagoa izan behar dela, eta oraindik ez dugu maila horrelako emaitzarik lortu muntaia honekin.

## 9 AURREKONTUA

### AURREKONTUAREN KONTU-SAILAK

- Barne-orduak

Barne-orduek proiektua burutzeko parte-hartzaileen orduak definitzen dituzte, hauen kostu totala ere adieraziz. Proiektu honetan proiektu zuzendari batek eta junior ingeniari batek parte hartu dute.

	ORDUAK	KOSTUA (€/h)	TOTALA
Proiektu zuzendaria	50	70	12250 €
Junior ingeniaria	350	35	3500 €
		TOTALA	15750 €

Taula 9.1. Barne-orduak

- Amortizazioak

Amortizazioak proiektua gauzatzeko eta garatzeko erabilitako aktibo finkoak definitzen ditu. Proiektu honetan erabilitako aktibo finkoen amortizazioen kostu totala:

	HASIERAKO PREZIOA (€)	BIZITZA ERABILGARRIA (HILABETE)	ERABILTZE DENBORA (HILABETE)	KOSTU TOTALA (€)
Mahai gaineko ordenagailua (Windows sistema eragilearekin)	900	48	6	112,5 €
<i>Renishaw inVia Raman Microscope</i>	3500	10	6	2100 €
Aurreforma desberdinak	1000	12	6	500 €
			TOTALA	2712,5 €

Taula 9.2. Amortizazioak



- Gastuak

Proiekturako erabiltzen diren kontzeptuak eta behin erabilia berriro erabili ezin daitezkeenak. Jarraian bistarutzen den taulak hauen kostu totalen laburpena erakusten du:

	<b>PREZIOA (€)</b>	<b>KOSTU TOTALA (€)</b>
<b>Bulegoko materiala</b>	500	500 €
	<b>TOTALA</b>	<b>500 €</b>

Taula 9.3. Gastuak

#### **AURREKONTU OSOAREN LABURPENA**

Aurrekontu osoaren laburpen taula non aipatutako barne-sailak barnean hartzen diren.

<b>KONTZEPTUA</b>	<b>KOSTUA (€)</b>
<b>Barne-orduak</b>	15750 €
<b>Amortizazioak</b>	2712,5 €
<b>Gastuak</b>	500 €
<b>Azpi-totala</b>	18962,5 €
<b>Ezusteak (%5)</b>	948,13 €
<b>TOTALA (BEZ gabe)</b>	<b>19910,63 €</b>

Taula9.4. Aurrekontuaren laburpena

## 10 ARRISKUEN ANALISIA

Proiektu baten bizitzan zehar, garapenean eragotz dezaketen arriskuak existitu daitezke. Hauek denboran luzatzea, aurrekontuan islatutakoa prezioa gainditzea edo lanaren bukaera oztopatzea izan daitezke. Hori dela eta, arriskuak identifikatzea, analizatzea (probabilitatea eta eragina) eta kontingentzia-plan bat izatea arriskua gertatzekotan aspektu oso garrantzitsuak osatzen dute proiektuaren arrakastarako.

Probabilitatea: 0.2 (Baxua), 0.5 (Ertaina), 0.8 (Altua)

Eragina: 0.1 (Baxua), 0.5 (Ertaina), 0.9 (Altua)

Jarraian, proiektuan eragina izan ditzaketen arriskuak aztertuko dira:

### A. Kostuen arriskuak

Aurreikusitako garapen kostuak gainditzea edo irispenean aldaketak izatea dira kostuen arriskuen barnean hartzen diren kontzeptuak. Proiektu honen kasuan, aurreikusitako garapen kostuak gainditzea posible litzateke baldin eta proiektua gauzatzeko kontuan hartu gabeko gastuak agertzen badira: prezioen aldaketak egoteagatik, aurreikusi gabeko lan gehigarriak izateagatik, material gehiago behar izateagatik. Aipatutako gertaera hauei guztiei aurre egiteko, aurrekontuan ezustekoak deritzon kontu saila gehitzen da, kasu honetan %5ekoa izanik. Arrazoi hauek ikusita, arrisku hau gertatzeko probabilitatea oso txikia da, proiektuan izango lukeen eragina ere txikia izanik.

Probabilitatea: Baxua

Inpaktua: Baxua

### B. Egutegi arriskuak

Proiektuan zehar garatutako lan planean zehaztutako datak eta iraupenak gainditzea, zenbait ataza garatzeko arazoak izatea edota esfortzu handiagoa behar izatea edo baliabideen esleipena egokia ez izatea dira egutegi arriskuen multzoen barnean hartzen diren kontzeptuak. Lan plana aurretik planifikaturik egon arren, eginkizunak jorratu ahala espero ez diren aipatutako arazoak gerta daitezke, eta beraz, saihestu ezin daitezkeen atzerapenak. Proiektuaren zuzendariak lan plan bat egin zuen lana aurrera eramateko,

eginkizun guztiak data limiteekin markaturik zeuden eta periodikoki bilerak egiten ziren lanaren aurrerapenaren berri izateko.

Probabilitatea: Ertaina

Inpaktua: Baxua

**C. Lankideen eza:**

Lankideak gaixorik egotea izaten da, bereziki, arriskurik nagusiena. Gertaera honek eragin eta probabilitate ertaina dauka. Arrisku honi aurre egiteko zuzendariak proiektuaren lan plana berrantolatzearen arduraduna izango lirateke.

Probabilitatea: Ertaina

Inpaktua: Ertaina

		ERAGINA		
		Baxua 0,1	Ertaina 0,5	Altua 0,9
PROBABILITATEA	Baxua 0,2	<b>A</b> Baxua (0,02)	<b>B</b> Baxua (0,1)	Ertaina (0,18)
	Ertaina 0,5	Baxua (0,05)	<b>C</b> Ertaina (0,25)	Altua (0,45)
	Altua 0,8	Baxua (0,08)	Altua (0,4)	Altua (0,72)

Taula 10.1. Probabilitate-inpaktuaren matrizea

## 11 ONDORIOAK

Master bukaerako lan honetan lortutako emaitzetatik, jarraian aurkezten ditugun ondorioak azpimarratu ditzakegu:

### 1. PZOm zuntzen fabrikazioa: aurreformen zulaketa:

PZOm zuntzen fabrikazioaren lehenengo etapan aurreforma sortzen da, zuntzaren mikroegitura definituko duen geometria zehaztuz, eta ondorioz, zuntzaren propietate optikoak definituz. Lehen pauso bezala, software komertzial bat erabiliz, geometria ezberdinak aztertu ditugu, emaitzak interpretatuz. Behin geometria aukeratuta, aurreforma sortu behar da. Honetarako teknika ezberdinak erabili daitezke, eta lan honetan zulaketa teknika aurreratuekin lortutako emaitzak aurkeztu ditugu. Zehazki, hiru mota ezberdinetako barautsak erabili ditugu: abiadura handiko altzairuzko barautsa, karburozko barauts hoztua eta ertz bakarreko V forma daukan barautsa. Lortutako aurreforma ezberdinetan, zuloen kalitatearen adierazle ezberdinak neurtu ditugu: diametroaren errorea, zirkularitatea, aurreformaren ardatzarekiko perpendikularitatea eta zimurtasuna.

Neurketa hauetatik ondorioztatzen denez, alde batetik kalitate egokiko eta aire proportzio handiko aurreforma konplexuak lor daitezke barauts egokiak erabiliz, eta beste alde batetik, denbora aurrezpen esanguratsua ere lor daiteke.

### 2. PZOm zuntzen fabrikazioa: aurreformen tenkaketa:

Fabrikazio dorrea erabiliz, aurreforma egituratuaren tenkaketa prozesuan funtsezkoak diren bi parametro kontrolatu ditugu doitasun maila altu batekin: alde batetik, polimero barruko beroaren transferentzia, berotze eskema egokiak definituz, eta beste alde batetik, zuntzari aplikatutako tentsio maila aurreforma mota bakoitzera egokituz tenkaketa prozesuan zehar. Lan honetan frogatu dugun bezala, diametro eta geometria anitzeko PZOm zuntzak fabrikatu ditzakegu. Emaitza esanguratsu bezala, aipatu beharra dago nukleo hutsezko PZOm zuntzak fabrikatu ditugula, aire proportzio ikaragarria dutelarik. Emaitzak frogatzeko, alde batetik bereizmen handiko ekorketako mikroskopio elektroniko (SEM) argazkiak atera ditugu, eta beste alde batetik, potentziaren banaketa espaziala neurtu dugu, emaitza bikainak lortuz.

### 3. NH-PZOm zuntzekin glukosa sentsorea:

NH-PZOm zuntzekin diseinatutako sentsorea erabiliz, esperimentalki frogatu ahal izan dugu glukosa disoluzio ezberdinak neurtzeko erabilgarria dela. NH-PZOm zuntzak erabiliz lortutako amplifikazioa, teorikoki lor daitekeena baina txikiagoa izan arren, esanguratsua da, kubetan lortutako Raman seinalea 5 bider amplifikatuz. Emaitza hauei esker, garatutako sistema erabiliz, 0,1 M kontzentrazioan disolbatutako glukosa disoluzioa detektatzea posible da, kubeta bat erabiliz ezinezkoa den bitartean. Hala ere, gizakien gorputzean erabili ahal izateko, 0,01 M kontzentrazioak neurtzeko gaitasuna behar denez, sistemaren sentikortasuna hobetu beharra ikusten da.

## 12 ERREFERENTZIAK

- [1] <http://www.cicbiomagune.es>
- [2] <http://www.bcmaterials.es>
- [3] Ortega B, Min R, Sáez-Rodríguez D, Mi Y, Nielsen K, Bang O. Bandpass transmission filters based on phase shifted fiber Bragg gratings in microstructured polymer optical fibers. In Proceedings of the SPIE, Prague, Czech Republic, id. 1023209 11 pp. (2017).
- [4] Durana G, Arrizabalaga O, Arrospide E, Aldabaldetrekú G, Zubia J and Azkune M. *J. Lightwave Technol.* **35**: 3035-3041 (2017).
- [5] Large MCJ, Poladian L, Barton G, Eijkelenborg MA, Microstructured Polymer Optical Fibres. Springer, (2008).
- [6] Koike Y and Asai M, *NPG Asia Mat* **1**: 22-28 (2009).
- [7] Ziemann O, Krauser J, Zamzow PE and Daum W. POF handbook: optical short range transmission systems. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2008).
- [8] Bunge C-A, Beckers M, Gries T, Polymer Optical Fibres: Fibre Types, Materials, Fabrication, Characterization and Applications. Woodhead Publishing-Elsevier (2016).
- [9] Zubia J and Arrue J, *Opt. Fiber Technol.* **7**: 101-140 (2002).
- [10] Azkune, M., Ruiz-Rubio, L., Aldabaldetrekú, G., G. Arrospide, E., Pérez-Álvarez, L., Bikandi, I., Zubia, J., and Vilas-Vilela, J., "U-Shaped and Surface Functionalized Polymer Optical Fiber Probe for Glucose Detection" Sensors **18** (1), 34 (2017).
- [11] Kuzyk MG. Polymer Fiber Optics: Materials, Physics, and Applications. CRC Press LLC. (2006).
- [12] Barton G, Eijkelenborg MA, Henry G, Large MCJ and Zagari J, *Opt Fiber Technol* **10**: 325-335 (2004).

- [13] Xue SC, Lwin R, Barton G, Poladian L and Large MCJ, *J. Lightwave Techn* **25**: 1177-1183 (2007).
- [14] Argyros A and Pla J, *Opt. Express* **15**:7713-7719 (2007).
- [15] Evonik. <https://www.plexiglas-shop.com/pdfs/en/211-12-PLEXIGLAS-Tubes-Rods-en.pdf>
- [16] Argyros A, Leon-Saval SG, Pla J and Docherty A. *Opt. Express* **16**: 5642-5648 (2008).
- [17] Reeve HM, Mescher AM and Emery AF. *J. Heat Transfer* **126**: 236-243 (2004).
- [18] Large MCJ, Blacket D, Bunge CA, *IEEE Sens. J.* **10**: 1213-1217 (2010).
- [19] Cox FM, Argyros A, Large MCJ and Kalluri S, *Opt. Express* **14**: 4135-4120 (2006).
- [20] Eijkelenborg MA, Large MCJ, Argyros A, Zagari J, Manos S, Issa N, Bassett I, Fleming S, McPhedran R, Sterke CM and Nicorovici, *Opt Express* **9**: 319-327 (2001).
- [21] Durana G, Arrizabalaga O, Arrospide E, Aldabaldetrekue G, Zubia J and Azkune M. *J. Lightwave Technol* **35**: 3015-3041 (2017.)
- [22] Azkune M, Bikandi I, Aldabaldetrekue G, Berganza A, Durana G, López A, Zubia J. High reproducibility SERS sensing platform using hollow core polymer optical fibers. In Proceedings of 24th International Conference on Plastic Optical Fibers, POF 2015, Nuremberg, Germany, p. 227-231(2015).
- [23] Huang, Y., Xu, Y., and Yariv, A., "Fabrication of functional microstructured optical fibers through a selective-filling technique", *Appl. Phys. Lett* **85**(22), 5182-5184 (2004).
- [24] Knight, J. C., "Photonic crystal fibres", *Nature* 424(6950), 847-851 (2003).