

# Fabricación de Fibras Ópticas de Plástico Microestructuradas para el Desarrollo de Sensores Ópticos

Eneko Arrospide Zabala

Tesis Doctoral

eman ta zabal zazu



Universidad  
del País Vasco

Euskal Herriko  
Unibertsitatea

Bilbao, Mayo 2019



**Ama, aita, amuma eta Eneritzeri**



## Agradecimientos

La elaboración de esta tesis doctoral no ha sido un camino fácil. Desde aquí quiero expresar mi agradecimiento a una gran cantidad de personas e instituciones que con sus orientaciones y consejos me han guiado en estos años.

El mayor reconocimiento se lo debo a mi director de tesis, el Dr. Gaizka Durana, por todo lo que he aprendido de él en estos años, por la ayuda que me ha proporcionado y sobre todo por su amistad. También quisiera expresar mi más profundo y sincero agradecimiento al Profesor Dr. Joseba Zubia por permitirme incorporarme a su grupo de investigación, Applied Photonics Group, y por la confianza que me ha dado, y como no, a todos y cada uno de los miembros del grupo, Igor Ayesta, Amaia Berganza, Oskar Arrizabalaga, Gotzon Aldabaldetretu, Asun Illarramendi, Felipe Jiménez, Jon Arrue, Joel Villatoro, Iker García, Begoña García, Mikel Azkune, Itxaso Parola, Josu Amorebieta, Rubén Fernández, Ángel Ortega e Ibon Arámburu. Mención especial merece Iñaki Bikandi, quien tiene gran parte de culpa de que esté escribiendo estas líneas. Compañero y sobre todo amigo, *eskerrik asko* entre muchas otras cosas por recordarme una y otra vez las cosas importantes de la vida.

Mi reconocimiento al personal de mantenimiento de la Universidad del País Vasco (UPV/EHU), Fernando, Pedro, Javi, Iñigo, Iñaki, Humberto, Javi,... y por supuesto a Gorka por las piezas fabricadas. A los técnicos de los diferentes departamentos que me han ayudado, Luis, Oscar, Iñigo, Jose, Ander y Raúl. Y especialmente a Igor Larrañaga del Instituto de la Máquina Herramienta (IMH). Agradeceros vuestra total disposición y el tiempo que me habéis dedicado.

A Ann Mescher profesora de la Universidad de Washington y a Uladzimir Minkovich investigador de Centro de Investigaciones en Óptica de León (México), por vuestra sencillez y por todo lo que me habéis enseñado referente a la fabricación de fibras ópticas de plástico.

Al Vicerrectorado de Euskera y Plurilingüismo de la Universidad del País Vasco (UPV/EHU) por financiar la realización de esta tesis en sus inicios.

Pero mi dedicación a esta tesis no ha sido completa. En estos años también he dedicado muchas horas a la docencia y a lo que ello conlleva. Por ello, no me puedo olvidar de la Sección de EUITI del Departamento de Matemática Aplicada y en especial de Bego, Amaia, Aitziber y Erik.

Tampoco me puedo olvidar de los amigos, por su amistad y por su apoyo incondicional.

*Eta nola ez, etxeoak. Ama, aita, amuma, Eneritz eta etxeo txikiak Nile eta Urko. Eskerrik asko beti ondoan egoteagatik eta nigatik egindako guztiagatik.*

# Lista de Acrónimos

APG	Applied Photonics Group-Grupo de Fotónica Aplicada
ATG	Análisis termogravimétrico
BAR	Brocas de acero rápido
BCLU	Brocas cañón de labio único
BCR	Brocas de carburo internamente refrigeradas
CCN	Centro de mecanizado por control numérico
COC	Copolímero de olefina cíclica
CPG	Cromatografía de Permeación de Gel
CSIC	Centro superior de investigaciones científicas
ERAF	Espectroscopia Raman amplificada en fibra
FCF	Fibra de cristal fotónico
FO-IG	Fibra óptica de índice gradual
FOM	Fibra óptica microestructurada
FO-SI	Fibra óptica de salto de índice
FOP	Fibra óptica de polímero
FOP-IG	Fibra óptica de polímero de índice gradual
FOPM	Fibra óptica de polímero microestructurada
FOPM-NH	Fibra óptica de polímero microestructurada de núcleo hueco
FOP-SI	Fibra óptica de polímero de salto de índice
IPD	Índice de polidispersidad
IR	Infrarrojo
LO	Lumogen F Orange 240
LR	Lumogen F Red 305
LV	Lumogen F Violet 570
LY	Lumogen F Yellow 083

NOA 65	Norland Optical Adhesive 65
PBS	Tampón fosfato salino
PC	Policarbonato
PMMA	Polimetilmetacrilato
PMMA-GS	Polimetilmetacrilato de colada
PMMA-XT	Polimetilmetacrilato de extrusión
POC	Polímero de olefina cíclica
PS	Poliestireno
RAS	Rojo de alizarina S
RDB	Redes de difracción de Bragg
RPL	Redes de difracción de periodo largo
RTI	Reflexión total interna
RTIM	Reflexión total interna modificada
SEM	Microscopía electrónica de barrido
TP	Termopar
TRIS	Tris(hidroximetil)aminometano

# Índice

<b>1. Introducción</b> .....	1
1.1 Tipos de fibra óptica.....	2
1.1.1 Fibras convencionales .....	3
1.1.2 Fibras microestructuradas .....	4
1.2 Polímeros.....	5
1.3 Fibra óptica de polímero microestructurada.....	10
1.4 Fabricación de fibra óptica de plástico microestructurada.....	11
1.4.1 Creación de la preforma.....	11
1.4.2 Estirado de la preforma a fibra .....	13
1.5 Sensado óptico con FOPM .....	14
1.6 Objetivos y descripción general de la tesis.....	16
1.6.1 Creación de preformas .....	17
1.6.2 Estirado de preformas a FOPM .....	18
1.6.3 Fabricación de FOPM específicas para aplicaciones.....	19
<b>2. Técnicas de fabricación de preformas estructuradas</b> .....	21
2.1 Materiales.....	22
2.2 Técnica de taladrado por extracción de viruta .....	28
2.2.1 Taladrado profundo .....	30
2.3 Técnica de apilamiento de capilares.....	45
2.3.1 Fabricación de capilares .....	48
2.3.2 Eliminación de la carga estática.....	50
2.3.3 Apilamiento de capilares y barras de relleno .....	52
<b>3. Proceso de estirado a FOPM</b> .....	57
3.1 Introducción al estirado .....	57
3.2 Calentamiento de las preformas .....	61

3.2.1	Rendimiento del horno IR.....	62
3.2.2	Rendimiento del horno resistivo y medida de la longitud de la zona-caliente .....	66
3.3	Estirado directo de preforma a fibra.....	67
3.4	Estirado de preforma primaria a preforma intermedia.....	69
3.4.1	Monitorización del proceso de estirado .....	69
3.4.2	Análisis de la geometría de las preformas intermedias.....	70
3.4.3	Situaciones a evitar durante el estirado a preformas intermedias.....	72
3.5	Estirado de preforma intermedia a fibra.....	74
3.5.1	Encamisado de la preforma intermedia.....	74
3.5.2	Monitorización y control del proceso de estirado .....	79
3.5.3	Situaciones a evitar durante el estirado de las preformas secundarias.....	83
<b>4.</b>	<b>Aplicaciones de las fibras fabricadas .....</b>	<b>87</b>
4.1	FOP estándar como sistema detector de glucosa .....	88
4.1.1	Principio de funcionamiento del sensor.....	88
4.1.2	Fabricación de la FOP .....	89
4.1.3	Resultados experimentales. ....	90
4.2	FOPM-NH y tres anillos como amplificador en un sistema sensor basado en espectroscopía Raman.....	92
4.2.1	Espectroscopia Raman amplificada en fibra (ERAF) .....	92
4.2.2	Diseño y fabricación de la FOPM-NH .....	93
4.2.3	Resultados experimentales.....	95
4.3	FOPM-NH y seis anillos como amplificador en un sistema bio-sensor basado en espectroscopia Raman .....	96
4.3.1	Fabricación de las FOPM-NH.....	96
4.3.2	Resultados experimentales.....	98
4.4	FOP dopadas para concentradores solares basados en fibra.....	101
4.4.1	Fabricación de las FOP .....	101
4.4.2	Caracterización de las FOP dopadas .....	103

4.5	Caracterización de FOP dopada con rodamina B empleando la técnica de inmersión en solución.....	109
4.5.1	Fabricación y dopado de la fibra.....	109
4.5.2	Caracterización óptica .....	110
4.6	FOPM de cuatro anillos con revestimiento de PC como sensor de curvatura, torsión y presión.....	115
4.6.1	Diseño y fabricación de la FOPM.....	115
4.6.2	Resultados experimentales.....	117
<b>5.</b>	<b>Conclusiones y contribuciones .....</b>	<b>123</b>
5.1	Conclusiones.....	123
5.1.1	Creación de preformas .....	123
5.1.2	Estirado de preformas a FOPM .....	125
5.1.3	Fabricación de FOPM específicas para aplicaciones.....	126
5.2	Contribuciones .....	126
5.2.1	Revistas internacionales.....	127
5.2.2	Conferencias internacionales.....	132
<b>A.</b>	<b>Apéndice I .....</b>	<b>135</b>
A.1.	Unidad de alimentación de la preforma .....	137
A.1.1.	Sistema de sujeción.....	137
A.1.2.	Sistema de rotación.....	138
A.1.3.	Sistema de inclinación.....	138
A.1.4.	Control de presión .....	138
A.1.5.	Sistema de posicionamiento.....	139
A.2.	Unidad de calentamiento de la preforma .....	139
A.2.1.	Horno Infrarrojo.....	141
A.2.2.	Horno Resistivo.....	148
A.3.	Unidad de control del diámetro de la fibra.....	156
A.4.	Unidad de estirado de la fibra.....	156
A.4.1.	Cabestrante de iniciación.....	156
A.4.2.	Cabestrante principal.....	158
A.5.	Unidad de recogida .....	159



# Índice de Figuras

Figura 1.1. Estructura de una FOP .....	3
Figura 1.2. Propagación de rayos de luz en FOP (a) SI e (b) IG.....	3
Figura 1.3. Ejemplos de FOPM (a) con núcleo sólido y guiado por RTIM y (b) con núcleo hueco en el cual las bandas fotónicas prohibidas confinan la luz en el núcleo. ....	4
Figura 1.4. Diagrama de fase monomodo-multimodo [22].....	5
Figura 1.5. Estructura química del PMMA.....	7
Figura 1.6. Estructura química del PC.....	7
Figura 1.7. Estructura química del PS.....	8
Figura 1.8. Estructura química del CYTOP®.....	9
Figura 1.9. Estructura química del COC.....	9
Figura 1.10. FOPM con diferentes geometrías.....	10
Figura 1.11. FOPM fabricada en la torre de estirado, de diámetro exterior 250 $\mu\text{m}$ y microestructura de 40 $\mu\text{m}$ de diámetro.....	14
Figura 2.1. Secciones transversales de algunas preformas creadas empleando las técnicas de taladrado y apilamiento de capilares.....	23
Figura 2.2. Estructura química del PMMA.....	23
Figura 2.3. Relación entre $T_g$ y $M_w$ de diferentes preformas obtenidas por colada (GS) y extrusión (XT).....	25
Figura 2.4. Análisis TGA sobre una preforma PMMA-XT.....	26
Figura 2.5. Imagen de una preforma de PMMA con burbujas, tras el calentamiento en el horno de la torre de estirado. Estas burbujas evidencian la ausencia del proceso de recocido necesario durante la fase de fabricación de la preforma.....	27
Figura 2.6. Preforma de extrusión (a) correctamente estirada, (b) con recocido incorrecto. (c) Comportamiento mecánico de una preforma de colada tras calentarse por encima de su $T_g$ .....	28

Figura 2.7. (a) Centro de control numérico empleado para el taladrado de las preformas. (b) Fabricación de una preforma empleando taladrado por extracción de viruta. ....	29
Figura 2.8. (a) Cadenas de viruta generadas durante el taladrado, (b) rotura de broca, y (c) taladrado de baja calidad. ....	30
Figura 2.9. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de acero rápido con refrigeración externa. ....	32
Figura 2.10. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de carburo refrigerada. ....	33
Figura 2.11. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de labio único refrigerada. ....	34
Figura 2.12. Diferentes brocas empleadas durante el proceso de taladrado profundo. ....	36
Figura 2.13. (a) Imagen del extremo superior de la preforma en la cual se observan los ángulos de entrada a los agujeros, creados con la broca de avellanado. (b) Imagen lateral del extremo superior de la preforma, en la cual se observan los 10 mm de profundidad taladrados empleando la broca piloto. ....	36
Figura 2.14. Imagen de una de las preformas de PMMA taladradas, donde se observa una estructura de cuatro anillos. ....	37
Figura 2.15. Ilustraciones en las cuales se representan de forma gráfica (a) el diámetro medio, (b) la cilindridad, y (c) la coaxialidad de los agujeros taladrados. ....	38
Figura 2.16. Ilustración en la cual se representan de forma gráfica los parámetros de calidad Rz y Ra empleados. ....	38
Figura 2.17. Detalle del palpador correspondiente al sistema Mitutoyo 7106, junto con una preforma analizada. ....	40
Figura 2.18. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en el diámetro para las 4 preformas medidas. ....	41
Figura 2.19. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en la cilindridad para las 4 preformas medidas. ....	42
Figura 2.20. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en la coaxialidad para las 4 preformas medidas. ....	43
Figura 2.21. Valores medios y errores estándar de (a) Ra y (b) Rz. ....	44

Figura 2.22. Preformas fabricadas en nuestro laboratorio. (a) Cuatro anillos hexagonales y núcleo hueco. (b) Tres anillos hexagonales y núcleo sólido. ....	46
Figura 2.23. Dos preformas creadas en nuestro laboratorio. A la izquierda, una preforma obtenida empleando la técnica de taladrado. A la derecha, una preforma obtenida empleando la técnica de apilamiento de capilares. ....	47
Figura 2.24. Preforma de 80 mm de diámetro creada empleando la técnica de apilamiento de capilares, con anillos hexagonales y núcleo hueco. El espaciador o agujero central de la preforma sólo está presente en los extremos de la misma. La pequeña preforma de la derecha es una preforma convencional de sílice. ....	47
Figura 2.25. Ilustración de la técnica empleada para la creación de preformas mediante apilamiento de capilares. (a) Estirado de tubos para obtener capilares de diámetro adecuado. (b) Apilamiento de los capilares. (c) Estirado de la preforma a FOPM. ....	48
Figura 2.26. Monitorización en tiempo real del diámetro de los capilares de 1, 2 y 3 mm, junto con las correspondientes velocidades de estirado. ....	49
Figura 2.27. Detalle de las variaciones en el diámetro para capilares de 1, 2 y 3 mm. ....	51
Figura 2.28. Imagen en la que se observa la repulsión entre los diferentes capilares debido a la carga estática acumulada. ....	52
A continuación se muestran las etapas que conforman el proceso de apilamiento, empleando a modo de ejemplo la estructura mostrada en la Figura 2.29 (a), formada por capilares, barras de relleno y un tubo externo de encamisado. En la Figura 2.29 (b) se detallan las diferentes barras de relleno empleadas, y en la .....	52
Figura 2.29. (a) Diseño de la preforma obtenida por apilamiento de capilares y barras, (b) detalle del apilamiento de capilares, en el que se muestran las diferentes barras empleadas. ....	52
Figura 2.30. (a) Dispositivo auxiliar empleado para la colocación de los capilares. (b) Geometría compuesta por capilares y barras. ....	53
Figura 2.31. (a) Inserción de barras en el exterior, proporcionando geometría circular a la preforma. (b) Resultado tras la inserción de las barras de relleno exterior. ....	54

Figura 2.32. (a) Inserción de barras en el interior de la estructura. (b) Estructura cilíndrica compacta, tras la inserción de las barras de relleno exterior.....	54
Figura 2.33. (a) Encamisado de la preforma. (b) Estructura creada tras el encamisado.....	55
Figura 2.34. Dos preformas de diferente geometría y material creadas a partir de la técnica de apilamiento de capilares. ....	55
Figura 3.1. Opciones para el estirado de la preforma primaria a fibra [47].....	58
Figura 3.2. Imagen en la que se muestran de izquierda a derecha: una preforma primaria estructurada, el sobrante de la misma tras su estirado a caña, la caña encamisada en un tubo, formando lo que se denomina preforma secundaria, y finalmente una muestra de la FOPM fabricada. ....	60
Figura 3.3. Esquema de la torre de estirado.....	61
Figura 3.4. (a) Parte exterior del horno infrarrojo, (b) y zona interior del horno resistivo, donde se puede observar la resistencia de calentamiento. ...	62
Figura 3.5. (a) Preforma de PMMA en la que se han insertado cinco termopares. (b) Preforma sujeta por el soporte que se utilizará en las medidas. ....	63
Figura 3.6. Evolución de las temperaturas medidas por los termopares dispuestos en el interior de la preforma, empleando una velocidad de giro de 0,03 r.p.m.....	64
Figura 3.7. Test de funcionamiento del horno IR, empleando la técnica de calentamiento descendente, empleando una velocidad de giro de 0,1 r.p.m.....	65
Figura 3.8. Preforma de PMMA con el termopar embebido tras el estirado. ....	66
Figura 3.9. Evolución de la temperatura en el centro de la preforma en función de su posición dentro de los hornos, para dos temperaturas y dos velocidades de alimentación diferentes. ....	67
Figura 3.10. Monitorización del diámetro de la fibra durante el proceso de estirado para una preforma sólida de 40 mm de diámetro. (a) Evolución del diámetro durante los primeros 500 minutos de estirado. (b) Detalle del diámetro durante el periodo estacionario, con variaciones por debajo del 2 %.....	68

Figura 3.11. (a) Zona de estrechamiento de una preforma primaria de 60 mm, en la cual se observan los canales de aire internos. (b) Zona de estrechamiento de una preforma de 60 mm, en la cual se observa la caña o preforma intermedia resultante. ....	69
Figura 3.12. Monitorización del diámetro de una preforma intermedia estirada a partir de una preforma primaria estructurada de 60 mm de diámetro. (a) Evolución del diámetro durante los 150 minutos de estirado. (b) Detalle del diámetro durante 10 minutos en los cuales se obtienen variaciones por debajo del 5 %. ....	70
Figura 3.13. Imágenes de microscopio de la sección transversal de (a) una preforma intermedia con magnificación X25 y (b) magnificación X100. Sobre las imágenes se pueden observar las dimensiones de algunos parámetros medidos. ....	71
Figura 3.14. Imágenes SEM de dos preformas intermedias. Resultado de un estirado con alineamiento (a) correcto, e (b) incorrecto. ....	73
Figura 3.15. Tres cañas obtenidas a partir de la misma preforma, aplicando presiones negativas diferentes durante el estirado. (a) 0 mbar (b) -30 mbar (c) -120 mbar.....	74
Figura 3.16. Encamisado de una caña de 3mm de diámetro sobre un tubo de 20 mm de diámetro exterior. ....	75
Figura 3.17. (a) Ilustración en la cual se muestra un conector de doble entrada fijado a la parte superior de la preforma secundaria. La presión negativa extrae el aire del interfaz entre la caña y el tubo de encamisado, y la presión positiva evita el colapso de la geometría de la estructura en la FOPM. (b) Sistema de presurización e interfaz de monitorización.....	76
Figura 3.18. (a) Zona de estrechamiento de una preforma secundaria, en la que se puede observar la preforma intermedia centrada en el interior de la misma. (b) Sección transversal de una FOPM de dos núcleos con un diámetro de la estructura significativamente menor que el diámetro de la fibra. ....	77
Figura 3.19. Evolución del diámetro de una FOPM de 500 $\mu\text{m}$ en régimen estacionario. ....	80
Figura 3.20. Evolución del diámetro de una FOPM de 250 $\mu\text{m}$ en régimen estacionario. ....	80

Figura 3.21. Preforma primaria de núcleo hueco y seis anillos. ....	81
Figura 3.22. Diferentes estructuras en FOPM de núcleo hueco obtenidas a partir de una misma preforma, empleando para ello diferentes niveles de presión, de menor a mayor (5 mbar, 17 mbar y 25 mbar).....	81
Figura 3.23. Preforma primaria de núcleo sólido y cuatro anillos. ....	82
Figura 3.24. Diferentes estructuras en FOPM de núcleo sólido obtenidas a partir de una misma preforma, empleando diferentes presiones de aire, de menor a mayor (3 mbar, 5 mbar y 8 mbar). ....	82
Figura 3.25. (a) Preforma primaria de 60 mm de diámetro con núcleo sólido y cinco anillos, (b) Imagen SEM de la FOPM resultante tras un estirado con elevada presión.....	83
Figura 3.26. FOPM resultante de un proceso de encamisado con vaciado incorrecto. ....	84
Figura 3.27. (a) Sección longitudinal de una FOPM en la que se observa una partícula de suciedad en el interfaz entre la estructura y el revestimiento sólido proporcionado por el encamisado. (b) Sección transversal de la FOPM, en la cual se observa la deformación provocada por la partícula de suciedad sobre la estructura.....	84
Figura 4.1. (a) Disposición de la FOP en curvatura y detalle de la profundidad de penetración. (b) Montaje empleado en las medidas experimentales. Leyenda: Col1: colimador; Fil: filtro UV; At: atenuador; DH: divisor de haz; FD: fotodetector; Obj: objetivo; Col2: colimador.....	89
Figura 4.2. Imágenes de muestras de FOP fabricadas y preparadas para su empleo como detectores de glucosa.....	90
Figura 4.3. Espectros de absorción normalizados de las FOP tras 10 min de inmersión en soluciones de (a) agua desionizada (b) tampón PBS y (c) tampón TRIS. ....	91
Figura 4.4. Ilustración de la técnica de medida (a) en gota y (b) empleando la técnica ERAF. ....	92
Figura 4.5. (a) Geometría empleada en las simulaciones con índice de refracción 1,33 en el núcleo y 1 en los agujeros que forman el revestimiento. (b) Modo fundamental guiado, para una fuente láser a 785 nm.....	93
Figura 4.6. Preforma fabricada empleando la técnica de taladrado, formada por tres anillos y un núcleo en forma de estrella. ....	94

Figura 4.7. Imágenes SEM de (a) la preforma secundaria y (b) la FOPM-NH fabricada. ....	94
Figura 4.8. Espectros Raman de diferentes soluciones de glucosa en agua. Medidas realizadas empleando (a) cubeta y (b) FOPM-NH.....	95
Figura 4.9. Imagen de la preforma de 6 anillos y núcleo hueco. ....	96
Figura 4.10. Imagen SEM de la preforma intermedia. ....	97
Figura 4.11. Imágenes SEM de la FOPM-NH fabricada, con magnificaciones de (a) X100 y (b) X250. ....	97
Figura 4.12. Configuración del sistema de medida, junto con una imagen de microscopio de la FOPM cuyo núcleo ha sido completamente rellenado con la solución de glucosa.....	99
Figura 4.13. (a) Espectros Raman normalizados con respecto al pico $1190\text{ cm}^{-1}$ para diferentes concentraciones de glucosa. (b) Variación del parámetro relación de áreas en función de la concentración de glucosa.....	99
Figura 4.14. Espectros Raman correspondientes al agua, orina y glucosa en orina. ....	100
Figura 4.15. Preformas luminiscentes creadas en el CSIC empleando (a) la técnica de extrusión y (b) la técnica de molde.....	102
Figura 4.16. (a) Preforma posicionada en la torre de estirado previo a su estirado. (b) Estirado de la preforma, donde se observa la zona de estrechamiento. ....	102
Figura 4.17. Varias muestras de FOP luminiscentes fabricadas. ....	103
Figura 4.18. Espectros de (a) absorción y (b) emisión de las cuatro FOP dopadas. ....	104
Figura 4.19. Potencia absorbida por cada FOP dopada en función de la potencia de excitación. ....	105
Figura 4.20. (a) Intensidad a la salida de las FOP en función de la distancia de propagación en la fibra. (b) Valor medio de la longitud de onda de la emisión en función de la distancia de propagación en la fibra.....	106
Figura 4.21. Coeficientes de atenuación de las FOP. ....	106
Figura 4.22. Potencia medida a la salida de las FOP en función de la longitud iluminada con el simulador solar.....	107

Figura 4.23. Potencia a la salida de las FOP y temperatura de las mismas durante 10 horas de iluminación con el simulador solar. ....	108
Figura 4.24. Imágenes obtenidas con un microscopio óptico correspondientes a las secciones transversales de una FOP dopada con rodamina B, con diferentes tiempos de inmersión. De izquierda a derecha, 0 horas, 30 horas, 54 horas y 96 horas.....	110
Figura 4.25. Variación de la penetración del dopante (círculos azules) y de la anchura de penetración en la FOP (cruces verdes) en función del tiempo de inmersión, para seis temperaturas diferentes: 10 °C, 20 °C, 30 °C, 40 °C, 45 °C, y 50 °C. Las líneas continuas representan el ajuste con respecto al grosor de la FOP para cada temperatura..	111
Figura 4.26. Espectros de absorción y emisión de las FOP dopadas con rodamina B (temperatura de inmersión 10 °C). Longitud de onda de excitación: 520 nm; longitud de fibra: 4 cm. ....	112
Figura 4.27. Imagen de dos FOP dopadas por inmersión a diferentes temperaturas (10 °C y 35 °C). ....	113
Figura 4.28. Coeficientes de atenuación medidos para FOP sin dopar y para FOP dopadas con rodamina B a 10 °C y a 20 °C. ....	113
Figura 4.29. Intensidad de la emisión en función del tiempo de excitación para FOP dopadas a 10 °C. Longitud de onda de excitación: 520 nm; longitud de fibra: 4 cm. ....	114
Figura 4.30. (a) Estructura formada por un núcleo sólido y cuatro anillos formando el revestimiento. (b) Resultados de la simulación, en la que se muestra la distribución espacial de potencia o campo cercano. ....	116
Figura 4.31. (a) Preforma primaria para la fabricación de FOPM monomodo. Imágenes SEM de (b) preforma intermedia de 4 mm de diámetro y (b) región del núcleo y revestimiento de la FOPM final, de 335 $\mu\text{m}$ de diámetro.....	116
Figura 4.32. (a) Imagen de la distribución espacial de potencia en (a) la superficie completa de la FOPM y en (b) la región del núcleo de la FOPM con una capa de PC. ....	117
Figura 4.33. Montaje empleado para medir la birrefringencia inducida por curvatura. ....	118

Figura 4.34. Valores experimentales de la birrefringencia en función de la curvatura de la FOPM. ....	118
Figura 4.35. Montaje empleado para medir la birrefringencia inducida por torsión. ....	119
Figura 4.36. Valores experimentales de la variación de la polarización a la salida de la FOPM en función de la torsión inducida en la FOPM. ....	119
Figura 4.37. (a) Birrefringencia inducida por una fuerza externa $f$ . (b) Montaje empleado para medir la variación de la polarización a la salida de la FOPM en función de la fuerza aplicada transversalmente. Leyenda: PL: polarizador lineal; CC: célula de carga.....	120
Figura 4.38. Birrefringencia fotoelástica inducida en función de la fuerza aplicada de forma transversal a la FOPM dispuesta sobre un surco en V.....	121
Figura 5.1 Portada de la revista Polymer international.....	128
Figura A. 1 Torre de fabricación empleada en este trabajo de tesis.....	136
Figura A. 2 Mecanismo de sujeción directo.....	137
Figura A. 3 Mecanismo de sujeción con soporte de acero. (a) Tres soportes con cabezales de diferentes diámetros. (b) Sujeción de la preforma empleando un soporte de acero. ....	138
Figura A. 4 Horno infrarrojo. (a) vista acimutal. (b) vista lateral. ....	141
Figura A. 5 (a) Detalle del pirómetro en el horno IR. (b) Detalle del agujero existente en el cilindro de vidrio. Una elipse azul de puntos indica su posición en la imagen.....	142
Figura A. 6 Dos imágenes del horno IR en las que se puede observar el cilindro roscado en dos posiciones distintas. ....	142
Figura A. 7 (a) Esquema que muestra la disposición de los termopares en el horno IR. (b) Imagen de los termopares en su posición inicial.....	143
Figura A. 8 Temperaturas de los 6 termopares suspendidos en el horno IR.....	144
Figura A. 9. Dos preformas creadas empleando la técnica de apilamiento de capilares, con diferente geometría y material. ....	145
Figura A. 10 Test de funcionamiento del horno IR.....	146
Figura A. 11 Test de funcionamiento del horno IR, empleando la técnica de calentamiento descendente. ....	147

Figura A. 12 Horno resistivo. (a) Interior del horno resistivo, en que se observa la resistencia calentadora. (b) Cilindros de acero de diferentes diámetros. ....	148
Figura A. 13 Cilindro extensor del horno resistivo .....	149
Figura A. 14 Representación de la configuración empleada para medir el perfil de temperatura en los hornos.....	150
Figura A. 15 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas.....	151
Figura A. 16 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con ambos hornos encendidos.....	152
Figura A. 17 Temperatura en el interior del horno resistivo sin el uso de la junta de separación (línea roja) y con la junta de separación en su posición (línea azul).....	153
Figura A. 18 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con la junta de separación y con el horno IR apagado.....	154
Figura A. 19 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con la junta de separación y con el horno IR al 20 % de su potencia máxima.....	155
Figura A. 20 Detalle de la unidad de control de diámetro de la fibra.....	156
Figura A. 21 (a) Sistema de poleas de tracción. (b) Regulador neumático de presión.....	157
Figura A. 22 Cabestrante principal .....	158
Figura A. 23 Sistema de recogida de la fibra. ....	159

# Índice de Tablas

Tabla 1.1. Comparación de algunas propiedades materiales de los polímeros y del sílice [23].....	6
Tabla 1.2. Comparativa de las respuestas de sensores basados en FOPM y fibras de sílice con RPL y RDB, tomadas de las referencias indicadas. Hay que tener en cuenta que las respuestas pueden variar en función de la estructura de la fibra. ....	15
Tabla 2.1. Brocas empleadas en el análisis de taladrado profundo sobre preformas de PMMA. ....	35
Tabla 2.2. Parámetros de taladrado seleccionados para cada broca. ....	37
Tabla 2.3. Tiempo empleado en el taladrado de la geometría de 4 anillos y 60 agujeros para cada una de las brocas analizadas, junto con la longitud de la preforma obtenida. ....	45
Tabla 2.4. Parámetros de las barras que forman la preforma.....	53
Tabla 3.1. Diámetros y velocidades del proceso de estirado directo de una preforma de 40 mm a fibra de 1 mm. ....	68
Tabla 3.2. Valores cuantitativos de los parámetros que caracterizan la geometría de la preforma primaria estructurada y de la preforma intermedia... ..	71
Tabla 3.3. Relación entre los parámetros característicos de la geometría considerando la preforma primaria y la preforma intermedia. ....	71
Tabla 3.4. Valores de velocidades y diámetros empleados en los distintos procesos de estirado.....	78
Tabla 3.5. Diámetros y velocidades correspondientes a dos procesos de estirado a fibra.....	79
Tabla 4.1. Parámetros medidos de las muestras de PMMA elaboradas.....	101
Tabla 4.2. Eficiencias de acoplamiento en condiciones de iluminación lateral. ....	105
Tabla A.1 Propiedades termo-físicas del PMMA y del aire.....	139



# Capítulo 1

## Introducción

*Resumen-* En este capítulo se realiza un resumen del contexto en el que se engloba el trabajo realizado en esta tesis: el diseño y la fabricación de fibras ópticas de polímero (FOP), con especial énfasis en las FOP microestructuradas (FOPM). Además, se presentan los objetivos y la estructura de la tesis.

En la década de los 50 algunas de las primeras fibras ópticas se fabricaron empleando núcleo de polímero con un revestimiento con índice de refracción ligeramente inferior. Estas primeras fibras rudimentarias proporcionaban un pobre guiado de la luz con enormes pérdidas. En paralelo, se desarrollaron las fibras de dióxido de silicio, comúnmente llamado sílice, empleando en algunos casos polímeros como material de revestimiento. Una década más tarde las pérdidas por absorción eran demasiado elevadas llegando a alcanzar los 1000 dB/km para fibras ópticas de sílice lo cual limitaba las distancias de transmisión a unas docenas de metros [1]. Para entonces Charles Kao había predicho teóricamente que empleando sílice puro era posible transmitir señales de luz alcanzando los 100 km de distancia, muy por encima de lo alcanzado en esos momentos [2]. Gracias al trabajo de su grupo entre otros, se desarrollaron de forma satisfactoria fibras de sílice que presentaban pérdidas próximas a 20 dB/km [3]. Ya en los años 70, era posible la fabricación de fibra de sílice en grandes cantidades y bajo precio con pérdidas por debajo de 1 dB/km en la parte infrarroja del espectro [4]. Estos éxitos provocaron el desarrollo del primer sistema de comunicaciones basado en fibra óptica en 1976 [3]. Actualmente las fibras de sílice forman las redes troncales de los sistemas de comunicaciones más modernos con atenuaciones de 0.15 dB/km a 1550 nm [5]. por su parte, la primera fibra óptica de polímero fabricada conocida con el nombre Crofon<sup>TM</sup> fue inventada por Dupont en 1973 [6]. La fibra presentaba un perfil de salto de índice con un núcleo multimodo fabricado en Polimetilmetacrilato (PMMA) y la atenuación era próxima a los 1000 dB/km a 650 nm. En 1972 Toray Co., Ltd. presentó la primera FOP de salto de índice (FOP-SI) fabricada con núcleo de poliestireno con una atenuación de 1100 dB/km a 670 nm [7, 8]. Tres años más tarde Mitsubishi Rayon Co., Ltd. comercializó la primera FOP-SI fabricada en PMMA [3]. Las FOP fabricadas en esa

época prácticamente alcanzaban el límite teórico de atenuación de 125 dB/km a la longitud de onda de 650 nm. De cualquier manera, debido al gran éxito de las fibras de sílice en esa época, el desarrollo de las FOP quedó aparcado por sus bajas prestaciones para las comunicaciones. Esto era debido a las mayores pérdidas intrínsecas de los polímeros en comparación con el sílice.

Ya en el siglo XXI las FOP han conseguido convertirse en una alternativa viable a las fibras de sílice en aplicaciones concretas como la automoción, la iluminación o el sensado. De hecho, la gran mayoría de las FOP están fabricadas en PMMA un material cuyo módulo de Young es 30 veces menor que el del sílice, y que además presenta un coeficiente termo-óptico mayor que el sílice [5]. Otra ventaja de las FOP está relacionada con la compatibilidad biológica del PMMA [9], además de una mayor capacidad de absorción de agua [10] y mayores límites de elongación, parámetro este muy atractivo para el desarrollo de sensores [11]. A primeros de los 90 Kuzyk *et al.* demostraron por primera vez la posibilidad de fabricar FOP-SI con guiado monomodo [12]. El éxito de este trabajo abrió la posibilidad de explorar diferentes tecnologías basadas en FOP [11, 13, 14]. De cualquier manera, la mayor parte de los polímeros (excluyendo los materiales fluorados) presentan una ventana de transmisión en la región visible del espectro en la cual resulta complicado obtener el guiado monomodo debido al balance entre el contraste del índice de refracción y el radio del núcleo. Una solución a este problema fue desarrollada en el 2001 por van Eijkelengborg *et al.* [15] empleando un diseño de FOP microestructurada (FOPM) basándose en el trabajo de Knight *et al.* [16] que fueron pioneros en la fabricación de la primera fibra de sílice “agujereada” también conocida como fibra de cristal fotónico. En concreto, la estructura creada en la fibra permite la transmisión monomodo en todas las longitudes de onda para las cuales el material es transparente.

## 1.1 Tipos de fibra óptica

Podemos clasificar las fibras ópticas como fibras ópticas convencionales y fibras ópticas microestructuradas (FOM), también conocidas como fibras de cristal fotónico (FCF). Ambos tipos de fibras pueden ser fabricadas empleando tanto sílice como polímeros. A su vez, las fibras convencionales pueden clasificarse en fibras ópticas de salto de índice (FO-SI) y fibras ópticas de índice gradual (FO-IG).

### 1.1.1 Fibras convencionales

La estructura de la FO-SI puede observarse en la Figura 1.1, y está formada por el núcleo y el revestimiento, normalmente protegidos por una cubierta o *jacket* que aísla al núcleo y al revestimiento de agentes externos.

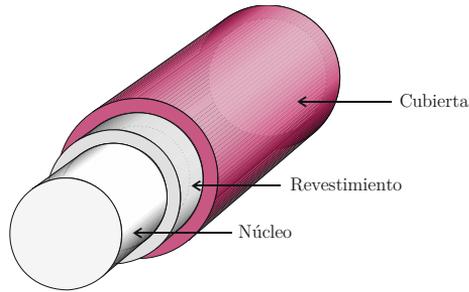


Figura 1.1. Estructura de una FOP

En las fibras de sílice convencionales tanto de salto de índice como de índice gradual se consigue el perfil de índice de refracción empleando la técnica de deposición de vapor química cuya variante más común es la deposición de vapor química modificada [17]. Este proceso permite depositar el sílice y varios dopantes como el germanio capa a capa en el interior de un tubo de sílice. Estas capas depositadas son el germen del núcleo y revestimiento de la futura fibra de sílice. Este tubo es posteriormente colapsado hasta crear un cilindro sólido conocido como preforma que posteriormente será estirado a fibra.

Las técnicas de deposición de vapor químico empleadas en la fabricación de fibras de sílice no son viables para la fabricación de fibras de polímero por lo que en la fabricación de las FOP se utilizan métodos alternativos. Uno de ellos consiste en polimerizar el núcleo y el revestimiento de manera separada tras lo cual el núcleo es insertado en el revestimiento. De manera alternativa es posible fabricar primero el núcleo y posteriormente añadir un revestimiento sobre el mismo [4] un tercer método consiste en fabricar primero el revestimiento y polimerizar posteriormente el núcleo en el interior del revestimiento [18].

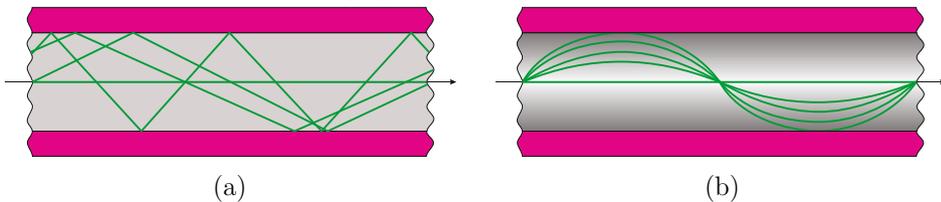


Figura 1.2. Propagación de rayos de luz en FOP (a) SI e (b) IG.

### 1.1.2 Fibras microestructuradas

Existe otro tipo de fibra óptica conocidas como fibras microestructuradas en las cuales la luz se confina en el núcleo debido a una estructura de agujeros que forma una geometría y en la cual los agujeros son paralelos al eje de la fibra. Las primeras FOM fueron fabricados en sílice en 1996 por Knight *et al.* [16]. Estas fibras conocidas también como fibras agujereadas han permitido el desarrollo de múltiples aplicaciones en diferentes áreas. En concreto se definen una serie de parámetros tales como la distancia entre el centro de los agujeros ( $\Lambda$ ) o los diámetros de los agujeros ( $d$ ) que pueden ser diseñados en función de las propiedades ópticas deseadas.

Es posible clasificar las FOM en dos tipos principales en función del mecanismo de guiado: aquellas en las cuales la luz se guía mediante el principio de reflexión total interna modificada (RTIM) y aquellas en las cuales el confinamiento de la luz se debe a la inexistencia de una solución exacta a las ecuaciones de Maxwell para el campo electromagnético en el revestimiento (mecanismo basado como bandas fotónicas prohibida). Un ejemplo de cada tipo de FOM se observa en la Figura 1.3.

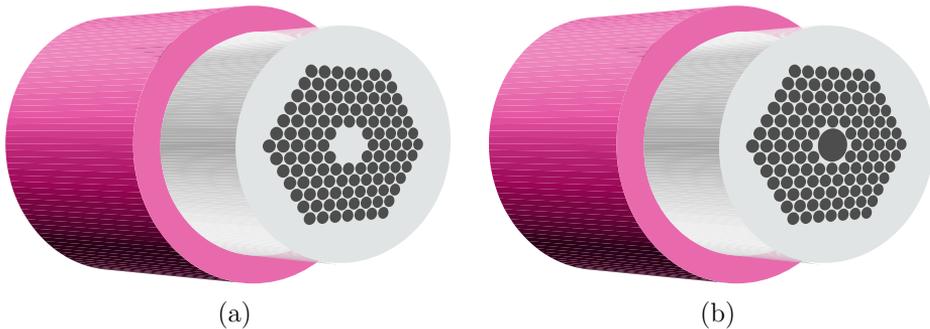


Figura 1.3. Ejemplos de FOPM (a) con núcleo sólido y guiado por RTIM y (b) con núcleo hueco en el cual las bandas fotónicas prohibidas confinan la luz en el núcleo.

Entre las ventajas que ofrecen las FOM destacan la posibilidad de controlar la dispersión, y la posibilidad de conseguir un guiado monomodo [19] en un ancho rango de longitudes de onda ( $\lambda$ ). los modos guiados pueden concentrarse en un pequeño área del núcleo permitiendo alcanzar elevadas intensidades en la fibra obteniendo así efectos no lineales para aplicaciones como la generación de supercontinuo [20]. Además, si se diseñan estructuras asimétricas las fibras pueden ofrecer alta birrefringencia manteniendo el estado de polarización de la luz durante su propagación en la fibra [21]. Otra ventaja de las fibras microestructuradas es la posibilidad de ajustar la dispersión controlando la proporción de aire en la estructura

( $d/\Lambda$ ) [22]. El potencial de este tipo de fibras es enorme y presentan un futuro más que prometedor.

En una microestructura con agujeros longitudinales organizados con una geometría hexagonal, el guiado monomodo en un ancho rango del espectro se obtiene cuando se cumple la condición  $d/\Lambda < 0,42$  independientemente del material del que esté formada la FOM [19]. En la Figura 1.4 se muestra el diagrama de fase desarrollado por Mortensen *et al*, en el cual se resume el régimen de guiado en la FOM en función de la relación  $d/\Lambda$  y  $\lambda/\Lambda$ .

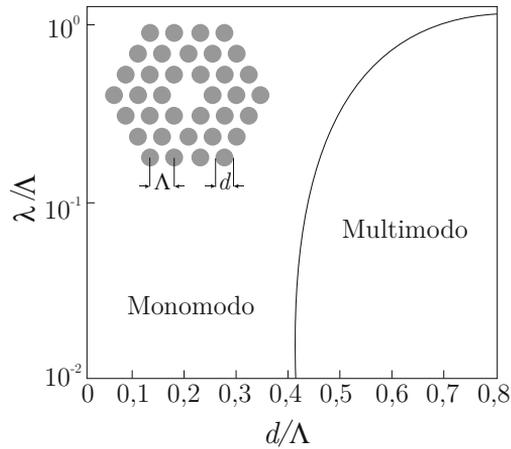


Figura 1.4. Diagrama de fase monomodo-multimodo [22].

## 1.2 Polímeros

Históricamente, el material más empleado para la fabricación de fibras ópticas ha sido el sílice. De cualquier manera, ciertas limitaciones han impulsado el desarrollo de las FOP, empleando diferentes materiales poliméricos, con especiales propiedades algunas muy apropiadas para ciertas aplicaciones. Si comparamos las fibras de polímero con las fibras de sílice, es cierto que las FOP presentan mayores pérdidas, lo cual limita su uso a aplicaciones de corto alcance. Pero, por otro lado, son muchas las ventajas que presentan los polímeros con respecto al sílice. Entre otras, podemos destacar que el módulo de Young es considerablemente menor, el límite elástico es mayor, y presentan coeficientes termoópticos mucho mayores. En la Tabla 1.1 se muestran algunas de las propiedades de los polímeros en comparación con el sílice.

Tabla 1.1. Comparación de algunas propiedades materiales de los polímeros y del sílice [23].

Propiedad	Polímero	Sílice
Módulo de Young (GPa)	2-3	72
Límite elástico	<10 %	~1 %
Coefficiente de expansión térmica (K <sup>-1</sup> )	9·10 <sup>-5</sup>	5,5·10 <sup>-7</sup>
Coefficiente termo-óptico (K <sup>-1</sup> )	-1,1 · 10 <sup>-4</sup>	9,2·10 <sup>-6</sup>
Temperatura de transición vítrea (°C)	90-150	2000

Además, los polímeros destacan por su flexibilidad y su comportamiento no quebradizo, que junto con la biocompatibilidad los hacen adecuados para aplicaciones biomédicas.

Otra ventaja que presentan los polímeros con respecto al sílice es la posibilidad de dopar la matriz con materiales orgánicos tales como colorantes fluorescentes o materiales fotosensibles como la rodamina [24, 25, 26], en concreto algunos materiales orgánicos pueden ser mezclados con el polímero durante la fase de polimerización, previo al calentamiento y estirado de la fibra incluso pueden ser integrados en la matriz del polímero por inmersión [24]. Por su parte en las fibras de sílice no es posible incorporar materiales orgánicos debido a las altas temperaturas de transición del vidrio (alrededor de 2000 °C) a cuyas temperaturas los materiales orgánicos se descomponen [27].

Un aspecto muy importante y que limita el uso de nuevos polímeros es su compatibilidad con el proceso de fabricación. Sea cual fuere el polímero con el que se pretende diseñar y fabricar FOPM, éste debe cumplir una serie de condiciones con respecto al peso molecular, polidispersión, o nivel de impurezas, de manera que el estirado de la preforma hasta llegar a la fibra sea correcto. Hoy en día el polimetilmetacrilato (PMMA) se mantiene como el polímero más empleado en la fabricación de FOPM, pero es cada vez más común el empleo de otros polímeros, con diferentes índices de refracción, ventanas de transmisión o temperaturas de transición vítrea ( $T_g$ ), en función de las aplicaciones para las que se diseñan las FOPM.

A continuación, se muestran las propiedades de los polímeros más empleados en la fabricación del FOP.

- Polimetilmetacrilato

Entre los diferentes materiales poliméricos el más popular y más extensamente empleado en la fabricación de FOP es el PMMA, conocido comercialmente como

Plexiglas®. Este material polimérico se crea mediante la polimerización del monómero metilmetacrilato (MMA). El PMMA es un compuesto orgánico que forma largas cadenas con pesos moleculares medios próximos a los 110000 g/mol una  $T_g$  de alrededor de 110 °C [4] y un índice de refracción de 1,49 a 589 nm [28]. Presenta una resistencia a la tracción de entre 48 MPa y 76 MPa, consiguiendo elongaciones de hasta un 10 % en polímero y un 40 % en fibra [13]. Adicionalmente, el PMMA absorbe agua del ambiente externo (0,3 %/día) [29], lo cual puede ser útil para el desarrollo de sensores de humedad, pero a su vez una propiedad indeseada para aplicaciones como la transmisión de datos debido a las pérdidas provocadas por la absorción. La estructura química del PMMA puede verse en la Figura 1.5, en ella puede observarse que cada monómero está compuesto por 8 enlaces C-H, siendo las vibraciones de estos enlaces la principal causa de atenuación en estos polímeros [30].

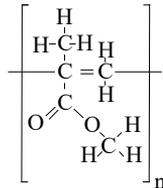


Figura 1.5. Estructura química del PMMA.

Debido a la elevada calidad del PMMA tales como su elevada transparencia, relativamente bajo coste, facilidad de procesado y resistencia intrínseca, será el material empleado en la mayor parte de esta tesis y algunos de sus parámetros más importantes para su fabricación serán detallados en el capítulo 2.

- Policarbonato

El policarbonato (PC) es otro polímero comúnmente empleado para la fabricación de fibra óptica. Se crea a partir de la polimerización de bisphenol-A con carbonylchloride o diphenylether-96. La estructura química del PC se observa en la Figura 1.6.

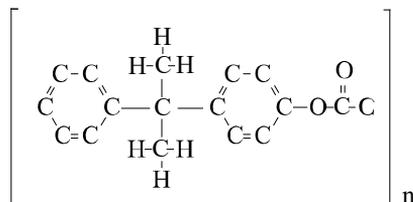


Figura 1.6. Estructura química del PC.

La primera FOP de PC fue fabricada por Fujitsu en 1986 en la cual el núcleo era de PC y el revestimiento de polyolefin [8]. A pesar de sus elevadas pérdidas, el PC presenta un índice de refracción de 1,58 (589 nm) y una  $T_g$  elevada alrededor de los 145 °C [31], por lo que normalmente se utiliza en aplicaciones en las que se requiere alta estabilidad térmica. Por último el PC presenta gran flexibilidad a la curvatura y un límite de elasticidad elevado, siendo buena candidata para el desarrollo de sensores de elongación [32].

- Poliestireno

La primera FOP fabricada en poliestireno (PS) fue presentada por Toray Co. Ltd. en 1972 con una atenuación de 1100 dB/km, y en teoría la atenuación del PS puede reducirse hasta los 70 dB/km a 670 nm [33]. Presenta un índice de refracción de 1,59 a 589 nm, una  $T_g$  de alrededor de los 100 °C y una resistencia a la tracción de entre 30 y 90 MPa [28]. El PS puede obtenerse mediante polimerización térmica sin el empleo de ningún iniciador a diferencia del PMMA. Su estructura química puede observarse en la Figura 1.7.

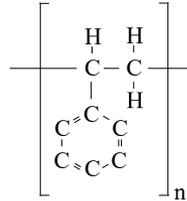


Figura 1.7. Estructura química del PS.

- Polímero perfluorado

Empleando complejos procesos químicos, se han desarrollado nuevos polímeros, más complejos y costosos, que presentan una menor atenuación en la región visible e infrarroja del espectro. En el caso del polímero perfluorado CYTOP<sup>®</sup>, desarrollado por Asahi Glass Co., Ltd. En el mismo se sustituyen las moléculas de hidrogeno por moléculas de flúor. El mayor peso molecular del flúor reduce la frecuencia de las vibraciones moleculares, desplazando las líneas de absorción asociadas a longitudes de onda superiores, disminuyendo así la absorción en la región visible e infrarroja del espectro [34]. La estructura química del CYTOP<sup>®</sup> se muestra en la Figura 1.8.

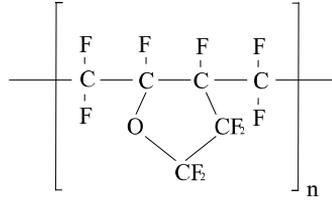


Figura 1.8. Estructura química del CYTOP®.

El CYTOP® presenta una transparencia excelente debido a las estructuras cíclicas de la cadena principal. Además, presenta una solubilidad excelente en solventes fluorados, así como estabilidad térmica, elevado aislamiento eléctrico, baja absorción de agua, bajo índice de refracción [35]. En 1995 el profesor Koike de la Universidad de Keio presentó la FOP de índice gradual (FPO-IG) fabricada en CYTOP®, comercializada posteriormente por Asahi Glass Co., Ltd con el nombre Lucina. Esta FOP presenta una atenuación de 10 dB/km a 1000 nm y 15 de/km a 1300 nm [36], lo cual resulta excelente para aplicaciones de datos de corto alcance.

- Polímero de olefina cíclica/Copolímero de olefina cíclica

Con el nombre de polímero de olefina cíclica (POC) y copolímero de olefina cíclica (COC) se designan a varios tipos de polímeros amorfos hechos por varios fabricantes de polímeros. Los POC se obtienen por polimerización de diversos monómeros cíclicos seguido por hidrogenación, y se comercializan con las marcas ARTON, Zeonex y Zeonor. Por otro lado, existen varios tipos de COC comerciales basados en diferentes tipos de monómeros cíclicos y métodos de polimerización. Los COC se producen por copolimerización en cadena de monómeros cíclicos, y se comercializan con las marcas TOPAS y APEL principalmente [37]. La estructura química de los COC se muestra en la Figura 1.9.

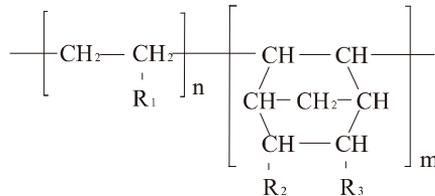


Figura 1.9. Estructura química del COC.

Son amorfos y, por lo tanto, altamente transparentes en el visible, con alto índice de refracción, ligeros, exhiben buena resistencia mecánica, baja absorción de agua y tienen un alto  $T_g$  dependiendo de la estructura de la cadena [23].

### 1.3 Fibra óptica de polímero microestructurada.

Combinando las excelentes propiedades de las FOM y los polímeros se han desarrollado las FOPM. En 2001 van Eijkelengborg *et al.* [15] fabricaron la primera FOPM, y desde entonces, se han desarrollado con éxito diferentes FOPM con variadas geometrías en función de las aplicaciones deseadas.

Entre las FOPM fabricadas podemos destacar las FOPM-IG [38, 39], las FOPM monomodo [40], las FOPM de alta birrefringencia [38, 41], las FOPM doble núcleo [38], las FOPM multinúcleo [42], las FOPM de núcleo suspendido [43], las FOPM de núcleo hueco (FOPM-NH) [39] y las FOPM con estructura mallada (*Kagome lattice*) [44]. Además, las FOPM no se han utilizado solo para las longitudes de onda ópticas, sino también para guías de onda en la región espectral de los terahercios [45, 46]. Algunas de las FOPM fabricadas hasta la fecha pueden observarse en la Figura 1.10.

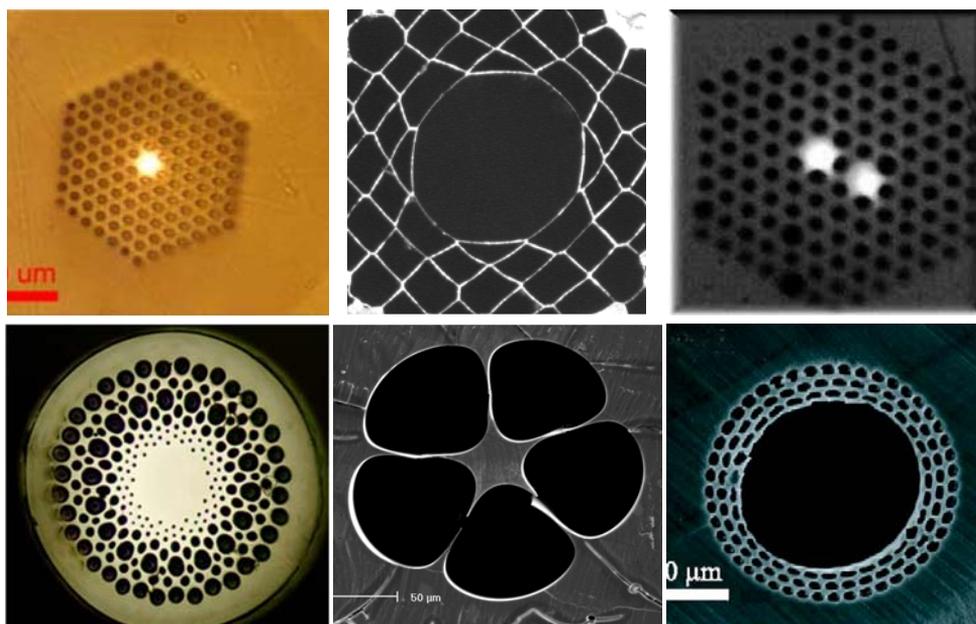


Figura 1.10. FOPM con diferentes geometrías.

---

## 1.4 Fabricación de fibra óptica de plástico microestructurada.

En el proceso de fabricación de FOPM se puede diferenciar dos etapas claramente diferenciadas. La primera, consiste en diseñar y obtener la preforma de lo que más adelante será la FOPM. La preforma determinará las propiedades fundamentales de la fibra, ya que contiene la estructura de la FOPM a escala superior. En la segunda etapa, se lleva cabo el estirado de la preforma a fibra, empleando para ello una torre de estirado.

### 1.4.1 Creación de la preforma

Las excelentes propiedades de los polímeros, con temperaturas de fabricación menores que el sílice y mecanizado más sencillo, hacen factible el empleo de diversas técnicas de fabricación, en función de la aplicación para la que se desee diseñar la fibra microestructurada. A continuación, se describen las técnicas más empleadas para la creación de preformas.

- Taladrado

Una de las técnicas más extendidas, y a su vez la pionera entre todas [15], es el taladrado o *drilling*. En este caso, con el empleo de un centro de mecanizado con control numérico (CCN), se taladra un cilindro sólido de polímero, diseñando la estructura deseada a escala macrométrica. Permite obtener preformas muy precisas además de ser una técnica muy versátil, dado que permite obtener estructuras variadas sin más que cambiar la ubicación de los agujeros taladrados en el cilindro de polímero. Pero presenta ciertas limitaciones, como el diámetro y la longitud de las brocas, que limitan la posibilidad de obtener preformas de gran longitud. Por ello, en algunos casos se ha taladrado el cilindro por ambas caras [47], lo que aumenta la longitud de la preforma al doble de la longitud de la broca, aunque los agujeros quedarán con un pequeño desalineamiento entre sí. Además, la baja  $T_g$  de los polímeros condiciona el proceso de taladrado, por lo que es necesario ajustar parámetros como la velocidad de rotación o velocidad de avance, así como taladrar los agujeros con múltiples picoteos secuenciales (taladrando pocos milímetros en cada pasada y extrayendo la broca y eliminando la viruta constantemente). Este taladrado discontinuo permite limpiar la broca y refrigerar el agujero en cada extracción, evitando que el polímero se funda y se adhiera a la broca. Como consecuencia, se requieren tiempos elevados para la elaboración de la preforma, no válidos para fabricación a escala. En este trabajo de

tesis se analiza en profundidad y de forma empírica la posibilidad de optimizar la técnica de creación de preformas por taladrado empleando brocas con refrigeración interna.

- Apilamiento de capilares

Otra técnica cada vez más empleada es la basada en el apilamiento de tubos capilares o *capillary stacking*. En este caso, la preforma se fabrica apilando barras y tubos capilares. Una vez diseñada la estructura se introducen en un tubo externo para conformar la preforma. Esta técnica de creación de preformas permite obtener una enorme fracción de aire en la preforma, con núcleos huecos separados por finísimas paredes. La fabricación de fibras de núcleo hueco se consigue sustituyendo la barra central por un capilar [44, 48, 49]. Además, esta técnica permite obtener preformas estructuradas de gran longitud. Como desventaja, la técnica de apilamiento de capilares es un proceso de larga duración dado que previamente es necesario fabricar tubos y barras de diámetro constante y adecuado para el apilamiento, a lo que hay que añadir la necesidad de eliminar la carga estática entre capilares. Además, el ensamblado es un proceso manual y no automatizable y durante la etapa de estirado se requiere un calentamiento muy preciso que garantice que la estructura no se deforme.

- Extrusión de preformas

En esta técnica, la mezcla de monómeros, la resina o incluso un polímero es calentada a una temperatura óptima, tras lo cual se aplica una presión sobre la mezcla fundida que atraviesa una máquina extrusora [50]. El cabezal de la extrusora contendrá un diseño inverso al deseado en la preforma fabricada. Esta técnica permite fabricar preformas de gran diámetro con un gran número de agujeros mediante un proceso automatizado. Además, permite fabricar preformas con agujeros no circulares, con gran fracción de aire y de gran longitud [50, 51]. Como desventaja requiere un conocimiento preciso de las propiedades químicas de los materiales empleados, así como de las temperaturas empleadas durante el proceso.

- Moldeado de preformas

En esta técnica se diseña previamente un molde en el que se fijan barras metálicas que definirán la posición de los agujeros en la preforma. En este molde se vierten los precursores químicos (monómero, iniciador, agente de transferencia) necesarios para la polimerización [52]. Una vez finalizada la polimerización, se retiran las barras metálicas y se extrae del molde la preforma estructurada que estará preparada para el estirado a fibra. Para una creación de preformas de alta calidad es

---

necesario evitar la aparición de burbujas durante la polimerización, así como minimizar la rugosidad de los agujeros.

- Impresión 3D

Recientemente, impulsado por las continuas mejoras que está experimentando la fabricación aditiva, las impresoras 3D están comenzando a ser utilizadas para la fabricación de preformas estructuradas [53, 54]. Mediante el proceso conocido como moldeo por deposición fundida un filamento de polímero se hace pasar por una boquilla que se encuentra a una temperatura elevada 200 °C - 250 °C, elevando la temperatura del polímero muy por encima de su  $T_g$  y depositándola en capas sobre una base, dando lugar a la preforma estructurada. La estructura es diseñada en una etapa anterior mediante un programa software de diseño de estructuras. Si bien una impresora 3D con varias extrusoras permitiría fabricar preformas combinando diferentes polímeros, entre los problemas que presenta este método de fabricación a día de hoy destacan la baja resolución de las impresoras 3D para fabricar agujeros de 1 – 2 mm con alta calidad, la elevada duración del proceso, así como la falta de un material con la calidad óptica necesaria.

#### 1.4.2 Estirado de la preforma a fibra

Una vez obtenida la preforma de lo que será la FOPM, empleando cualquiera de las técnicas anteriormente indicadas, es el momento de afrontar la segunda etapa en el proceso de fabricación. Esta segunda etapa consiste en el estirado de la preforma, empleando para ello una torre de fabricación de fibra, para obtener fibra microestructurada del diámetro deseado, del orden del centenar de micras, y manteniendo la estructura diseñada en la preforma, con mínimos cambios. Esta etapa de estirado puede a su vez dividirse en varias etapas intermedias, en las que la preforma se reduce a preformas de diámetro inferior, conocidas como cañas, que multiplican las posibilidades de diseño de las fibras. Así, es posible fabricar fibras con microestructura del orden de unas pocas micras y elevado diámetro externo encamisando las cañas intermedias en capilares diseñados ad-hoc, como se puede observar en la Figura 1.11. Otra posibilidad es diseñar una nueva preforma combinando cañas intermedias. En este proceso de estirado, la preforma atraviesa al menos un horno, alcanzando una temperatura superior a la  $T_g$ , disminuyendo su viscosidad, y estirándose hasta alcanzar el diámetro deseado para la fibra microestructurada. Durante el estirado de la preforma, la microestructura está expuesta a posibles cambios, y parámetros como la temperatura o la tensión de estirado pueden provocar variaciones en la microestructura. Además, emplear una

presión positiva o negativa de aire en esta etapa de la fabricación también puede resultar determinante, puesto que presiones positivas pueden aumentar los diámetros de los huecos en la microestructura, mientras que presiones negativas pueden llegar a colapsar los agujeros. En este trabajo de tesis, se detallarán todos los parámetros clave en el proceso de fabricación de FOPM.

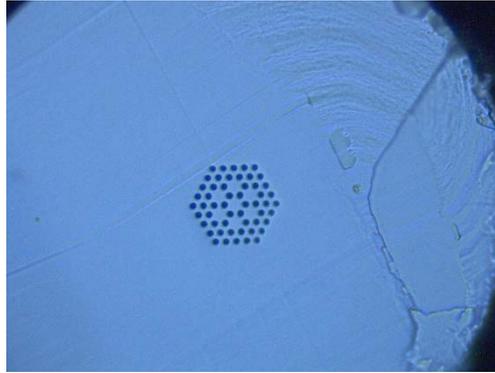


Figura 1.11. FOPM fabricada en la torre de estirado, de diámetro exterior 250  $\mu\text{m}$  y microestructura de 40  $\mu\text{m}$  de diámetro.

## 1.5 Sensado óptico con FOPM

Las excelentes y variadas prestaciones que ofrecen las fibras microestructuradas, más allá de lo que las fibras convencionales pueden ofrecer, en combinación con las ventajas de utilizar polímeros como material de fabricación ha propiciado el desarrollo de múltiples y prometedoras aplicaciones de sensado.

Las FOPM monomodo ofrecen prestaciones mejoradas con respecto a las fibras de vidrio en el campo del sensado, debido a las excelentes propiedades de los polímeros, muy eficientes como sensores de humedad, temperatura, presión y elongación. En éste campo, se han desarrollado sensores con excelentes resultados empleando FOPM en las que se han grabado tanto redes de difracción de Bragg (*RDB*) como redes de difracción de periodo largo (*Redes de Periodo Largo, RPL*) [55, 56].

Entre las propiedades de los polímeros, destacan su elevado límite elástico, cercano al 10 %, con una tensión de ruptura próxima al 20 %, y un coeficiente termo-óptico entre  $-1,1 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$  y  $-15 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$  [5]. Entre otras ventajas, los sensores en FOPM ofrecen un rango dinámico mucho mayor que los sensores basados en vidrio. Además, el valor de Young del PMMA presenta valores bajos, alrededor de 3 GPa, mientras que el de las fibras de sílice es de 70 GPa. Si bien el PMMA es el polímero

más utilizado para desarrollar sensores de Bragg, últimamente se está utilizando diferentes polímeros alternativos como el PC [32] cuya  $T_g$  de 145 °C es una de las mayores entre los polímeros transparentes. Sin embargo, ambos polímeros son muy sensibles a la humedad, por lo que al absorber agua se producen cambios en el índice de refracción y en el tamaño de la fibra lo que afecta a la longitud de onda de Bragg. Por ello, cada vez más se están utilizando polímeros insensibles a la humedad como son el Zeonex y el TOPAS [57, 58], que permiten realizar sensores de Bragg de esfuerzo y alta temperatura sin ninguna afección de la humedad.

Además de las RDB, se han desarrollado FOPM sobre las que se han grabado RPL con resonancias en el rango visible (500-750 nm) donde los FOPM de PMMA son los más transparentes [59]. De esta forma, se ha conseguido desarrollar detectores de elongación, humedad, temperatura, presión y biosensado con muy buenas prestaciones [60, 61, 62]. Algunos de los resultados publicados se resumen en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Comparativa de las respuestas de sensores basados en FOPM y fibras de sílice con RPL y RDB, tomadas de las referencias indicadas. Hay que tener en cuenta que las respuestas pueden variar en función de la estructura de la fibra.

<b>Tipo Sensor</b>	<b>Respuesta Elongación (nm/%)</b>	<b>Respuesta temperatura (nm/°C)</b>	<b>Respuesta Humedad (nm/10%)</b>
FOPM RPL de PMMA (visible)	-11	0,2	0,5
FOPM RDB de PMMA (~1550 nm)	13	-0,08	0,5
FOPM RDB de PMMA (~800 nm)	7,1	0,2	0,5
FOP RDB de PMMA (~1550 nm)	13	-0,055	0,35
FOP RDB de PMMA (~800 nm)	7,1	0,2	0,5
FO RDB de sílice (~1550 nm)	13	0,014	0,0028
FOPM RDB de Zeonex (~850 nm)	7,7	0,024	0,0075
FOPM RDB de TOPAS (~870 nm)	6,4	-0,06	-
FOPM RDB de PC (~890 nm)	7,1	-0,03	

Otro campo donde las FOPM están teniendo un impacto importante es el biosensado. Las FOPM con un revestimiento formado por agujeros tienen la capacidad de aumentar la interacción entre la luz guiada y la solución donde estará el material que se desea detectar. En el caso de las FOPM-NH, dado que el campo óptico está

prácticamente confinado en la muestra líquida, aumenta la superposición luz-muestra, lo que permite reducir la longitud de interacción necesaria para la detección. Además, la colocación de los elementos a detectar en el interior de los agujeros los aísla y los protege del exterior. Emiliyanov *et al* [9] demostró el concepto de un nuevo biosensor de fibra óptica, donde las propiedades bioquímicas de los COC se utilizan para detectar selectivamente diferentes anticuerpos en soluciones acuosas. Para ello, la superficie interna de una FOPM de núcleo sólido se funcionaliza para enlazar selectivamente un anticuerpo determinado. Aunque la luz se limita al núcleo, el campo evanescente interactúa fuertemente con los anticuerpos enlazados a la superficie de los agujeros en el borde del núcleo y posteriormente son detectados por el etiquetado fluorescente. En otros casos, se ha detectado gas amoníaco recubriendo las paredes internas con una fina capa de acetato de celulosa dopada con eosina y utilizando el nitrógeno como gas portador [63] o se ha recubierto las paredes internas de la FOPM de PMMA con dos fluoróforos para detectar oxígeno [64] lo que abre el campo de las FOPM a la detección de gases.

Empleando FOPM-NH, otra técnica que proporciona excelentes resultados para el sensado consiste en aplicar un tratamiento químico, distribuyendo de forma homogénea nanopartículas metálicas (de oro o plata fundamentalmente) en la superficie de los huecos o agujeros de la FOPM, generando plasmones de superficie. Esta técnica ofrece una gran sensibilidad junto con un detallado espectro molecular empleando la espectroscopia Raman de superficie amplificada (ERSA). Empleando sensores FOPM-NH, se ha conseguido detectar concentraciones de 200 nM de Rodamina 6G [65].

## 1.6 Objetivos y descripción general de la tesis

El proceso de fabricación de fibra óptica, tanto estándar como microestructurada, se divide en dos etapas bien diferenciadas. Una primera etapa en la que se diseña y se crea la preforma, que es una versión a gran escala de la fibra deseada, y que incluye la estructura en el caso de fabricar FOPM. Esta etapa se realiza con anterioridad al empleo de la torre de fabricación, y existen diferentes técnicas de fabricación de preformas. En una segunda etapa, ya empleando una torre de fabricación de fibra, se lleva a cabo el proceso de calentamiento y estirado de la preforma hasta obtener la FOPM final, con las dimensiones y estructura deseadas.

En este trabajo de tesis se han desarrollado técnicas avanzadas para la fabricación de FOPM de forma precisa y controlada. En el primer bloque (capítulo 2)

se analizan las técnicas de taladrado profundo y de apilamiento de capilares, empleadas en la creación de preformas estructuradas de alta calidad, partiendo de cilindros monolíticos de polímeros de elevada calidad óptica. En el segundo bloque (capítulo 3), se detalla el proceso de estirado de las preformas a FOPM, donde es necesario un control absoluto de la unidad de calentamiento y estirado. Por último, en el tercer bloque (capítulo 4) se muestran algunas de las FOPM diseñadas y fabricadas, validando su empleo en diversas aplicaciones, que van desde sensores de curvatura, rotación o presión, hasta biosensores de glucosa.

Además, se ha incluido el Apéndice I que ofrece información adicional relativa a la torre de estirado, en la que se detallan algunos aspectos que no han sido incluidos en el cuerpo de la tesis y que merecen una explicación adicional.

Por lo tanto, los objetivos de esta tesis se integran en tres bloques: creación de preformas de alta calidad, estirado de las preformas a FOPM y fabricación de FOPM específicas para aplicaciones. A continuación, se detallan las tareas que forman cada uno de los objetivos.

### 1.6.1 Creación de preformas

Empleando las técnicas de taladrado y apilamiento de capilares, los objetivos parciales para la creación de preformas estructuradas de alta calidad son los siguientes:

- Obtención de preformas empleando el mecanizado por extracción de viruta empleando brocas de refrigeración interna y relación longitud/diámetro elevado (taladrado profundo). Por un lado, la refrigeración interna permite reducir en gran medida el tiempo necesario para la creación de la preforma, y por otro lado, la elevada longitud de las brocas en relación a su diámetro, permite obtener preformas primarias de elevada longitud. Hasta la fecha, las preformas estructuradas primarias de mayor longitud no superan los 70 mm con brocas de 2 mm.
- Taladrado de agujeros de diámetro pequeño de manera que sea posible obtener preformas con un elevado número de agujeros en un área pequeña.
- Controlar la calidad de los agujeros perforados. Para ello, se llevará a cabo un exhaustivo análisis experimental de parámetros como la cilíndricidad, la coaxialidad, la desviación en el diámetro y la rugosidad de los agujeros.

- Automatización del proceso de taladrado, posibilitando la creación de preformas de alta calidad en un tiempo reducido y de manera reproducible.
- Creación de preformas empleando la técnica de apilamiento de capilares de forma controlada, eliminando la carga estática y creando estructuras con gran cantidad de aire, mediante capilares fabricados en la propia torre de estirado.

### 1.6.2 Estirado de preformas a FOPM

Empleando la torre de estirado disponible en nuestro laboratorio, los objetivos parciales para conseguir un preciso estirado de las preformas a FOPM son los siguientes:

- Análisis experimental detallado de los dos hornos que forman la unidad de calentamiento, el horno infrarrojo (IR) y el horno resistivo. El diseño de la unidad de calentamiento es un factor determinante en el proceso de estirado de la FOPM. Durante la etapa de estirado, la preforma atraviesa la unidad de calentamiento a una velocidad que permite elevar la temperatura del polímero suficientemente por encima de su  $T_g$ . Esto provoca que su viscosidad caiga a un nivel donde el polímero pueda ser estirado fácilmente, formando la región conocida como zona de estrechamiento. Para minimizar la deformación de la microestructura de la FOPM con respecto a la estructura de la preforma, es fundamental conseguir un perfil de temperatura radial lo más uniforme posible en el interior de la preforma.
- Controlar la técnica de encamisado simple y múltiple, de manera que permita aumentar el diámetro de la FOPM manteniendo la microestructura con diámetros próximos a las micras.
- Controlar de manera precisa la presión de aire aplicada a las FOPM durante su estirado. En función de la microestructura deseada, será necesario controlar la presión de aire positiva introducida en los agujeros, e incluso es posible que se requiera presión negativa en caso de buscar el colapso de los agujeros.

### 1.6.3 Fabricación de FOPM específicas para aplicaciones

Una vez controlados los procesos de creación de preformas y su estirado a FOPM, se plantea como otro objetivo de esta tesis la fabricación de FOPM, FOP estándar y FOP dopadas, para su empleo en aplicaciones específicas. Considerando las diversas líneas de investigación del grupo APG, se van a fabricar fibras de polímero para las siguientes aplicaciones:

- FOPM-NH para aplicaciones de biosensado. En este caso, se fabricarán FOPM-NH de 4, 5 y 6 anillos, con un núcleo hueco, con el objetivo de rellenar el núcleo con soluciones que contengan glucosa y validar su uso como sensor de glucosa empleando la espectroscopia Raman amplificada en FOPM. En función de los resultados, se fabricarán FOPM variando parámetros como el tamaño del núcleo, el número de anillos o la disposición de los mismos.
- FOPM de múltiples anillos y núcleo sólido para aplicaciones de sensado de curvatura, presión y rotación. El objetivo es fabricar FOPM en las cuales la polarización varía de manera controlada, pudiendo medir cambios de presión, rotación y elongación.
- FOP dopada para su empleo en concentradores solares. Partiendo de preformas dopadas con materiales fluorescentes, son estiradas a FOP de núcleo sólido y se caracteriza su respuesta en concentradores solares, midiendo parámetros como la eficiencia óptica, la absorción y la emisión espontánea.
- FOP estándar desnuda, sin revestimiento, para su empleo como detector de glucosa. Basándonos en el sensado por onda evanescente, se crean muestras de FOP desnuda en forma de U con el objetivo de detectar glucosa en disoluciones líquidas, sumergiendo la FOP en las disoluciones correspondientes.



# Capítulo 2

## Técnicas de fabricación de preformas estructuradas

*Resumen-* En este capítulo se detalla el proceso de creación de preformas estructuradas como primera etapa en el proceso de fabricación de FOPM. En primer lugar, se analiza en detalle la técnica de taladrado, que en el caso de materiales poliméricos resulta muy versátil y ofrece excelentes resultados. Empleando la técnica de taladrado profundo con brocas de refrigeración interna, se lleva a cabo un riguroso análisis empírico en el que se analiza la calidad de las preformas creadas. Además de unos excelentes resultados en los parámetros de calidad analizados, ésta técnica permite reducir de manera muy significativa el tiempo requerido para la creación de la preforma. En la segunda parte del capítulo se demuestra la viabilidad de emplear la técnica de apilamiento de capilares para la creación de preformas estructuradas de polímero.

Las FOPM pueden ser diseñadas y fabricadas empleando prácticamente cualquier geometría, generalmente con una simetría longitudinal a lo largo del eje de la fibra, ofreciendo la posibilidad de adecuarlas a infinidad de aplicaciones. Las estructuras creadas pueden estar formadas tanto por agujeros o canales de aire como por materiales con diferentes índices de refracción y, por lo tanto, el abanico de posibilidades de guiado de la luz en el interior de la fibra es elevado [1,2]. Así, es posible fabricar FOPM donde el mecanismo de guiado está basado en la reflexión total interna modificada (RTIM), ofreciendo la posibilidad de fabricar FOPM con propiedades de transmisión imposibles de conseguir en FOP convencionales, como fibras birrefringentes o fibras monomodo en todo el espectro visible. También es posible conseguir fibras cuyo mecanismo de guiado está basado en bandas fotónicas prohibidas, donde es posible guiar la luz a través del aire e incluso a través de gases.

Históricamente, el taladrado ha sido un método comúnmente empleado para la creación de la estructura en las preformas. Incluso en el caso del sílice, el primer cristal fotónico fue fabricado mediante el taladrado de un cubo de material dieléctrico de elevado índice de refracción, en 1991 [66]. En el caso del sílice, al tratarse de un

material frágil y quebradizo, es muy probable que el proceso de taladrado genere pequeñas imperfecciones, y como consecuencia de ello se produzcan fracturas en la preforma, fundamentalmente en la dirección radial. Por esta razón, en el caso de las fibras de sílice, el taladrado ha sido desplazado por el apilamiento de capilares como técnica más empleada para la creación de las preformas [67]. Sin embargo, en el caso de los polímeros, con propiedades mecánicas y térmicas muy diferentes al sílice, el taladrado se ha consolidado como el método más empleado y exitoso para la fabricación de preformas de diferentes polímeros [15, 47].

En el caso de las FOPM, además del taladrado, debido a las propiedades de los polímeros empleados, resultan adecuadas otras técnicas como el apilamiento de capilares, la extrusión o la polimerización [7] para la creación de las preformas estructuradas, permitiendo obtener geometrías no realizables por taladrado, así como aumentar las longitudes de las preformas. Otra gran ventaja de las FOPM en comparación con las fibras microestructuradas de sílice viene determinada por las propiedades mecánicas de los polímeros. En concreto, mientras la viscosidad de los polímeros estirables a fibra es del mismo orden de magnitud que la del sílice (a sus respectivas temperaturas de estirado), la tensión superficial de los polímeros es un orden de magnitud menor que la del sílice, minimizando así los efectos adversos como la distorsión de los canales de aire y el colapso de los mismos [2].

En este capítulo, se analiza la fabricación de la preforma tanto empleando la técnica de taladrado como la de apilamiento de capilares. En el caso de creación de preformas por taladrado, a partir de un cilindro monolítico de polímero de elevada calidad óptica, en nuestro caso se ha optado por cilindros de PMMA, se crea la estructura macrométrica, que tras el estirado se convertirá en la microestructura de la fibra. En el caso de la fabricación de preformas por apilamiento de capilares, se han empleado tubos y barras de polímero, que mediante el proceso manual que se describirá más adelante, permiten componer una preforma estructurada. A modo de ejemplo, en la Figura 2.1 se muestran algunas preformas con diferentes estructuras, creadas a lo largo de este trabajo de tesis.

## 2.1 Materiales



Figura 2.1. Secciones transversales de algunas preformas creadas empleando las técnicas de taladrado y apilamiento de capilares.

Un factor fundamental en la fabricación de las FOPM es la elección del polímero para la elaboración de la fibra. La técnica de creación de la preforma debe adecuarse al polímero que compone la preforma sólida. El polímero más comúnmente utilizado es el PMMA, debido a sus excelentes propiedades ópticas, si bien se utilizan otros polímeros como el policarbonato (PC), el poliestireno (PS), o el copolímero de olefina cíclica (COC). El PMMA pertenece a la familia de los acrílicos, y su estructura química se muestra en la Figura 2.2.

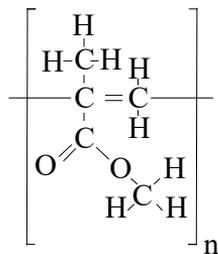


Figura 2.2. Estructura química del PMMA.

Las propiedades mecánicas asociadas a los materiales poliméricos son en gran medida consecuencia de su peso molecular, y por lo tanto, resulta crítico controlar este parámetro, garantizando la idoneidad del polímero para su empleo en el proceso de calentamiento y estirado de la fibra. En la mayoría de los casos, las cadenas de los polímeros presentan longitudes diferentes, y por lo tanto, diferentes pesos moleculares. Es por ello que se emplea el término promedio del peso molecular. Su valor se puede indicar mediante una expresión del tipo:

$$\bar{M} = \sum_i n_i \cdot M_i, \quad 2.1$$

donde  $n_i$  es el número de moléculas con un grado de polimerización dado y  $M_i$  es el peso molecular correspondiente a dicha fracción. Así, se puede utilizar bien la fracción en número ( $n_x$ ) o bien la fracción en peso ( $w_x$ ), obteniéndose por lo tanto pesos moleculares diferentes: el peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) y el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ). Quedando la ecuación 2.1 modificada para cada caso de la siguiente forma:

$$M_n = \sum_x n_x \cdot M_x \quad 2.2$$

$$M_w = \sum_x w_x \cdot M_x \quad 2.3$$

En el caso del PMMA de calidad óptica, los valores típicos para el peso molecular promedio en peso, aunque dependen del proceso de polimerización [23, 68], son cercanos a  $M_w = 110000$  g/mol [69]. Otro parámetro fundamental que afecta al estirado de la preforma a fibra es la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), que en el caso del PMMA se sitúa en el rango entre 105 °C y 120 °C.

Dependiendo de la técnica empleada, las preformas de PMMA obtenidas presentan diferencias en cuanto al peso molecular promedio, la polidispersidad, el grado de entrelazado e incluso el nivel de impurezas. Todo ello resulta crítico, puesto que determina la viscosidad de la preforma, y por lo tanto, la capacidad de estirado de la preforma a fibra [46]. Con el objetivo de garantizar la idoneidad de las preformas empleadas en nuestros procesos de fabricación, se han realizado medidas

experimentales de la  $T_g$  y del  $M_w$  relativas a 14 preformas sólidas de PMMA, comercializadas por Evonik Industries [70].

Para ello, se han utilizado tres termoanalíticas. La calorimetría diferencial de barrido (DSC), permite obtener las temperaturas en las que el polímero experimenta transiciones de fase, como puede ser la temperatura de transición vítrea o temperatura a la que las cadenas del polímero presentan cierta movilidad. La Cromatografía de Permeación de Gel (CPG) permite conocer la distribución de los pesos moleculares del polímero utilizado, extrayendo el  $M_w$ . El análisis termogravimétrico (ATG) es una técnica en la que se determina la variación de la masa de la muestra en función del tiempo o de la temperatura, y por tanto, aporta información sobre la temperatura a la que comienza a degradarse el polímero.

Los resultados correspondientes a la  $T_g$  y  $M_w$  se muestran en la Figura 2.3. Siete de las preformas medidas corresponden a diferentes muestras de cilindros PLEXIGLAS® GS (colada), y presentan elevados valores tanto de  $T_g$  como de  $M_w$ , mostrados en la parte superior derecha de la Figura 2.3. Por otro lado, las siete preformas que se corresponden con cilindros PLEXIGLAS® XT (extrusión), presentan valores significativamente menores tanto de  $T_g$  como de  $M_w$ , y se observan en la parte inferior izquierda de la Figura 2.3.

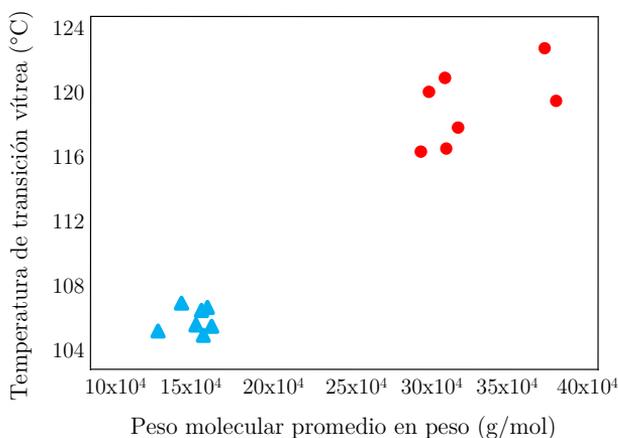


Figura 2.3. Relación entre  $T_g$  y  $M_w$  de diferentes preformas obtenidas por colada (GS) y extrusión (XT).

A partir de estos resultados empíricos, se observa que las preformas obtenidas mediante la técnica de extrusión presentan menores valores tanto de  $T_g$  como de  $M_w$  y, por lo tanto, son más adecuadas para el estirado a fibra. La longitud y el entrelazado

de sus cadenas permite que a la temperatura adecuada el material fluya. Por el contrario, las preformas obtenidas mediante la técnica de colada presentan mayores valores de  $T_g$  y  $M_w$ , indicando una mayor longitud de las cadenas que conforman el polímero, limitando su fluidez y su capacidad de estirado. En definitiva, este último tipo de preformas presenta un comportamiento poco adecuado, ya que presenta un comportamiento gomoso, manteniendo el diámetro constante, hasta que la temperatura excesivamente elevada degrada el material.

En cuanto a la temperatura a la que comienza a degradarse el polímero, los resultados del análisis termogravimétrico realizados sobre una preforma de 60 mm de diámetro se muestran en la Figura 2.4. De los resultados obtenidos, se observa que a la temperatura de 247,2 °C la  $M_w$  desciende al 99,2 % de su valor inicial, disminuyendo de manera brusca para temperaturas superiores.

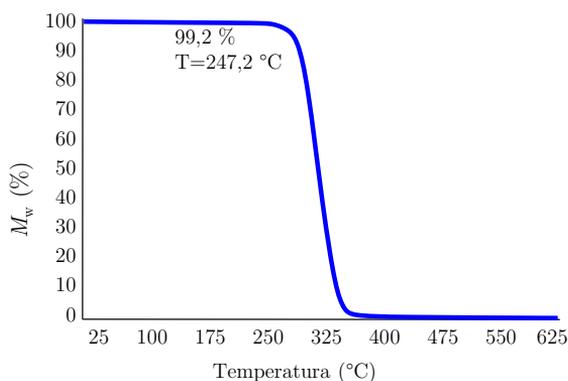


Figura 2.4. Análisis TGA sobre una preforma PMMA-XT.

Una propiedad muy importante del PMMA que se debe tener muy en cuenta es su capacidad de absorción de agua. Así, resulta imprescindible recocer las preformas antes de su estirado, para evitar la aparición de burbujas de aire durante el proceso de calentamiento de la preforma. Para ello, es necesario mantener las preformas de polímero en un horno en condiciones de baja humedad y a elevada temperatura, pero siempre por debajo de la  $T_g$ . En nuestro caso, se mantienen las preformas a 90 °C durante un tiempo aproximado de 14 días. Como ejemplo de las consecuencias de un incorrecto proceso de recocido, la Figura 2.5 muestra una preforma que no ha sido sometida al proceso de recocido, y que en consecuencia se han formado burbujas durante el proceso de calentamiento en el horno.

Existen otros factores que también se deben considerar con vistas a un correcto proceso de estirado de las preformas a fibra. En este sentido, también es

necesario garantizar una correcta distribución de la masa molar, así como la inexistencia de monómeros que no reaccionen durante la fase de polimerización, o pequeñas impurezas.

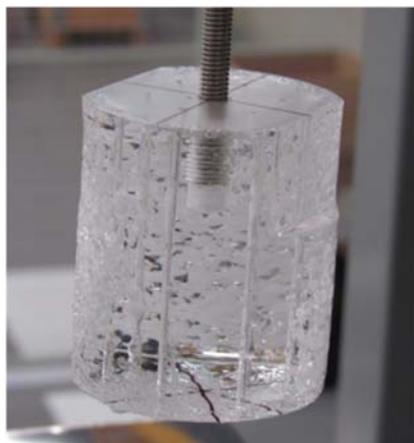


Figura 2.5. Imagen de una preforma de PMMA con burbujas, tras el calentamiento en el horno de la torre de estirado. Estas burbujas evidencian la ausencia del proceso de recocido necesario durante la fase de fabricación de la preforma.

Como se ha indicado anteriormente, dependiendo de la técnica empleada en la creación de la preforma sólida, extrusión o colada, la longitud de las cadenas moleculares varía enormemente. Concretamente, las cadenas de longitud elevada aumentan el entrelazado del polímero, evitando que la preforma fluya a las temperaturas correspondientes, y por lo tanto, ofreciendo un comportamiento inadecuado. En este caso, la preforma, en lugar de reducir su diámetro y estirarse a fibra cuando se le aplica la tensión adecuada, se comporta de forma gomosa, sin posibilidad de estirado a fibra. En el caso de las preformas empleadas en nuestro laboratorio [70], las obtenidas empleando la técnica de extrusión (PMMA-XT) presentan un comportamiento correcto y son estirables a fibra, mientras que las obtenidas empleando la técnica de colada (PMMA-GS) se comportan de manera dúctil, pero no son estirables. A modo de ejemplo, en la Figura 2.6 se pueden observar tres procesos de estirado en diferentes condiciones. La Figura 2.6 (a) muestra un estirado correcto, mientras que la Figura 2.6 (b) muestra el estirado de una preforma a la cual se le ha aplicado un proceso de recocido incorrecto, y la Figura 2.6 (c) muestra el resultado de intentar estirar una preforma creada con la técnica de colada, con cadenas demasiado largas, y por lo tanto, proporcionando un comportamiento gomoso.

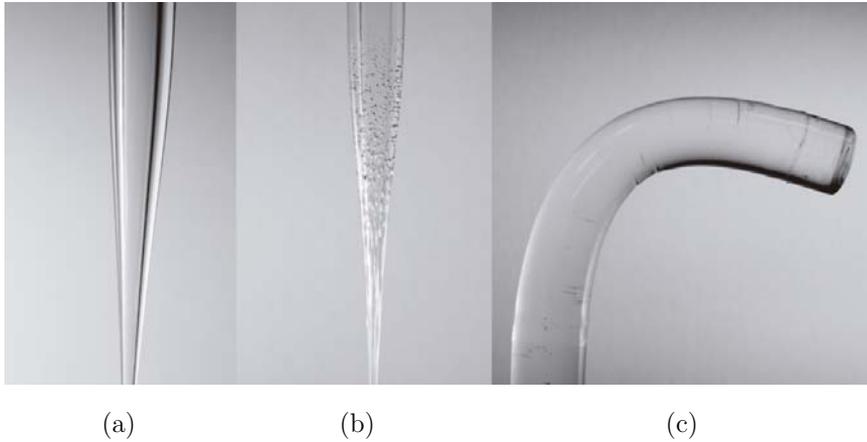


Figura 2.6. Preforma de extrusión (a) correctamente estirada, (b) con recocido incorrecto. (c) Comportamiento mecánico de una preforma de colada tras calentarse por encima de su  $T_g$ .

## 2.2 Técnica de taladrado por extracción de viruta

El empleo de la técnica de taladrado empleando centros de control numérico (CCN) ofrece la posibilidad de fabricar prácticamente cualquier geometría en las preformas, variando parámetros críticos como el diámetro de los agujeros o canales de aire, así como el espaciado entre los centros de los agujeros y su disposición en la preforma. Frente a la técnica de apilamiento de capilares, ofrece una mayor versatilidad en el diseño de geometrías que determinarán las propiedades de guiado de la luz en las fibras.

A modo de ejemplo, en la Figura 2.7 se puede observar el centro de mecanizado empleado en este trabajo de tesis, así como una vista lateral de una preforma durante el proceso de taladrado de una estructura.

Dependiendo de la estructura que se desee obtener en la fibra, la geometría taladrada sobre la preforma de PMMA puede contener un número elevado de agujeros, con una separación entre agujeros que puede llegar a ser muy pequeña. En función de la aplicación para la cual se diseña la FOPM, algunas geometrías requieren el taladrado de alrededor de 90 agujeros en una preforma de 60 mm de diámetro, haciendo imprescindible el uso de brocas con diámetro de 1 o 2 milímetros. Debido a la fragilidad de las brocas a medida que aumenta su longitud con respecto al diámetro, una de las mayores limitaciones de la técnica de taladrado es la longitud máxima de

las preformas obtenidas. Hasta la fecha, la longitud máxima de preforma obtenida con esta técnica no supera los 70 mm para agujeros de 2 mm [47]. En este campo, se ha realizado un profundo análisis experimental empleando brocas con una relación longitud/diámetro elevado (taladrado profundo o *deep-hole drilling*), obteniendo unos resultados excelentes que se mostrarán a continuación.



Figura 2.7. (a) Centro de control numérico empleado para el taladrado de las preformas. (b) Fabricación de una preforma empleando taladrado por extracción de viruta.

En este análisis de la técnica de taladrado, puesto que los polímeros son materiales blandos y presentan una conductividad térmica baja, (próxima a  $0,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ), es necesario adaptar de manera precisa los diferentes parámetros que caracterizan el proceso de taladrado, tales como la velocidad de corte, velocidad de rotación, velocidad de avance, profundidad de penetración, velocidad de salida de broca, o la refrigeración. De ello dependerá en gran medida la calidad de la geometría taladrada sobre la preforma.

En base a la experiencia adquirida, se puede afirmar que la viruta que se produce al taladrar sobre una preforma de PMMA es dúctil pero no se rompe, lo que genera largas cadenas de virutas que se extraen a través de la hélice de la broca, tal y como se puede observar en la Figura 2.8 (a). A medida que se aumenta la profundidad de taladrado, se produce un incremento en la temperatura por la fricción existente entre la broca y el polímero, provocando un ablandamiento y emblanquecimiento del polímero. Como consecuencia de este fenómeno, el polímero puede adherirse tanto a la herramienta de corte, taponando el agujero y pudiéndose incluso romper la broca (Figura 2.8 (b)) como a la superficie mecanizada, obteniéndose un taladrado de baja calidad (Figura 2.8 (c)). Por todo ello, será necesario que tanto el proceso de extracción

de la viruta como el proceso de refrigeración del agujero se realicen de forma continuada y eficiente durante el taladrado.

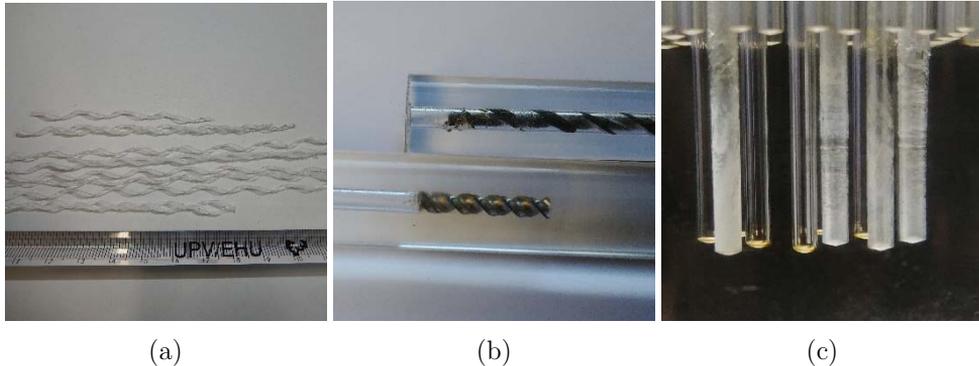


Figura 2.8. (a) Cadenas de viruta generadas durante el taladrado, (b) rotura de broca, y (c) taladrado de baja calidad.

En este escenario, a partir del empleo de preformas de polímero y brocas estándar (brocas de acero rápido), hay dos parámetros críticos sobre los que se puede incidir, permitiendo mejorar la técnica de taladrado: la longitud máxima de las preformas y el tiempo necesario para su taladrado. Hasta la fecha, las preformas de mayor longitud fabricadas no superan los 70 mm con agujeros de 2 mm de diámetro. Por otra parte, una geometría con 5 anillos y 90 agujeros requiere un mínimo de 10 horas de trabajo, empleando un centro de mecanizado y brocas estándar.

Por esta razón, en la siguiente sección se realiza un análisis exhaustivo de la técnica de taladrado profundo, introduciendo el empleo de innovadoras brocas para su uso en la fabricación de preformas.

### 2.2.1 Taladrado profundo

El taladrado profundo se emplea en procesos de mecanizado que requieren agujeros con una relación entre la longitud de penetración y el diámetro de los agujeros mayor que 10, pudiendo alcanzar valores de hasta 400 [71], lo que amplía su uso para aplicaciones que comprenden la industria del automóvil, la textil, aeronáutica, alimenticia o mecánica o médica. El diámetro de las brocas utilizadas puede abarcar diámetros inferiores al milímetro o incluso ser superiores al metro [72].

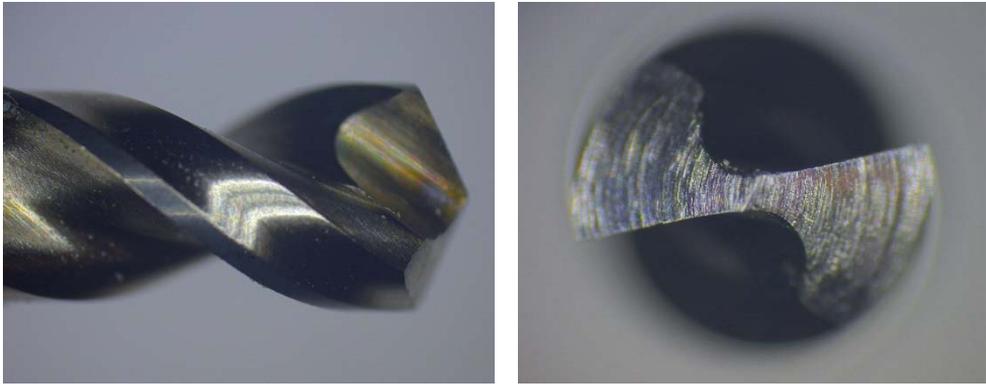
En esta sección se han analizado brocas de diferentes geometrías de corte, con diferentes mecanismos de refrigeración y diferente relación longitud/diámetro. El análisis se ha completado con un estudio de diferentes parámetros de la calidad de los agujeros taladrados con cada una de las brocas empleadas.

### 2.2.1.1 Brocas empleadas

Con el objetivo de evaluar y optimizar la técnica de taladrado profundo en polímeros, se han analizado tres tipos diferentes de brocas: brocas de acero rápido (en adelante BAR), brocas de carburo internamente refrigeradas (en adelante BCR), y brocas cañón de labio único (en adelante BCLU).

- Broca de acero rápido (BAR):

Es el tipo de broca más comúnmente empleada. Son brocas económicas y largas, con una capacidad de taladrar en longitud 40 veces el diámetro. El empleo de este tipo de brocas en el taladrado produce largas virutas en forma de espiral que fluyen a través de los canales helicoidales externos de la broca. Estas virutas, en su trayectoria provocan daños en las superficies internas de los agujeros taladrados, aumentando la rugosidad de las paredes de los agujeros. Además, pueden provocar el atasco del líquido refrigerante en su camino hacia la punta de la broca, aumentando la temperatura en el punto de taladrado. En este caso, el calor derrite el polímero, que se adhiere a la broca y puede provocar su ruptura. Por esta razón, el taladrado con brocas BAR se realiza con múltiples picoteos secuenciales, taladrando pocos milímetros en cada pasada y extrayendo y eliminando la viruta constantemente para evitar que esta se adhiera a la broca. Como consecuencia, se requieren tiempos elevados para la elaboración de la preforma, no válidos para fabricación a escala. En nuestras pruebas se ha empleado refrigeración externa continua, con el objetivo de enfriar y lubricar el agujero, minimizando la fricción entre el polímero y la broca. Si bien los primeros agujeros quedaban transparentes y sin marcas en las paredes internas de los agujeros, resulta prácticamente imposible conseguir un control preciso de la técnica de taladrado (baja reproducibilidad) y unas paredes internas con baja rugosidad. En la Figura 2.9 (a) se puede observar una vista lateral y una vista frontal (b) de una broca BAR.



(a)

(b)

Figura 2.9. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de acero rápido con refrigeración externa

- Broca de carburo refrigerada (BCR):

Las brocas integrales de carburo con refrigeración interna son brocas de carburo de wolframio, con una capacidad de taladrar en longitud 30 veces el diámetro. Destacan por su dureza, su resistencia y su capacidad de aguantar altas temperaturas, por lo que permite trabajar a altas velocidades de avance. Como se puede observar en las imágenes de la Figura 2.10, los agujeros de refrigeración recorren la broca en dirección axial desde el extremo superior hasta el extremo inferior siguiendo una trayectoria helicoidal. El líquido refrigerante enfría el punto de taladrado, provoca la rotura de las virutas, y retorna junto con las virutas por los canales externos helicoidales, empujando a las virutas en su trayectoria de salida. Con el objetivo de evitar el bloqueo de los canales de refrigeración y la consiguiente rotura de las brocas, tanto la viruta como el resto de impurezas deben ser filtradas en tamaño, evitando la recirculación de partículas con tamaños superiores a 8 micras.

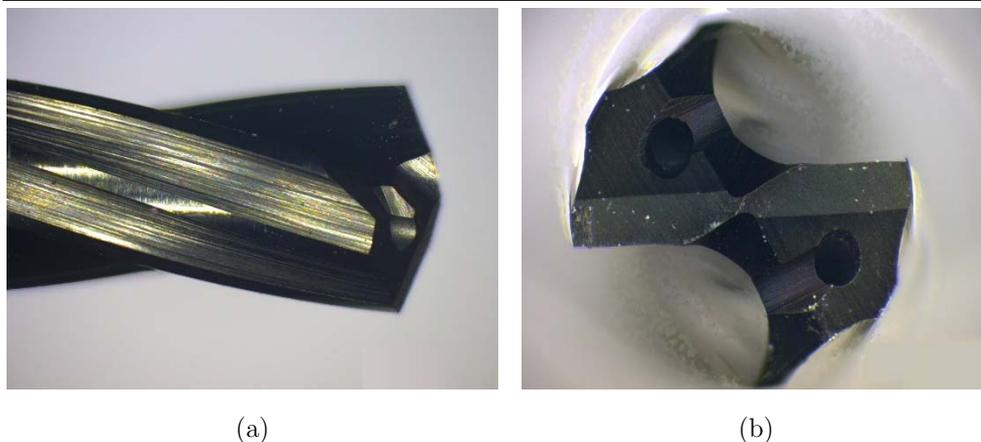


Figura 2.10. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de carburo refrigerada.

Las primeras brocas BCR empleadas eran brocas de hélice rápida, es decir, presentaban un paso helicoidal corto (ángulo de hélice alto). Debido al elevado número de hélices interiores resultantes, el caudal del refrigerante a la salida era muy pequeño, saliendo en forma de spray. Este efecto aumentaba al aumentar la presión del líquido refrigerante, que debía mantenerse por debajo de los 40 bars. Como alternativa, se probaron brocas de hélice lenta, con un paso helicoidal mayor, en la cual los agujeros siguen una trayectoria con un número de giros menor. En este caso, el caudal de líquido refrigerante a la salida aumentaba, facilitando la correcta extracción de la viruta por la hélice.

Si bien con brocas de 3 mm de diámetro se ha podido taladrar la preforma de manera continua en una sola pasada y sin picoteos, para brocas de 2 mm se han requerido 3 pasadas. Para las brocas de 2 mm los orificios de refrigeración son más pequeños que para las brocas de 3 mm y el líquido refrigerante interno no es capaz de extraer completamente la viruta, por lo que es necesario extraer la broca varias veces, para poder eliminar completamente la viruta acumulada en los canales helicoidales con ayuda del refrigerante externo. Por esta razón, en el análisis llevado a cabo, se han empleado solamente brocas de carburo con refrigeración interna de 3 mm, descartando las de 2 mm. Con este tipo de brocas, por un lado, se obtiene una menor rugosidad en las paredes de los agujeros y, por otro lado, debido al avance continuo de la broca, se reduce en gran medida el tiempo requerido para el taladrado de la estructura en la preforma.

- Broca cañón de labio único refrigerada (BCLU):

La estructura de la broca de labio único refrigerada es completamente diferente a la de (BCR), como se puede observar en la Figura 2.11.

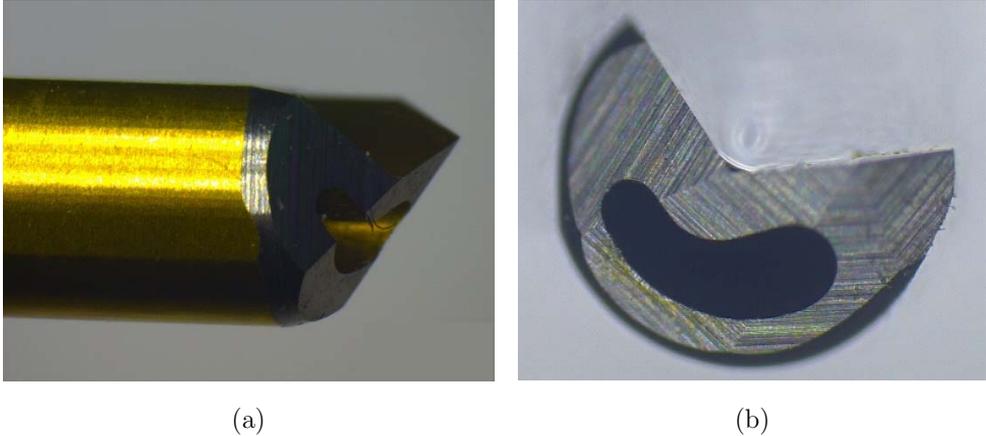


Figura 2.11. (a) Vista lateral y (b) vista frontal de una broca de labio único refrigerada.

Este tipo de brocas son cilíndricas, sin canales helicoidales, y como se puede ver en la Figura 2.11 (b) su estructura contiene un canal interno de refrigeración en forma de U, con trayectoria en línea recta, evitando la salida de refrigerante en forma de spray. Además, dispone de un canal externo en forma de V con trayectoria también en línea recta, que proporciona un mecanismo de auto-guiado y facilita el flujo de salida de la viruta junto con el líquido refrigerante. Este diseño de las brocas permite minimizar la rugosidad de las paredes de los agujeros [73], así como un ahorro significativo en el tiempo empleado en el taladrado.

Este tipo de brocas comenzaron a utilizarse para el taladrado de piezas en las que se quería perforar un agujero profundo en el eje central de la pieza (cañón del rifle, cuadros de bicicleta, etc.). En este caso es la pieza la que rota mientras la broca cañón solo se mueve en su eje longitudinal. Se utilizan bombas de hasta 100 bares y fluido de corte puro. En el ámbito industrial, al trabajar con longitudes de broca de incluso varios metros de longitud, es común utilizar lunetas o casquillos guía para evitar que se tuerza la broca.

Para la creación de preformas estructuradas, en función de la geometría diseñada para la estructura de la fibra, dado que es necesario taladrar unos 50-100 agujeros, se fija la preforma de PMMA a una mordaza y es la broca cañón la que rota. Se han utilizado brocas BCLU con una relación longitud/diámetro de 50, consiguiendo

perforar agujeros de 110 mm de longitud empleando brocas de 2 mm de diámetro y de 175 mm de longitud empleando brocas de 3 mm de diámetro.

Inicialmente para la broca de 2 mm, se comenzó taladrando en 3 pasadas (40 mm-80 mm-96 mm) después en 2 pasadas (60 mm, 96 mm), y finalmente en una única pasada (96 mm). Debido al gran caudal de líquido refrigerante en la punta de la broca, la viruta se extrae más fácilmente que en el caso de las BCR. Por ello, con este último tipo de brocas es posible completar el taladrado de los agujeros de 2 mm en una sola pasada, evitando los picoteos y los inconvenientes derivados del mismo.

Para el desarrollo de las medidas experimentales, se han seleccionado cuatro brocas, y con cada una de ellas se ha taladrado una preforma de idéntica geometría. Las cuatro brocas empleadas en nuestro análisis se muestran en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Brocas empleadas en el análisis de taladrado profundo sobre preformas de PMMA.

<b>Tipo broca</b>	<b>Diámetro (mm)</b>	<b>Relación long./diam.</b>	<b>Refrigeración</b>	<b>Identificador</b>
BAR	3	40	externa	BAR3
BCR	3	30	interna	BCR3
BCLU	3	50	interna	BCLU3
BCLU	2	50	interna	BCLU2

### 2.2.1.2 Proceso de taladrado

Para la automatización del proceso de taladrado se ha utilizado el centro multiproceso CNC Ibarma ZVH 38-L1600, y las preformas han sido fijadas al mismo empleando una mordaza de tres garras.

Una vez anclada la preforma y con anterioridad a la utilización de la broca de taladrado profundo, se han seguido una serie de pasos con el objetivo de conseguir un proceso de taladrado automatizado y reproducible que permita alcanzar excelentes resultados, los cuales serán analizados en detalle en la siguiente sección. En primer lugar, mediante una broca de avellanado de 90° se crea un agujero con forma cónica que facilite la entrada de las brocas de taladrado profundo. A continuación, empleando una broca piloto de carburo con seis fajas-guía, canales de refrigeración interna y ángulo de entrada de 140°, se perforan 10 mm de profundidad sobre los agujeros cónicos previamente marcados, facilitando el guiado y minimizando las desviaciones de la broca profunda seleccionada. Por último, la broca de taladrado profundo

taladrará el agujero que atravesará la preforma sólida de polímero. En la Figura 2.12 se representan las diferentes etapas empleadas en el proceso de taladrado descrito.

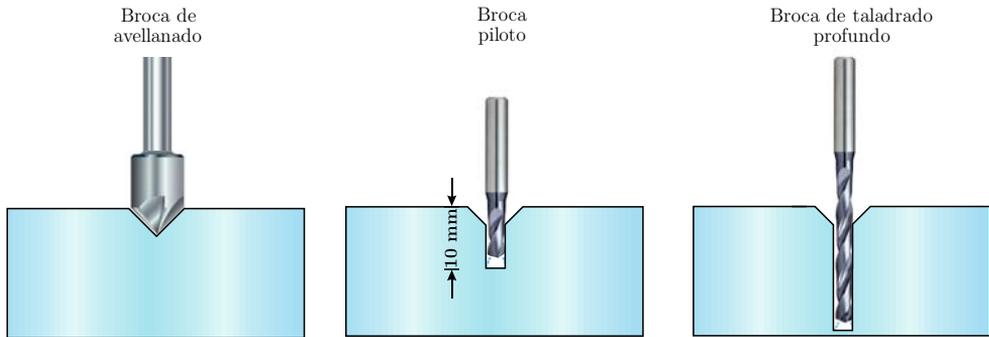
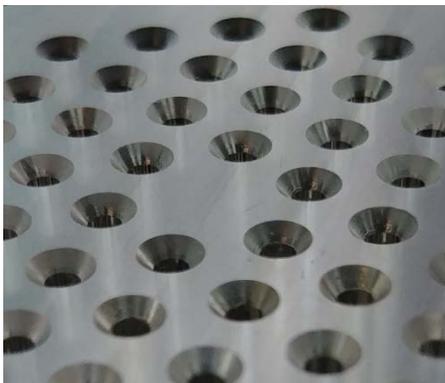


Figura 2.12. Diferentes brocas empleadas durante el proceso de taladrado profundo

Como ejemplo, en la Figura 2.13 (a) se muestra una preforma sobre la cual se han taladrado los agujeros con la broca de avellanado, y se observa en detalle el ángulo de entrada de los agujeros. Por su parte, en la Figura 2.13 (b), se muestra una vista lateral de una preforma sobre la cual se ha aplicado el taladrado con la broca piloto, y donde se observan los 10 mm iniciales de cada uno de los agujeros.



(a)



(b)

Figura 2.13. (a) Imagen del extremo superior de la preforma en la cual se observan los ángulos de entrada a los agujeros, creados con la broca de avellanado. (b) Imagen lateral del extremo superior de la preforma, en la cual se observan los 10 mm de profundidad taladrados empleando la broca piloto.

## Técnicas de fabricación de preformas estructuradas

Por otro lado, es necesario tener en cuenta las propiedades mecánicas y físicas de un material blando como es el PMMA, para poder ajustar debidamente los valores de varios de los parámetros de taladrado, como la velocidad de avance y la velocidad de rotación. De esta manera se consigue evitar fenómenos indeseados como el sobrecalentamiento de las brocas, el fundido del polímero, o la rugosidad excesiva de los agujeros. Los valores de los parámetros más significativos para cada broca se muestran en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2. Parámetros de taladrado seleccionados para cada broca.

Broca	Velocidad de avance (mm/min)	Velocidad de rotación (r.p.m.)	Longitud de la preforma (mm)
BAR3	-	1500	120
BCR3	800	8000	93
BCLU2	150	1500	110
BCLU3	150	1500	175

La geometría seleccionada para taladrar sobre las preformas sólidas de PMMA consiste en 4 anillos hexagonales, con un total de 60 agujeros. A modo de ejemplo, en la Figura 2.14 se muestra una de las 4 preformas taladradas.

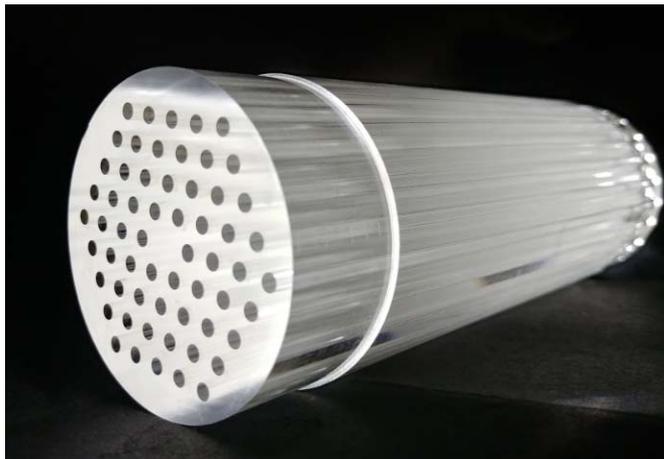


Figura 2.14. Imagen de una de las preformas de PMMA taladradas, donde se observa una estructura de cuatro anillos.

Una vez creadas las cuatro preformas, se han realizado medidas de diferentes indicadores de calidad que se describirán a continuación, empleando el equipamiento necesario y siguiendo los estándares correspondientes

### 2.2.1.3 Parámetros de calidad

Con el objetivo de evaluar de manera rigurosa y cuantitativa la calidad de los agujeros taladrados, se han medido y analizado diferentes parámetros de calidad conforme con lo establecido en varios estándares internacionales: desviación del diámetro, cilindricidad, coaxialidad y rugosidad de la superficie. En las ilustraciones mostradas en las Figura 2.15 y Figura 2.16 se definen de manera gráfica los parámetros de calidad medidos.

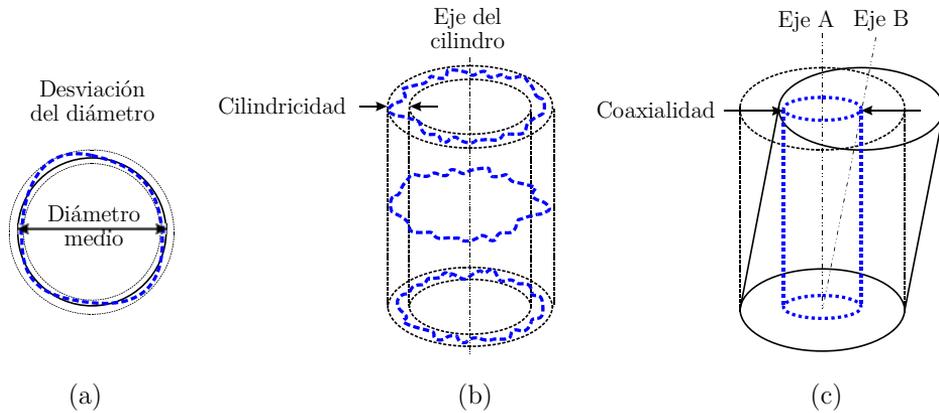


Figura 2.15. Ilustraciones en las cuales se representan de forma gráfica (a) el diámetro medio, (b) la cilindricidad, y (c) la coaxialidad de los agujeros taladrados.

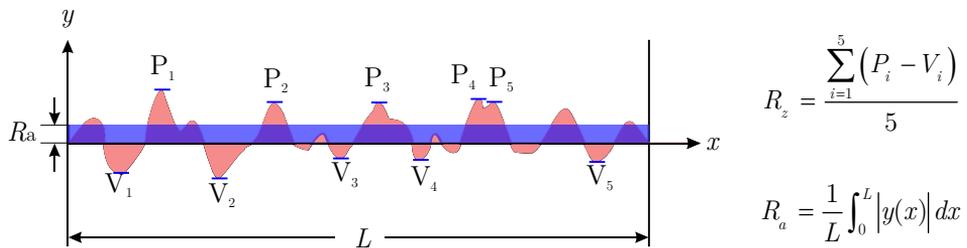


Figura 2.16. Ilustración en la cual se representan de forma gráfica los parámetros de calidad Rz y Ra empleados.

La desviación del diámetro representa la diferencia entre el diámetro medio del agujero medido y el diámetro de la broca empleada. Una desviación positiva indica que el diámetro del agujero medido es mayor que el diámetro de la broca.

La cilindridad representa la diferencia de los radios de dos cilindros coaxiales con la mínima separación radial posible, definidos de manera que, entre ambos esté contenida la superficie del cilindro taladrado.

La coaxialidad la define la posición del eje de la superficie cilíndrica taladrada (Eje B) con respecto al eje de otro cilindro recto que sirve de referencia (Eje A). La tolerancia de coaxialidad es dos veces la distancia radial máxima entre ambos ejes en diferentes planos o alturas del agujero taladrado.

Por último, la rugosidad superficial es otro parámetro de calidad importante que representa las irregularidades que se originan en la superficie o pared interna de los agujeros durante el proceso de taladrado. Dos parámetros muy empleados para cuantificar la calidad superficial son la profundidad de rugosidad media ( $R_z$ ) y el valor medio de la rugosidad ( $R_a$ ). Como se puede observar en la Figura 2.16,  $R_z$  es la media de los valores absolutos de las diferencias entre las cinco crestas del perfil más altas y las profundidades de los cinco valles del perfil más bajos, dentro de la longitud analizada. Por su parte,  $R_a$  es el equivalente a la altura de un rectángulo cuya longitud sea igual al tramo de medida completo y su superficie igual a la suma de las superficies comprendidas entre el perfil de rugosidad y la línea media.

#### 2.2.1.4 Resultados experimentales

Para la realización de las medidas correspondientes a las desviaciones en el diámetro de los agujeros, cilindridad y coaxialidad en cada uno de los 60 agujeros de las preformas, se ha empleado el sistema de medición por coordenadas Mitutoyo 7106. Cada uno de los agujeros ha sido medido en seis alturas o planos seccionales diferentes, concretamente a 11 mm, 15 mm y 20 mm de distancia con respecto a la superficie superior e inferior de la preforma, en adelante identificadas como zona entrada y zona de salida, respectivamente. En cada sección se han tomado cinco puntos equidistantes a lo largo del perímetro, es decir, separados por un ángulo de  $72^\circ$  ( $360/5$ ) en el plano perpendicular con respecto al eje del agujero. En cuanto a las medidas de rugosidad superficial de los agujeros, se ha empleado el verificador de rugosidad superficial Mitutoyo SurfTest SJ-500. En este caso, se ha medido la rugosidad en el tramo que va desde los 10 mm de profundidad a los 50 mm de profundidad de cada agujero, tanto en la zona de entrada como en la zona de salida de cada preforma. Cabe indicar que, en todas las medidas llevadas a cabo, se han evitado los primeros 10 mm de cada

agujero debido a que se corresponden con el taladrado realizado con la broca piloto, dado que el objetivo de las medidas es caracterizar la calidad de los agujeros taladrados y su correlación con las brocas de taladrado profundo seleccionadas. En la Figura 2.17 se muestra una imagen del palpador correspondiente al sistema Mitutoyo 7106, durante el proceso de medida de la cilindridad de un agujero.

A continuación, se presentan y analizan los resultados experimentales correspondientes a la desviación en el diámetro, cilindridad, coaxialidad y rugosidad superficial, empleados para caracterizar y cuantificar la calidad de los agujeros taladrados. En todos los resultados presentados, los valores experimentales mostrados en las figuras se corresponden con el valor medio de las tolerancias medidas para los 60 agujeros de la preforma, junto con el error estándar.



Figura 2.17. Detalle del palpador correspondiente al sistema Mitutoyo 7106, junto con una preforma analizada.

Los resultados experimentales correspondientes a la tolerancia en el diámetro de los agujeros se muestran en la Figura 2.18. Lo primero que se puede destacar es que la tolerancia en el diámetro es positiva para el caso de la broca BAR3, mientras que se mantiene en valores negativos para el resto de brocas. Esto indica que para el BAR3 el valor medio del diámetro medido es superior al diámetro de la broca empleada. Por el contrario, el valor medio de los agujeros taladrados empleando las brocas BCR3, BCLU3 y BCLU2 es menor que el diámetro de las brocas empleadas en cada caso. Este comportamiento podría explicarse teniendo en cuenta la temperatura alcanzada en la superficie de los agujeros durante el taladrado en cada caso. En el caso de la broca BAR3, se emplea el método de picoteo durante el taladrado, con un avance intermitente de la broca, evitando el sobrecalentamiento del polímero. Por el contrario,

en el caso de las brocas BCR y BCLU, el taladrado se realiza con un avance continuo de la broca, aumentando la fricción entre la broca y el polímero, y como consecuencia, aumentando la temperatura alcanzada por el mismo. Este sobrecalentamiento generado durante el proceso de taladrado puede provocar una posterior expansión del polímero y, por lo tanto, una reducción en el diámetro de los agujeros.

Para el caso de las brocas BCLU2, con agujeros de refrigeración interna menores que las brocas BCR3 y BCLU3, y por lo tanto con una menor refrigeración, el valor medio de la tolerancia en el diámetro alcanza un valor próximo al 4 %, mientras que en el caso de las brocas BCR3 y BCLU3, con mayor refrigeración, el valor medio se mantiene próximo al 1,5 %. De los resultados obtenidos, también hay que destacar que en todos los casos el error estándar es muy pequeño, prácticamente despreciable (ver las barras de error en la Figura 2.18), lo cual indica que las diferencias entre los 60 agujeros medidos para cada caso son mínimas.

Esta uniformidad en el diámetro de los agujeros proporciona una simetría muy precisa en la geometría de la estructura taladrada en la preforma, un factor que resulta muy importante durante el estirado, puesto que posibilita partir de una estructura muy próxima a la programada en la fase de diseño. Durante este proceso de estirado, el objetivo es reducir la estructura creada en la preforma a una microestructura en la fibra, manteniendo idéntica la geometría, y para ello, resulta fundamental que la simetría de la estructura creada en la preforma sea lo más precisa posible.

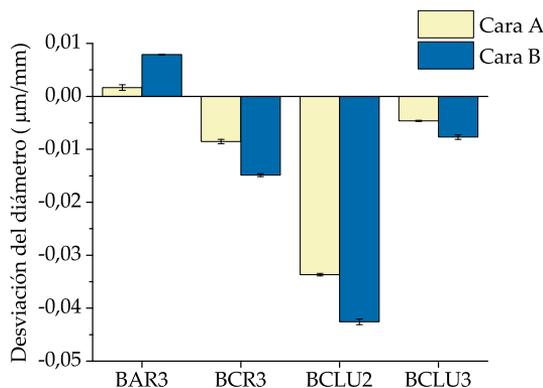


Figura 2.18. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en el diámetro para las 4 preformas medidas.

En la Figura 2.19 se muestran los resultados experimentales correspondientes al valor medio de la tolerancia de la cilindricidad, y su error estándar. Cuantitativamente, los mayores valores de tolerancia se obtienen para el caso de la

preforma taladrada con la broca BCLU2, alcanzando un valor medio cercano al 5 % tanto en la zona de entrada como en la zona de salida. Para el resto de preformas, el valor medio de las tolerancias de cilindridad se mantiene por debajo del 2 %, garantizando una simetría excelente en las preformas creadas. De nuevo, este comportamiento es atribuible a una menor refrigeración en el caso de las brocas BCLU2, que provocan un mayor calentamiento del polímero, y como consecuencia un posible fundido y posterior expansión y deformación de los agujeros taladrados.

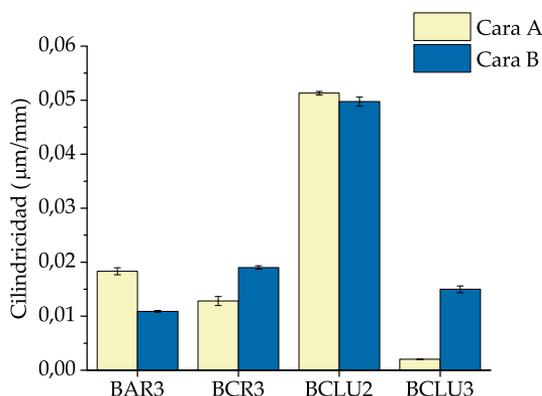


Figura 2.19. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en la cilindridad para las 4 preformas medidas.

En la Figura 2.20 se muestran los resultados correspondientes a la coaxialidad. Con respecto a la tolerancia en la coaxialidad, puesto que se ha medido la desviación entre dos secciones o planos separados una determinada distancia entre sí, (en este caso coincidente con la longitud de cada preforma), un análisis comparativo correcto y no sesgado de los resultados debe tener en cuenta la longitud absoluta de cada preforma. Por esta razón, en la Figura 2.20 se muestran los valores experimentales correspondientes a la tolerancia de la coaxialidad normalizados con respecto a la longitud de cada preforma.

Cuantitativamente, los peores resultados se obtienen para el caso de la preforma taladrada empleando la broca BAR3, con un valor medio superior a 2,2 mm/m. Para el resto de las preformas, el valor medio de la tolerancia en la coaxialidad se mantiene por debajo de 1,7 mm/m. Estos resultados pueden explicarse teniendo en cuenta que las brocas BAR3, de acero, son menos rígidas y más flexibles que las brocas BCR y BCLU (ambas de carburo de wolframio), y por lo tanto, presentan una mayor tendencia a la desviación durante el taladrado. De nuevo, es importante recalcar la importancia de obtener valores bajos de la tolerancia en la coaxialidad, puesto que

permiten crear preformas con geometrías de elevada simetría a lo largo de su eje longitudinal. Esta simetría resulta fundamental puesto que tras el proceso de estirado de la preforma a fibra, se pretende replicar la geometría a lo largo de la FOPM.

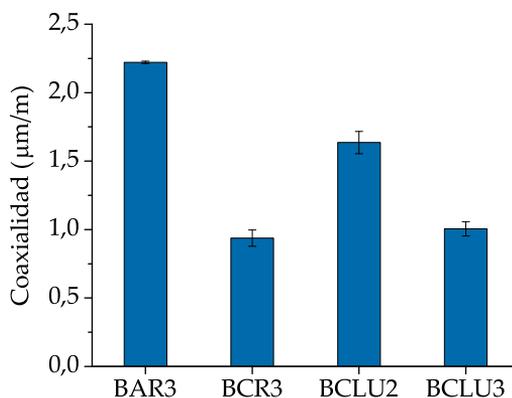


Figura 2.20. Valores medios y errores estándar de las tolerancias en la coaxialidad para las 4 preformas medidas.

Con respecto a la rugosidad superficial de los agujeros taladrados, en la Figura 2.21 se muestran los valores medios y los errores estándar correspondientes a la profundidad de rugosidad media ( $R_z$ ) y el valor medio de la rugosidad ( $R_a$ ).

De nuevo, los peores resultados se corresponden con los agujeros taladrados empleando la broca BAR3. Por un lado, el método de picoteo o avance intermitente implica un avance y frenado repetitivo de la broca, originando ligeras marcas circulares en la superficie interna de los agujeros. Por otro lado, este tipo de brocas carece de las fajas-guía que sí incorporan las brocas BCR y BCLU, dificultando el avance de la broca, y como consecuencia, incrementando la rugosidad superficial de los agujeros.

Con respecto al resto de preformas, las taladradas con las brocas BCR3, BCLU3 y BCLU2, el avance de las brocas se produce de manera continua, sin intermitencias y empleando puntas de guiado. En los tres casos analizados, se obtienen valores cuantitativos de  $R_a$  y  $R_z$  similares. Concretamente, los valores de  $R_a$  oscilan entre un mínimo de  $0,22 \mu\text{m}$  y un máximo de  $0,35 \mu\text{m}$ , mientras que los valores de  $R_z$  oscilan entre un mínimo de  $2,5 \mu\text{m}$  y un máximo de  $3,5 \mu\text{m}$ . Analizando los resultados en detalle se puede observar que los menores valores de  $R_a$  y  $R_z$ , y por lo tanto, menor rugosidad superficial, se obtienen para preformas taladradas con brocas BCLU. Estos excelentes resultados son atribuibles a la trayectoria del canal de salida de la viruta, que en el caso de las brocas BCLU presenta una trayectoria en línea recta, frente a la

trayectoria helicoidal de las brocas BCR, facilitando el flujo de la viruta junto con el líquido refrigerante.

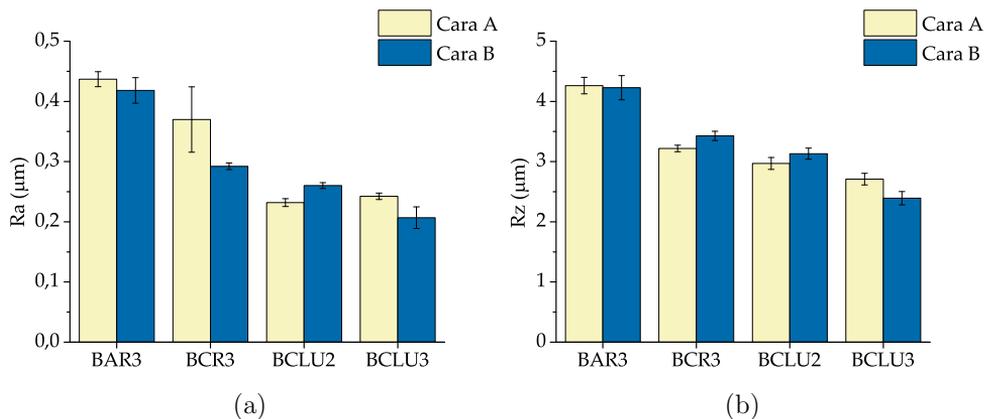


Figura 2.21. Valores medios y errores estándar de (a)  $R_a$  y (b)  $R_z$ .

Una vez analizados los resultados correspondientes a los parámetros de calidad de las estructuras taladradas, se debe considerar otro parámetro clave en el proceso de creación de preformas estructuradas: el tiempo requerido en el proceso de taladrado. Como se ha indicado, para un mismo tipo de broca, este tiempo va a estar estrechamente ligado a la geometría diseñada y a la longitud de la preforma. Así, por un lado, el tiempo de taladrado de la preforma dependerá de la complejidad de la estructura, de la longitud de la preforma, del número de agujeros, de la posible variación en el diámetro de los mismos, e incluso de la separación entre los agujeros. Por otro lado, es obvio que también dependerá del tipo de broca empleada en el taladrado. Así, durante el proceso de taladrado de cada una de las 4 preformas, se ha cronometrado el tiempo requerido para el taladrado de la geometría formada por 4 anillos hexagonales y 60 agujeros. Los resultados se muestran en la Tabla 2.3, y los tiempos que se indican incluyen el avellanado, el taladrado con la broca piloto y el taladrado profundo.

Un resultado evidente es el excesivo consumo de tiempo requerido en caso de emplear brocas BAR3, con 3,125 min/mm de preforma. En este caso, debido a que el método de picoteo implica un avance y extracción repetitivo de la broca, ralentiza el proceso de manera sensible. Por el contrario, la broca BCR3 es la que menor consumo de tiempo requiere, con valores próximos a 0,25 min/mm, unas 12 veces menor que la BAR3. Por su parte, las brocas BCLU presentan consumos de tiempo ligeramente superiores a la broca BCR3, próximos a 0,6 min/mm. En este punto, es necesario señalar que las velocidades de avance y rotación elegidas para las brocas BCLU han

sido menores que las elegidas para el BCR (ver Tabla 2.2), debido a su elevada longitud, con la intención de evitar desviaciones en la trayectoria de los agujeros. Sin embargo, debido a que las brocas BLCU también son de carburo de wolfranio, creemos que sería posible aumentar las velocidades manteniendo la calidad de los agujeros.

Tabla 2.3. Tiempo empleado en el taladrado de la geometría de 4 anillos y 60 agujeros para cada una de las brocas analizadas, junto con la longitud de la preforma obtenida.

<b>Broca</b>	<b>Tiempo (min)</b>	<b>Longitud preforma (mm)</b>	<b>Tiempo/Longitud (min/mm)</b>
BAR3	375	120	3,125
BCR3	25	93	0,268
BCLU2	70	110	0,63
BCLU3	100	175	0,57

## 2.3 Técnica de apilamiento de capilares

En las primeras fibras ópticas microestructuradas, en las que el material empleado era sílice, las preformas fueron creadas de forma artesanal o manual empleando la técnica de apilamiento de capilares [74, 16],. empleando una torre de fabricación de fibra, se obtenían capilares con diámetros precisos y controlados, para posteriormente cortarlos a la longitud necesaria y apilarlos formando la estructura deseada [75]. Así, el apilamiento de capilares se ha convertido en la técnica dominante para la fabricación de fibra microestructurada de sílice. Una vez apilados los capilares, se introducen con precisión en un tubo o capilar de diámetro superior, en un proceso conocido como encamisado. De esta manera, se garantiza la integridad de la geometría formada por los capilares, de forma que se minimiza la deformación de la estructura en la posterior fase de estirado a fibra.

En el caso de las FOPM ésta técnica de apilamiento de capilares también es utilizada para la creación de las preformas, pero presenta mayores limitaciones que la técnica de taladrado. No obstante, la técnica de apilamiento de capilares resulta excelente para la creación de geometrías en las que la proporción de aire en la estructura sea elevada. Asimismo, ofrece una gran flexibilidad, permitiendo el diseño de un amplio rango de geometrías o estructuras en las preformas. Por ejemplo,

modificando parámetros como el material de los capilares, la disposición de los mismos, el número de anillos dispuestos en la preforma, o las dimensiones de los diámetros interno y externo de los capilares, es posible crear preformas que den lugar a FOPM muy variadas, como por ejemplo FOPM con núcleo hueco, núcleo sólido, doble núcleo, e incluso FOPM con geometría Kagome [44], con paredes extremadamente finas y una gran proporción de aire, prácticamente imposibles de fabricar empleando la técnica de taladrado.

A modo de ejemplo, en la Figura 2.22 se pueden observar dos preformas creadas en nuestro laboratorio, una con cuatro anillos hexagonales y núcleo hueco, y otra con tres anillos hexagonales y núcleo sólido.

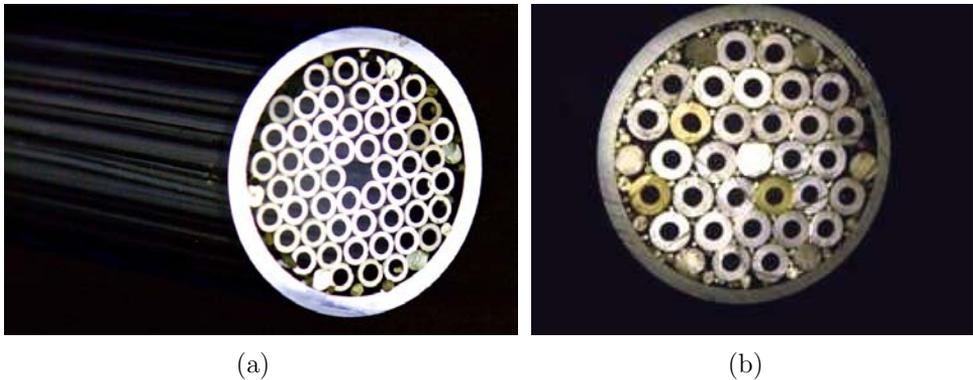


Figura 2.22. Preformas fabricadas en nuestro laboratorio. (a) Cuatro anillos hexagonales y núcleo hueco. (b) Tres anillos hexagonales y núcleo sólido.

Otra ventaja que ofrece el apilamiento de capilares con respecto a la técnica de taladrado de una preforma sólida, es la posibilidad de obtener preformas de elevada longitud. Mientras las preformas creadas por taladrado tienen una longitud máxima de alrededor de 15 cm, las preformas creadas por apilamiento de capilares pueden tener mucha mayor longitud, como puede observarse en la Figura 2.23. En este caso, las limitaciones surgen de la complejidad y laboriosidad del proceso de apilamiento, que es manual y exige un tiempo considerable.

En la Figura 2.24 se observa una preforma en la que se apilaron capilares de 4 mm de diámetro en un tubo de 80 mm, con un tubo espaciador en el centro. Una vez estirada la preforma a fibra, se obtuvo una geometría Kagome, en la cual se observaba un guiado por bandas fotónicas prohibidas en el rango espectral comprendido entre 1200 nm y 1500 nm [5].



Figura 2.23. Dos preformas creadas en nuestro laboratorio. A la izquierda, una preforma obtenida empleando la técnica de taladrado. A la derecha, una preforma obtenida empleando la técnica de apilamiento de capilares.



Figura 2.24. Preforma de 80 mm de diámetro creada empleando la técnica de apilamiento de capilares, con anillos hexagonales y núcleo hueco. El espaciador o agujero central de la preforma sólo está presente en los extremos de la misma. La pequeña preforma de la derecha es una preforma convencional de sílice.

En este trabajo de tesis se ha diseñado e implementado un protocolo para la creación de la preforma empleando esta técnica. Aunque en una primera etapa se empleaban exclusivamente capilares comerciales de PMMA con diámetro externo de

6 mm y diámetro interno de 4 mm, una vez consolidado el protocolo, se ha optimizado la técnica de creación de la preforma empleando capilares de menor diámetro, fabricados en la torre de estirado, seleccionando los parámetros necesarios y adecuados a cada caso. Para ello, a partir de los tubos comerciales primarios se lleva a cabo un proceso de estirado a capilares intermedios. En la Figura 2.25 se muestran las diferentes etapas para la creación de las preformas.

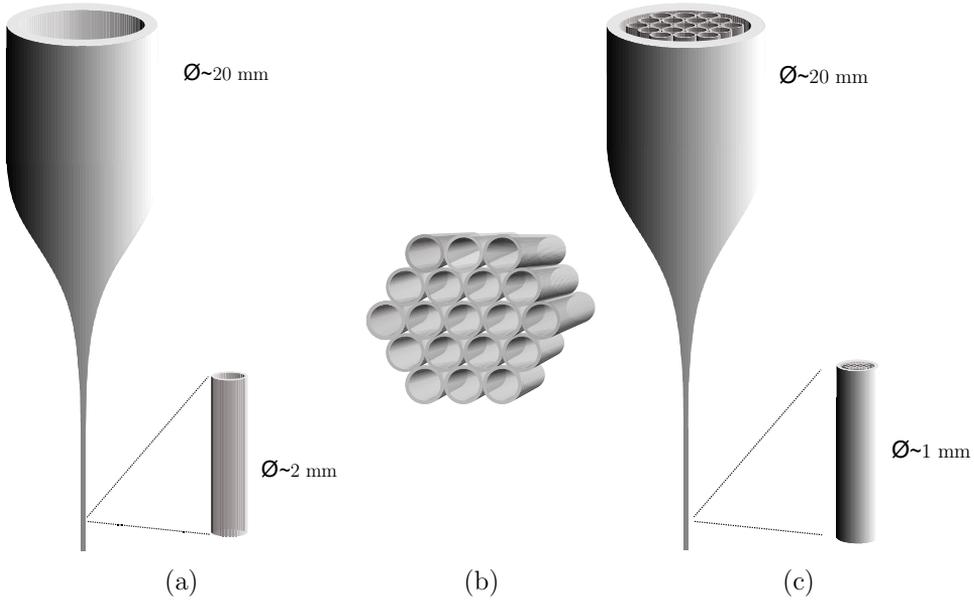


Figura 2.25. Ilustración de la técnica empleada para la creación de preformas mediante apilamiento de capilares. (a) Estirado de tubos para obtener capilares de diámetro adecuado. (b) Apilamiento de los capilares. (c) Estirado de la preforma a FOPM.

### 2.3.1 Fabricación de capilares

Un requisito imprescindible para poder crear un amplio rango de estructuras o geometrías es la posibilidad de disponer tanto de capilares como de barras de diferente diámetro y grosor, controlando de forma continua y muy precisa tanto su diámetro interno como externo, a lo largo del mismo durante el proceso de estirado. Para ello, empleando la torre de estirado, es posible de conseguir capilares y barras del diámetro deseado con muy alta estabilidad. Como ejemplo de lo indicado, en la Figura 2.26 se muestran los resultados de la monitorización de las variaciones en el diámetro durante el proceso de estirado para la obtención de capilares de 1 mm, 2 mm y 3 mm, junto con las variaciones en las velocidades de estirado empleadas en cada caso.

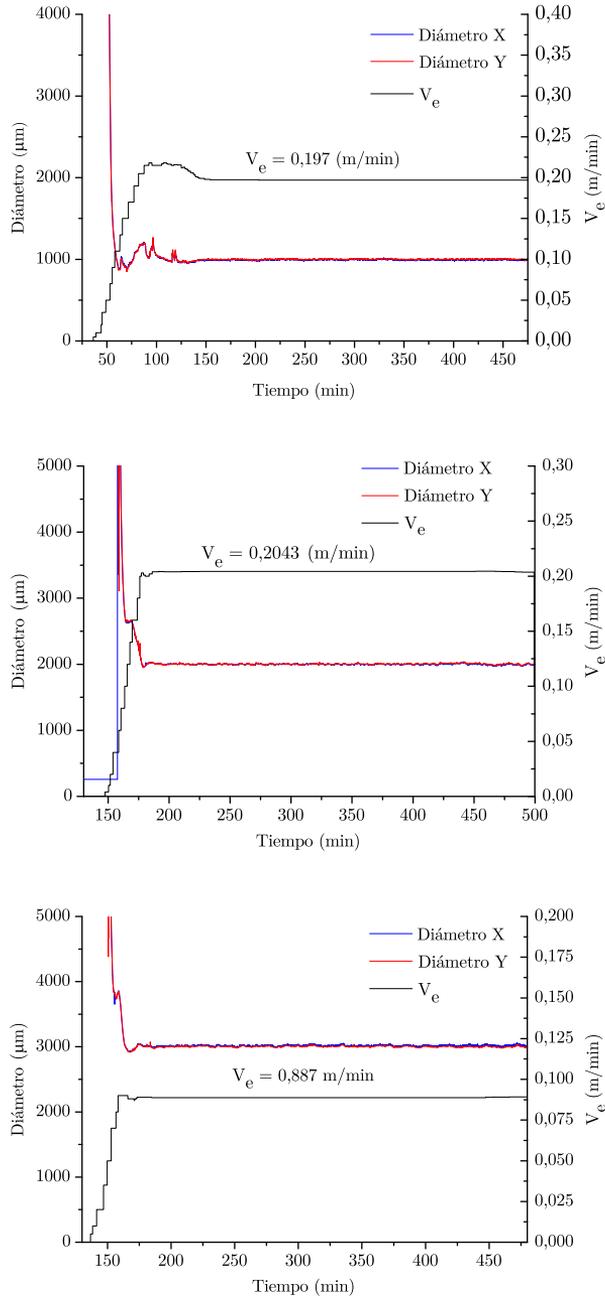


Figura 2.26. Monitorización en tiempo real del diámetro de los capilares de 1, 2 y 3 mm, junto con las correspondientes velocidades de estirado.

En el siguiente capítulo se explicará de forma detallada el proceso de estirado y los parámetros involucrados. Los resultados obtenidos son coherentes con la ley de la conservación de la masa expresada en la ecuación A.1 del apéndice, y por lo tanto, el proceso de estirado ha llegado correctamente al estado estacionario o permanente. Con el objetivo de cuantificar las variaciones en el diámetro con más detalle, en la Figura 2.27 se muestran los resultados de la monitorización en un rango ajustado a cada caso, demostrando que las variaciones se mantienen por debajo del 2 % durante un largo periodo de tiempo (en las gráficas se muestran más de 4 horas de estirado). Estos resultados demuestran una alta estabilidad del proceso de fabricación de capilares, que posteriormente se aplicará para poder crear la geometría deseada en la FOPM.

### 2.3.2 Eliminación de la carga estática

Una vez creados los capilares y las barras de relleno necesarias para su posterior apilamiento, es necesario eliminar la carga estática residual de las mismas, que provoca la repulsión entre ellas, tal y como se puede observar en la Figura 2.28. Para ello, se colocan las barras en un dispositivo específico de eliminación de carga estática, clasificadas en función del diámetro. Este dispositivo genera un campo eléctrico que divide en iones positivos y negativos las moléculas de aire que hay alrededor del mismo. Debido a que las cargas opuestas se atraen, todos los capilares con carga electrostática atraerán iones hasta que se neutralice su carga eléctrica. De esta manera, los capilares dejarán de atraerse entre sí.

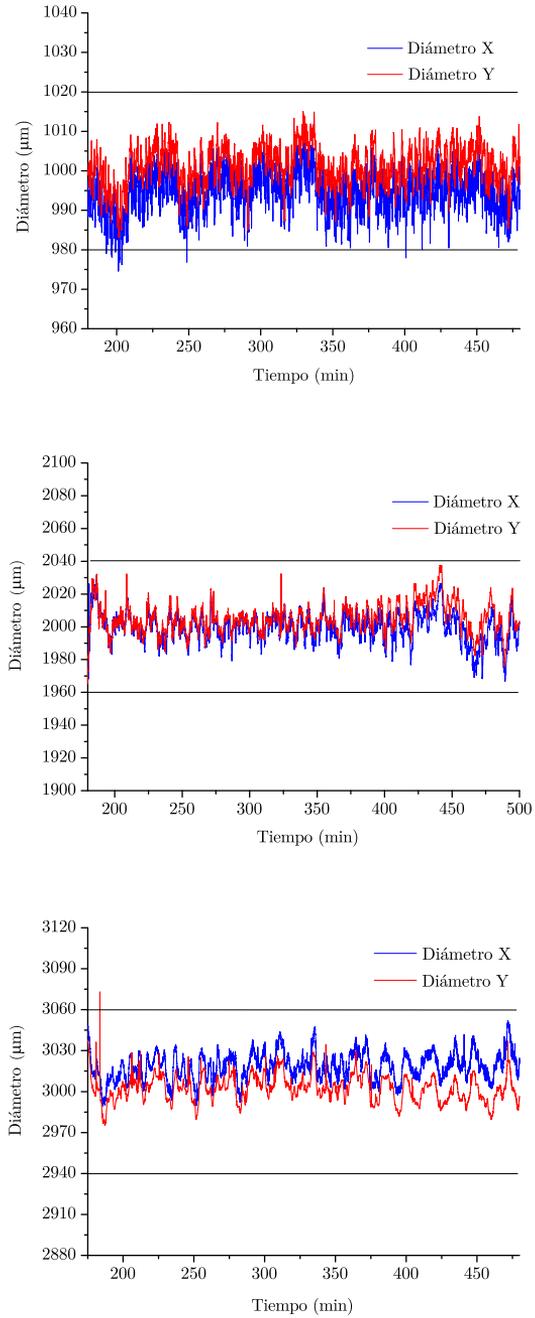


Figura 2.27. Detalle de las variaciones en el diámetro para capilares de 1, 2 y 3 mm.

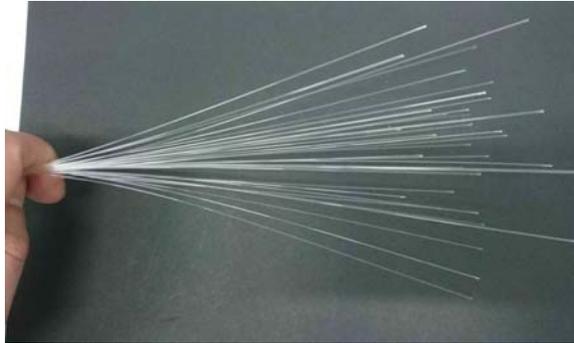


Figura 2.28. Imagen en la que se observa la repulsión entre los diferentes capilares debido a la carga estática acumulada.

### 2.3.3 Apilamiento de capilares y barras de relleno

A continuación se muestran las etapas que conforman el proceso de apilamiento, empleando a modo de ejemplo la estructura mostrada en la Figura 2.29 (a), formada por capilares, barras de relleno y un tubo externo de encamisado. En la Figura 2.29 (b) se detallan las diferentes barras de relleno empleadas, y en la

Tabla 2.4 se muestran sus dimensiones y el número de barras empleadas para cada tamaño.

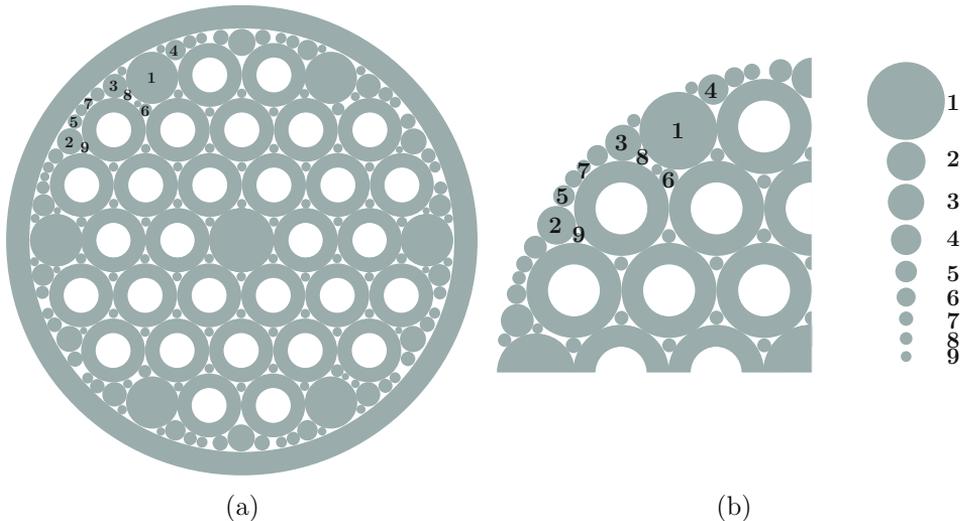


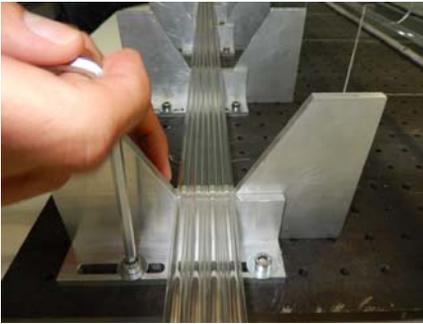
Figura 2.29. (a) Diseño de la preforma obtenida por apilamiento de capilares y barras, (b) detalle del apilamiento de capilares, en el que se muestran las diferentes barras empleadas.

Tabla 2.4. Parámetros de las barras que forman la preforma

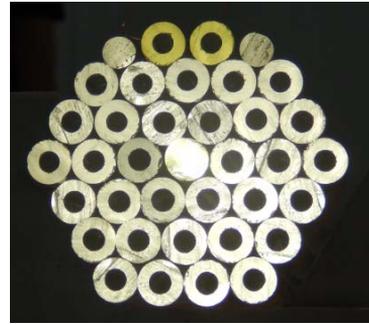
Barra #	Diámetro (mm)	Cantidad
1	5,919	6
2	2,845	12
3	2,187	6
4	1,637	6
5	1,440	18
6	1,237	56
7	1,070	12
8	0,960	24
9	0,720	24

- Etapa 1: Definición de la geometría.

En esta primera etapa de la creación de la estructura, se emplean unos soportes que permiten apilar los capilares y tubos de manera ordenada, como se observa en la Figura 2.30 (a). En esta etapa se define la estructura fotónica final, fijando parámetros tales como el número de anillos alrededor del núcleo, el número de núcleos de la geometría, la selección del tipo de núcleo (hueco o sólido), el posible dopado del núcleo, etc. En la Figura 2.30 (b) se muestra la geometría creada en esta primera etapa.



(a)



(b)

Figura 2.30. (a) Dispositivo auxiliar empleado para la colocación de los capilares. (b) Geometría compuesta por capilares y barras.

- Etapa 2: Inserción de barras de relleno exterior.

Una vez creada la estructura deseada, es necesario proporcionar un perímetro exterior circular a la misma, lo cual requiere la inserción de barras de relleno en la zona exterior de la preforma para que durante el estirado se mantenga la disposición de los tubos y capilares que forman la estructura. En la Figura 2.31 (b) se muestra la preforma tras la inserción de las barras de relleno exterior.

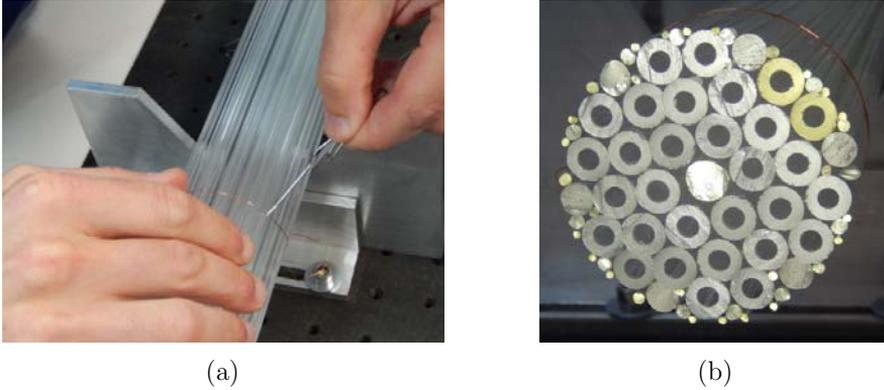


Figura 2.31. (a) Inserción de barras en el exterior, proporcionando geometría circular a la preforma. (b) Resultado tras la inserción de las barras de relleno exterior.

- Etapa 3: Inserción de barras de relleno interior.

A continuación, se introducen las barras de relleno entre los diferentes capilares, eliminando los huecos de la estructura, y consiguiendo una estructura cilíndrica compacta (ver Figura 2.32 (b)). En función de los huecos a rellenar, las barras pueden ser de diferente diámetro.

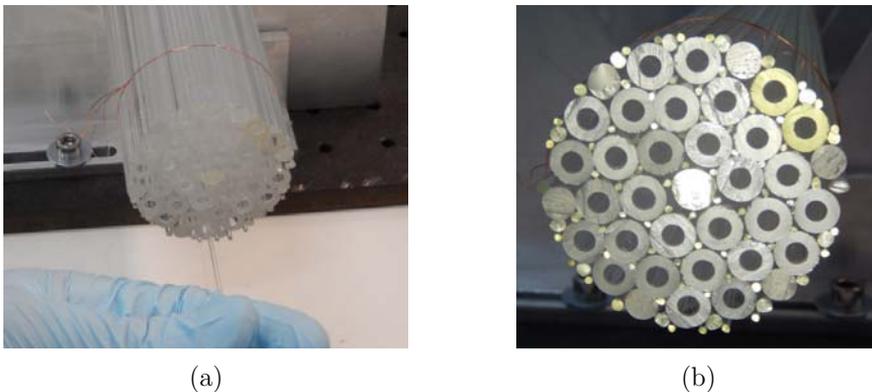


Figura 2.32. (a) Inserción de barras en el interior de la estructura. (b) Estructura cilíndrica compacta, tras la inserción de las barras de relleno exterior.

- Paso 4: Encamisado.

En esta última etapa, se encamisa la preforma, empleando un tubo cuyo diámetro interno coincide exactamente con el diámetro de la preforma cilíndrica construida, tal y como se observa en la Figura 2.33.

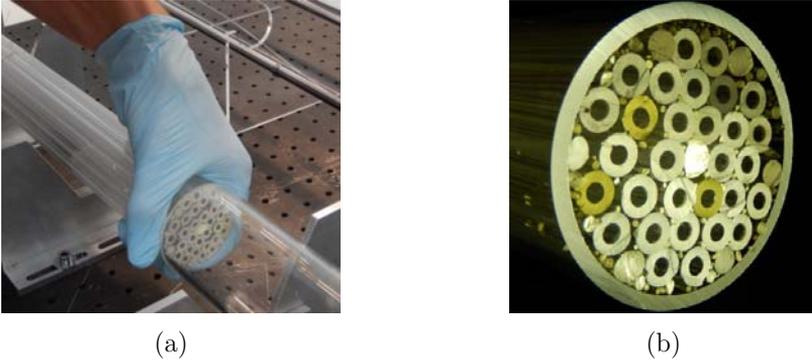


Figura 2.33. (a) Encamisado de la preforma. (b) Estructura creada tras el encamisado.

A modo de ejemplo adicional, en la Figura 2.34 se muestran dos preformas de diferente geometría y material, creadas a partir de la técnica de apilamiento de capilares. En ambos casos, partiendo de tubos comerciales, se han seguido los pasos indicados anteriormente. La primera de ellas (Figura 2.34 (a)), está compuesta de cinco anillos de capilares de PMMA y núcleo hueco. Por otro lado, la segunda, (Figura 2.34 (b)), está fabricada con capilares de PC, formada por cuatro anillos, y presenta un núcleo central extendido, formado por la extracción de los 7 capilares centrales.

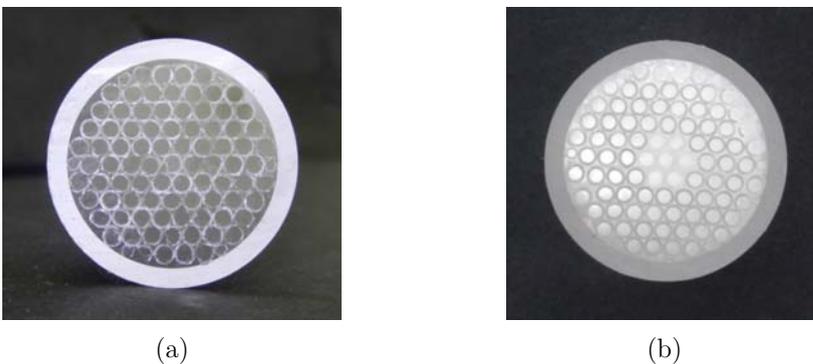


Figura 2.34. Dos preformas de diferente geometría y material creadas a partir de la técnica de apilamiento de capilares.



# Capítulo 3

## Proceso de estirado a FOPM

*Resumen-* El estirado de la preforma a fibra es la fase más compleja y crítica en el proceso de fabricación de FOPM. En este capítulo, se describen las diferentes técnicas empleadas para conseguir un calentamiento óptimo en el interior de las preformas, con un perfil radial homogéneo. A continuación, se detallan las técnicas de estirado empleadas en la torre de fabricación, tanto para el estirado de las preformas primarias a caña, como para el de las preformas intermedias a fibra. Dependiendo de la estructura diseñada, la fracción de aire y el material. Con el objetivo de conseguir un estirado controlado y preciso de manera que se replique en la fibra la estructura creada en la preforma, es necesario adecuar el proceso de estirado al diseño de cada preforma.

Como ya se ha indicado, la segunda etapa dentro el proceso de fabricación de la FOPM consiste en el estirado de la preforma estructurada, cuya elaboración se ha descrito en detalle en el capítulo anterior. En función de parámetros tales como el diámetro de la preforma, la estructura planificada, o las dimensiones de la fibra deseada, este proceso de estirado puede llevarse a cabo en una sola etapa o dividirse en varias etapas. De cualquier manera, el proceso de estirado puede considerarse independiente de la técnica de creación de la preforma, y será el material de la preforma y su geometría las que condicionen la configuración de la unidad de calentamiento en la etapa de estirado, así como la presión de aire empleada durante el estirado.

### 3.1 Introducción al estirado

En general, debido a las condiciones impuestas por la creación de la estructura, las preformas primarias a partir de las cuales se inicia el proceso de estirado

en la torre tienen una longitud similar a su diámetro, es decir, son cilindros cortos y de gran grosor. En este escenario, debido a la baja conductividad térmica del polímero, calentar de manera homogénea y estirar la preforma primaria directamente a fibra resulta una tarea compleja y poco recomendable. Por otro lado, es común y a veces necesario dividir el proceso de estirado de la preforma en dos o más etapas, en las cuales se estira la preforma primaria a caña, y a continuación ésta se encamisa con un tubo, hasta convertirla en preforma secundaria que se estira a fibra. En la Figura 3.1 se muestra un esquema que resume tres alternativas en el proceso de fabricación de la FOPM, conocidas como estirado directo (alternativa (a)), estirado en dos etapas sin encamisado (alternativa (b)), y estirado a caña, encamisado hasta obtener una preforma secundaria y estirado a fibra (alternativa (c)).

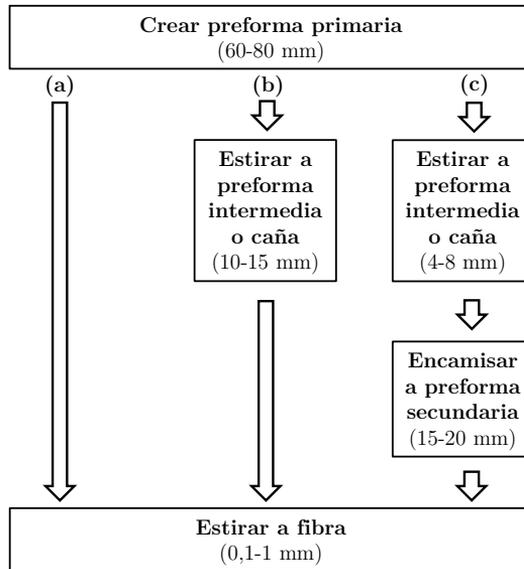


Figura 3.1. Opciones para el estirado de la preforma primaria a fibra [47].

En relación a la velocidad de estirado, si el proceso es lo suficientemente largo y se llega al estado estacionario, el principio de conservación de la masa que rige el estirado (ecuación 3.1) implica que se debe cumplir la siguiente relación entre las velocidades y los diámetros de la preforma y de la fibra:

$$V_e = V_a \cdot \frac{D_p^2}{D_f^2}, \quad 3.1$$

donde  $V_a$  y  $V_e$  son las velocidades de alimentación de la preforma y de estirado de la fibra, respectivamente, y  $D_p$  y  $D_f$  son los diámetros de la preforma y de la fibra, respectivamente. Por lo tanto, es posible controlar el diámetro de la fibra variando la relación entre las velocidades de alimentación de la preforma y de estirado de la fibra.

Así, por ejemplo, partiendo de una preforma de 80 mm de diámetro, convertirla en una FOPM de 150  $\mu\text{m}$  de diámetro supone una reducción del diámetro de 500 a 1 aproximadamente, y cumpliendo la condición de conservación de la masa, la velocidad de salida de la fibra en la torre debe ser aproximadamente 250 000 veces mayor que la velocidad de alimentación de la preforma en el horno. Esta opción, aunque en algunos casos resulta válida para la fabricación de FOPM, no es la más adecuada, puesto que el control preciso del diámetro resulta muy complejo.

La inclusión de una etapa intermedia en la cual la preforma primaria es estirada para obtener una preforma intermedia, por un lado, proporciona un mayor control al proceso de estirado a fibra, y por otro lado, permite incluir el proceso de encamisado al proceso de fabricación de FOPM, haciendo posible la fabricación de FOPM con pequeñas y complejas estructuras y diámetros manejables, entre 250  $\mu\text{m}$  y 1 mm. Así, si por ejemplo se estira una preforma secundaria de 12 mm de diámetro exterior y una estructura de 2 mm de diámetro a una FOPM de 150  $\mu\text{m}$  de diámetro exterior y estructura de 25  $\mu\text{m}$  de diámetro, la relación de estirado es de 80 a 1, y la velocidad de salida de la fibra debe ser 6400 veces mayor que la velocidad de alimentación de la preforma en el horno.

Algunos diseños de FOPM [47] exigen que las dimensiones de la microestructura sean muy pequeñas, con canales de aire del orden de 1  $\mu\text{m}$ , y en este caso resulta necesario e imprescindible añadir una etapa intermedia de encamisado. Así, como se puede observar en la alternativa (c) de la Figura 3.1, la preforma inicial se estira hasta obtener una caña de alrededor de 6 mm de diámetro, para posteriormente encamisarla con un tubo hasta convertirla en una preforma secundaria de 20 mm de diámetro, que en una posterior etapa es estirada a fibra.

A modo de ejemplo, en la Figura 3.2 se muestran los diferentes elementos que se generan durante el proceso de fabricación. Así, a la izquierda de la imagen se puede observar una preforma estructurada de 60 mm de diámetro (preforma primaria), y junto a ella, el sobrante de la misma que se obtiene tras su estirado a caña. Se puede observar el estrechamiento provocado por la tensión de estirado tras realizar el calentamiento de la preforma superando ampliamente su  $T_g$ . A continuación, se muestra una caña intermedia de 3 mm de diámetro, encamisada en un tubo de PMMA, formando la preforma secundaria. Tras una segunda etapa de estirado, esta preforma

secundaria se transforma en la FOPM, que se muestra recogida en forma circular en la parte derecha de la Figura 3.2.



Figura 3.2. Imagen en la que se muestran de izquierda a derecha: una preforma primaria estructurada, el sobrante de la misma tras su estirado a caña, la caña encamisada en un tubo, formando lo que se denomina preforma secundaria, y finalmente una muestra de la FOPM fabricada.

El estirado de la preforma a fibra se lleva a cabo en una torre de estirado, que debe estar adaptada tanto al material como al tipo de fibra que se desea fabricar. Así, es necesario considerar parámetros tales como la viscosidad o la temperatura de transición vítrea. Esto determinará el diseño óptimo de las diferentes unidades que la conforman, de manera que sea factible fabricar diferentes FOPM de forma controlada y reproducible. En la Figura 3.3 se muestra el esquema de la torre de estirado, con las diferentes unidades que la componen.

El proceso comienza fijando la preforma a una barra extensora de acero en la parte superior de la torre, que es la encargada de introducir la preforma en la unidad de calentamiento a una velocidad de alimentación que permite que la temperatura del polímero se eleve suficientemente por encima de su  $T_g$ . En estas condiciones, la viscosidad del polímero alcanza un nivel en el cual puede ser fácilmente estirado. A medida que la preforma calentada desciende a lo largo de la unidad de calentamiento, se crea la característica zona de estrechamiento (*neckdown region*), donde tiene lugar un abrupto estrechamiento del diámetro de la preforma (ver imagen incluida en la Figura 3.3). La longitud de esta zona de estrechamiento viene determinada por una serie de parámetros como son las dimensiones y la intensidad de la unidad de

calentamiento, su geometría, tipo de calentamiento (convectivo, conductivo o radiativo), la velocidad a la cual la preforma atraviesa la unidad de calentamiento, y las propiedades térmicas del material. Dos factores clave para conseguir un correcto estirado, de manera que la microestructura en la fibra o en la caña sea una réplica lo más exacta posible de la estructura en la preforma son, por un lado, el perfil radial del calentamiento en la preforma y, por otro lado, la longitud de la zona de estrechamiento. En la siguiente sección, se analiza el perfil de temperatura radial proporcionado por la unidad de calentamiento, junto con un análisis experimental de la longitud de la zona de estrechamiento en las preformas.

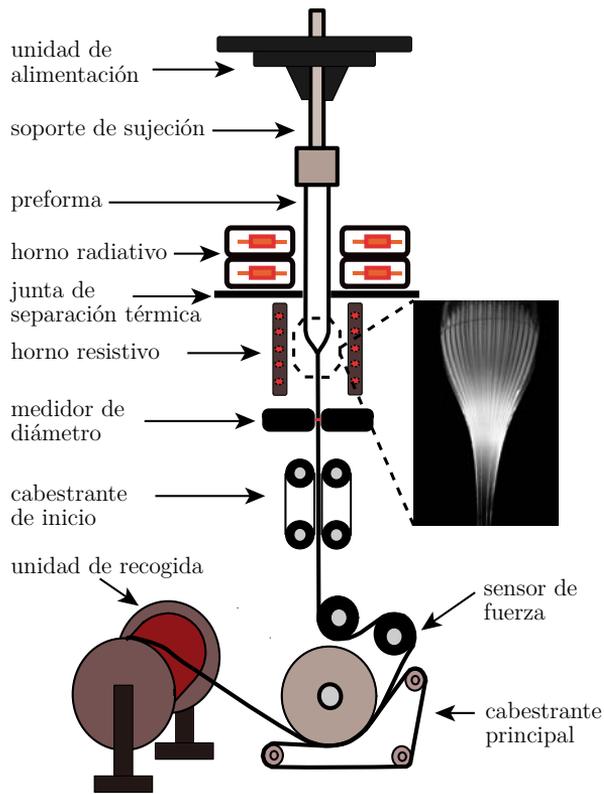


Figura 3.3. Esquema de la torre de estirado.

## 3.2 Calentamiento de las preformas

La unidad de calentamiento, cuyo esquema se muestra en la Figura 3.3 está formada por dos zonas independientes. La zona superior la compone un horno

## Calentamiento de las preformas

---

infrarrojo (IR) de radiación, y la zona inferior un horno resistivo. El horno IR consta de seis lámparas de cuarzo repartidas en dos bloques horizontales, formando 2 triángulos, rotados  $60^\circ$  uno con respecto al otro. Este horno IR ofrece un control directo de potencia del mismo, careciendo de un control directo de temperatura, por lo que se empleará únicamente para precalentar la preforma primaria en caso de tener un grosor elevado. Por su parte, el horno resistivo está formado por una resistencia calentadora en forma de espiral alrededor de un cilindro de acero, cuyo diámetro se selecciona en función del tamaño de la preforma. El estrechamiento de la preforma tendrá lugar en el interior de este horno. Ambos hornos se muestran en la Figura 3.4.



Figura 3.4. (a) Parte exterior del horno infrarrojo, (b) y zona interior del horno resistivo, donde se puede observar la resistencia de calentamiento.

Los dos hornos están situados uno encima del otro, comunicados por un canal interior por el que se traslada la preforma, de tal manera que esta primeramente atraviesa el horno infrarrojo y a continuación el resistivo. Como consecuencia, existe una interacción térmica no deseada entre ambos hornos, analizada experimentalmente en el apéndice I<sup>1</sup>. Para evitar esta interacción, se ha introducido en la interfaz de separación entre ambos hornos una junta de aislamiento térmico.

### 3.2.1 Rendimiento del horno IR

Para caracterizar el calentamiento de las preformas de PMMA en el interior del horno IR, se han llevado a cabo medidas experimentales del perfil de calentamiento en el interior de preformas de 60 mm de diámetro y 100 mm de longitud. Para ello, se han insertado cinco termopares (TP) en cada preforma siguiendo una disposición radial, tal y como se muestra en la Figura 3.5 (a). Uno está situado en el centro de la preforma (TP<sub>00</sub>), otros dos a 15 mm con respecto al centro de la preforma (TP<sub>+15</sub> y

<sup>1</sup> En el Apéndice I se muestran en detalle las medidas realizadas para analizar el rendimiento de la unidad de calentamiento. De dichas medidas se concluye que insertando una junta de separación térmica en la interfaz de separación entre ambos hornos, evitamos las interferencias térmicas no deseadas, y ambos hornos presentan un perfil sostenido dependiente únicamente de la temperatura fijada en cada horno e independiente de la temperatura del otro horno.

TP<sub>-15</sub>), y finalmente los dos últimos, a 25 mm del centro de la preforma (TP<sub>+25</sub> y TP<sub>-25</sub>), todos ellos formando una línea recta (línea radial) contenida en una sección transversal de la preforma. Para ello se han taladrado agujeros de 2 mm de diámetro y 45 mm de longitud. La preforma está suspendida en el interior del horno, sujeta por su extremo superior a un soporte metálico (ver Figura 3.5 (b)) formado por una tuerca de 20 mm de diámetro interior a la que se le soldó una placa circular de 60 mm de diámetro. Para poder sacar los cables de monitorización, se perforaron un par de agujeros a la placa circular.

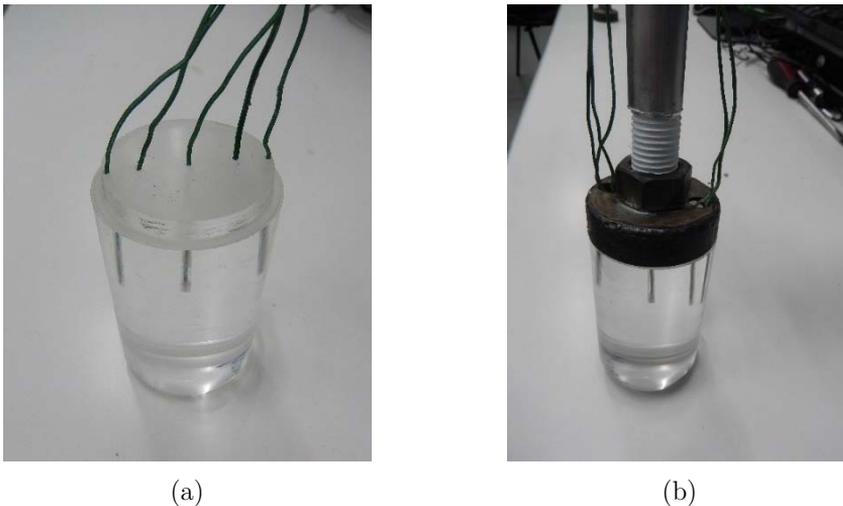


Figura 3.5. (a) Preforma de PMMA en la que se han insertado cinco termopares. (b) Preforma sujeta por el soporte que se utilizará en las medidas.

En un primer conjunto de medidas, la preforma rota a una velocidad de giro de 0,03 revoluciones por minuto (r.p.m.), y la potencia del horno IR se establece en el 18 %, para aumentarla un 2 % cada 20 minutos, hasta alcanzar el 22 %.

Los resultados de estas medidas se muestran en la Figura 3.6. En coherencia con los resultados correspondientes a las medidas llevadas a cabo con el horno vacío (mostradas en el apéndice I), se observa que el calentamiento en el interior de la preforma no es suficientemente uniforme.

Por un lado, se observa que la temperatura del termopar externo TP<sub>+25</sub> se entrecruza con la temperatura del termopar externo TP<sub>-25</sub> a medida que se rota la preforma. Este mismo comportamiento puede observarse también entre los termopares TP<sub>+15</sub> y TP<sub>-15</sub>, evidenciando que la distribución de potencia del horno IR no es

## Calentamiento de las preformas

uniforme acimutalmente. Por otro lado, al cabo de una hora de calentamiento, las temperaturas de los distintos puntos de la preforma en la línea radial no convergen, registrando diferencias de hasta 15 °C. Este comportamiento indica una ligera falta de uniformidad en la distribución radial de temperatura.

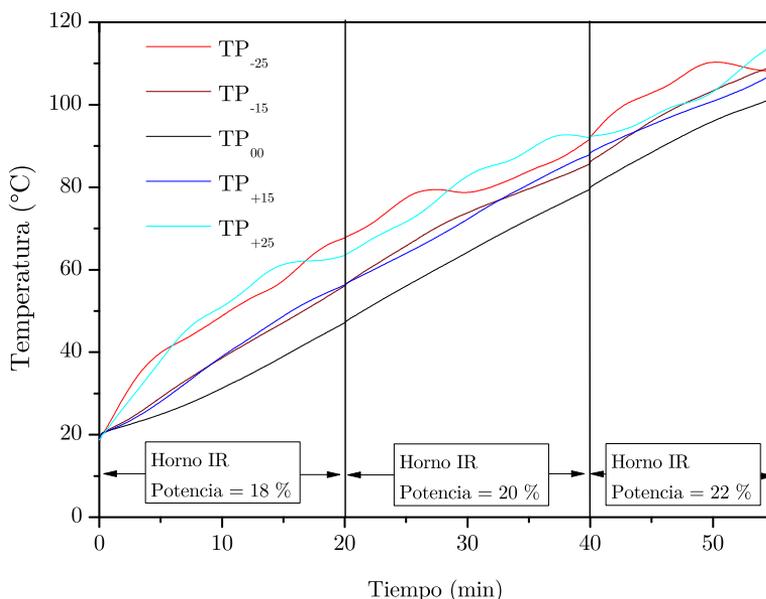


Figura 3.6. Evolución de las temperaturas medidas por los termopares dispuestos en el interior de las preforma, empleando una velocidad de giro de 0,03 r.p.m..

Con el propósito de mejorar la uniformidad del calentamiento en el interior de la preforma, se llevan a cabo nuevas medidas, en las cuales se aumenta la velocidad de giro a 0,1 r.p.m. y se modifica el perfil de la curva de calentamiento. Así, partiendo de una potencia del 18 %, tras 20 minutos calentando la preforma, se aumenta la potencia un 2 %, hasta alcanzar el 20 %, para al cabo de otros 20 minutos, disminuir la potencia de nuevo al 18 %, empleando lo que se denomina una curva de calentamiento descendente.

Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 3.7. En este caso, se observa que, al cabo de 55 minutos de calentamiento, las temperaturas en los distintos puntos medidos de la preforma son significativamente más uniformes que en el caso anterior, mejorando la distribución radial de temperatura en el interior de la preforma. Así, con las potencias empleadas (18 % - 20 % - 18 %), las temperaturas en los diferentes

puntos de medida en el interior de la preforma difieren menos de 6 °C, alcanzando valores de temperaturas entre 104 °C y 109 °C.

Además, se ha aumentado la velocidad de giro de la preforma durante las medidas y como consecuencia, la diferencia de temperatura entre puntos opuestos (por ejemplo, TP<sub>-25</sub> y TP<sub>+25</sub>) se reduce de forma significativa, mejorando la distribución acimutal de temperatura.

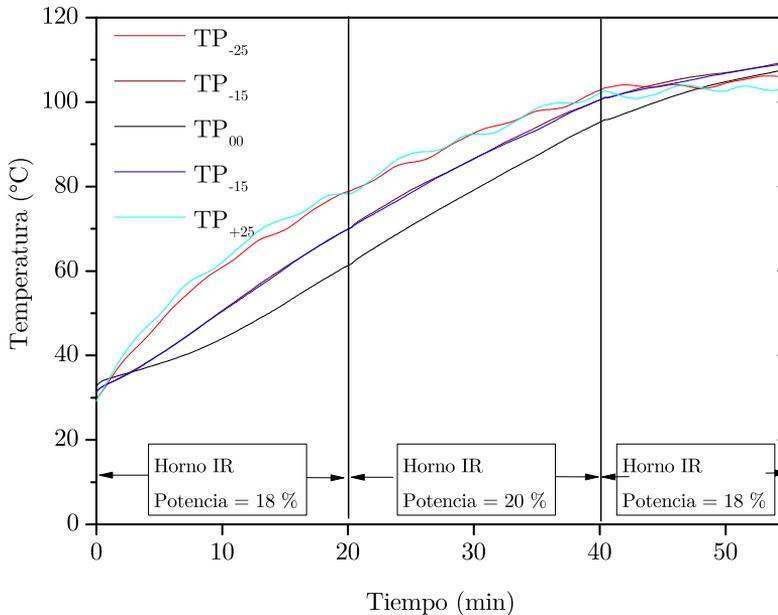


Figura 3.7. Test de funcionamiento del horno IR, empleando la técnica de calentamiento descendente, empleando una velocidad de giro de 0,1 r.p.m..

Analizando este comportamiento del horno IR, se concluye que empleando la técnica de calentamiento descendente y manteniendo una velocidad de giro elevada, el horno IR proporciona un perfil de temperatura con una uniformidad aceptable en la sección transversal de la preforma. Pero teniendo en cuenta que, por un lado, en la zona-caliente -región de la preforma donde se produce el estrechamiento- la preforma debe mantenerse estacionaria, sin ningún movimiento de rotación, y por otro lado, la falta de control directo de temperatura del horno IR, se limita el uso del mismo a la etapa de precalentamiento de preformas primarias de grosor elevado. En esta etapa, se calienta la preforma hasta alcanzar una temperatura uniforme próxima a los 110 °C, garantizando que no sufre ningún tipo de deformación, y a continuación entra en el horno resistivo, en el cual tiene lugar el estirado de la preforma.

### 3.2.2 Rendimiento del horno resistivo y medida de la longitud de la zona-caliente

Un parámetro fundamental durante el proceso de estirado de la preforma es la longitud de la zona-caliente. Esta se define como la región en el interior del horno donde tiene lugar el estrechamiento, en la cual la temperatura de la preforma está suficientemente por encima de su temperatura de transición vítrea, establecido para el caso del PMMA en un valor de temperatura umbral de 145 °C [5].

Con el objetivo de medir la longitud de la zona caliente en la unidad de calentamiento, se ha perforado un agujero de 3,25 mm de diámetro en el centro de una preforma de PMMA de 12 mm de diámetro con el fin de insertar un termopar de 3 mm de diámetro (ver Figura 3.8). A continuación, se completa el proceso de calentamiento de la preforma, configurando el horno resistivo a dos temperaturas diferentes (210 °C y 230 °C), y empleando dos velocidades de alimentación diferentes (0,5 mm/min y 2 mm/min), hasta conseguir el estirado a fibra. Al tratarse de una preforma intermedia, no es necesario un precalentamiento, y, por lo tanto, el horno IR se mantiene apagado. Se registra de forma continua la temperatura del termopar en el interior de la preforma, y se determina el valor empírico de la longitud de la zona-caliente, como el desplazamiento vertical de la preforma desde el momento en que alcanza los 145 °C hasta que comienza a estirarse.



Figura 3.8. Preforma de PMMA con el termopar embebido tras el estirado.

En la Figura 3.9 se muestran los resultados experimentales correspondientes a la longitud de la zona-caliente. En la misma, se muestran dos longitudes correspondientes a diferentes condiciones de calentamiento y velocidades de estirado. Si el horno se configura a 230 °C, con una velocidad de estirado de 2 mm/min, la

longitud de zona-caliente resultante es de 60 mm (curva en color rojo). Si se disminuye tanto la velocidad de estirado como la temperatura del horno, en este caso a 0,5 mm/min y a 210 °C respectivamente, se observa que la longitud de la zona-caliente disminuye hasta los 45 mm. Esta reducción en la longitud de la zona-caliente garantiza un estirado con menor distorsión en la geometría de la fibra [5, 47].

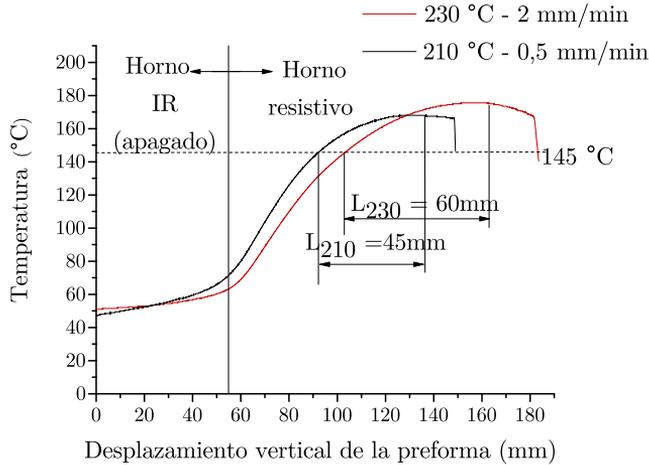


Figura 3.9. Evolución de la temperatura en el centro de la preforma en función de su posición dentro de los hornos, para dos temperaturas y dos velocidades de alimentación diferentes.

### 3.3 Estirado directo de preforma a fibra

Esta opción de estirado directo presenta la ventaja de requerir un tiempo de fabricación menor frente a la opción de estirado en varias etapas. Sin embargo, debido a la elevada velocidad de estirado que exige la abrupta reducción del diámetro desde la preforma primaria a fibra, resulta extremadamente complejo conseguir un diámetro constante en la fibra.

En nuestro caso, se ha empleado esta técnica únicamente para la fabricación de FOP de núcleo sólido, partiendo de preformas de 40 mm, para conseguir FOP estándar de 1 mm de diámetro. En la Tabla 3.1 se muestran los valores correspondientes a las velocidades de estirado y alimentación, así como a los diámetros de preforma inicial y fibra.

## Estirado directo de preforma a fibra

Tabla 3.1. Diámetros y velocidades del proceso de estirado directo de una preforma de 40 mm a fibra de 1 mm.

$D_p$ (mm)	$D_f$ nominal (mm)	$V_a$ (mm/min)	$V_e$ nominal (mm/min)	$D_f$ real (mm)	$V_e$ real (mm/min)
40	1	1	1600	$1 \pm 0,02$	$1600 \pm 10$

En la Figura 3.10 (a) se muestra la evolución del diámetro de la fibra ( $V_e$ ) durante las primeras 5 horas de estirado. Puede observarse que tras una fase inicial de transición en la cual tiene lugar un primer estrechamiento al cual le sigue una estabilización asintótica del diámetro de la fibra, se alcanza un régimen estacionario en el cual las variaciones tanto en el diámetro de las fibras como en la velocidad de estirado son mínimas. Así, en el caso del diámetro de la fibra las fluctuaciones se mantienen por debajo del 2 % del valor nominal (ver Figura 3.10 (b)), y en el caso de la velocidad de estirado, su valor se mantiene prácticamente constante. Se pueden observar ligeras diferencias en los valores correspondientes a los diámetros X e Y, atribuibles al hecho de que la preforma inicial no es perfectamente cilíndrica.

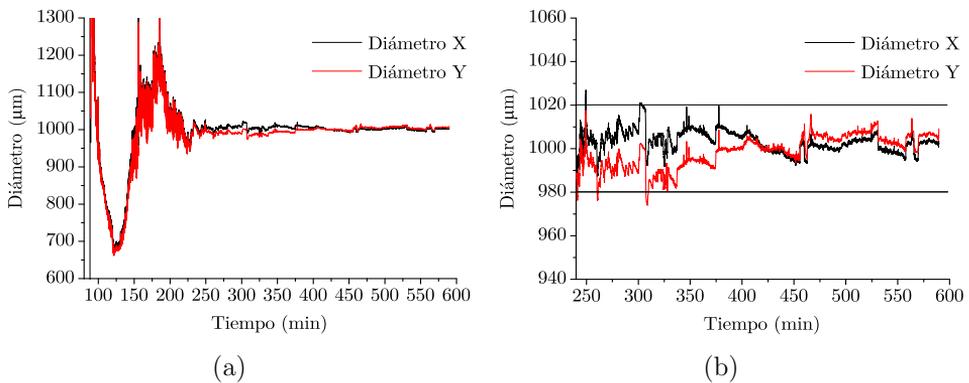


Figura 3.10. Monitorización del diámetro de la fibra durante el proceso de estirado para una preforma sólida de 40 mm de diámetro. (a) Evolución del diámetro durante los primeros 500 minutos de estirado. (b) Detalle del diámetro durante el periodo estacionario, con variaciones por debajo del 2 %.

## 3.4 Estirado de preforma primaria a preforma intermedia

La inclusión de una etapa intermedia en el proceso de estirado aumenta el tiempo necesario para la fabricación de las fibras, pero a su vez, ofrece grandes ventajas. Por un lado, proporciona un mayor control sobre el diámetro de la fibra durante el proceso de estirado y, por otro lado, posibilita aumentar la relación entre el diámetro exterior de la fibra y el diámetro de la estructura en su interior, empleando para ello la técnica de encamisado entre las diferentes etapas de estirado.

### 3.4.1 Monitorización del proceso de estirado

Como se ha indicado anteriormente, las preformas primarias a partir de las cuales se inicia el proceso de estirado presentan un diámetro del orden de 60 mm y una longitud relativamente corta, no superior a los 200 mm. Debido al elevado diámetro, resulta una tarea compleja conseguir un calentamiento radial homogéneo de la preforma estructurada. En este escenario, se opta por un precalentamiento en el horno IR empleando la técnica de calentamiento descendente descrito en la sección 3.1.1, previo a la entrada de la preforma en el horno resistivo donde se realizará el estirado. En la Figura 3.11 se muestran dos imágenes en las que se observa la zona de estrechamiento de una preforma estructurada de 60 mm de diámetro.

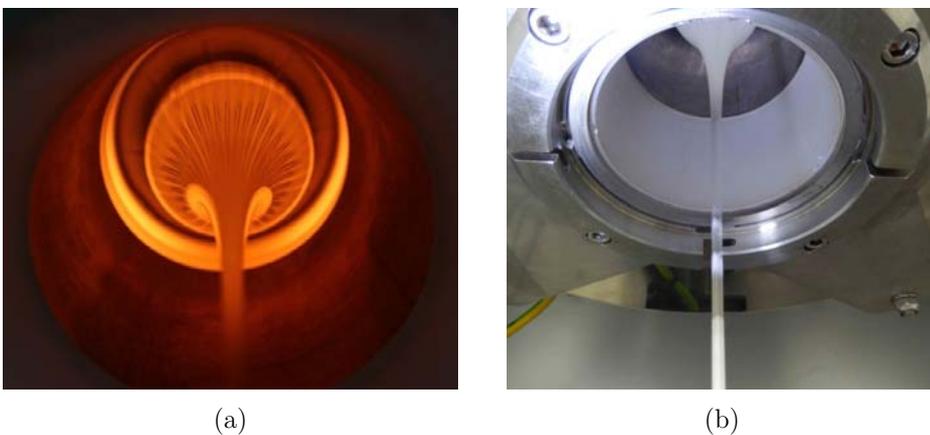


Figura 3.11. (a) Zona de estrechamiento de una preforma primaria de 60 mm, en la cual se observan los canales de aire internos. (b) Zona de estrechamiento de una preforma de 60 mm, en la cual se observa la caña o preforma intermedia resultante.

Por otro lado, la longitud relativamente corta de las preformas, impide que el proceso de estirado se prolongue durante un periodo de tiempo suficientemente largo como para alcanzar el estado estacionario en el valor del diámetro de la caña intermedia y conseguir así cañas de diámetro constante y longitud elevada. Sin embargo, debido a que el objetivo en este estirado es conseguir preformas intermedias que en una segunda etapa serán estiradas a fibra, es suficiente conseguir preformas intermedias de diámetro constante y corta longitud (próximas a 300 mm). En la Figura 3.12 (a) se muestra la evolución del diámetro de la preforma intermedia durante el estirado, que se prolonga durante 100 minutos, estirada a partir de una preforma primaria estructurada de 60 mm. Si se seleccionan periodos de tiempo suficientemente cortos (zonas señaladas con círculos verdes), se puede observar que las variaciones del diámetro se mantienen por debajo del 5 %, tal y como se muestra en la Figura 3.12 (b). Considerando que la velocidad de estirado en el intervalo correspondiente es de 325 mm/min, la longitud de la preforma intermedia obtenida alcanza los 3000 mm de longitud, más que suficiente para crear la preforma secundaria.

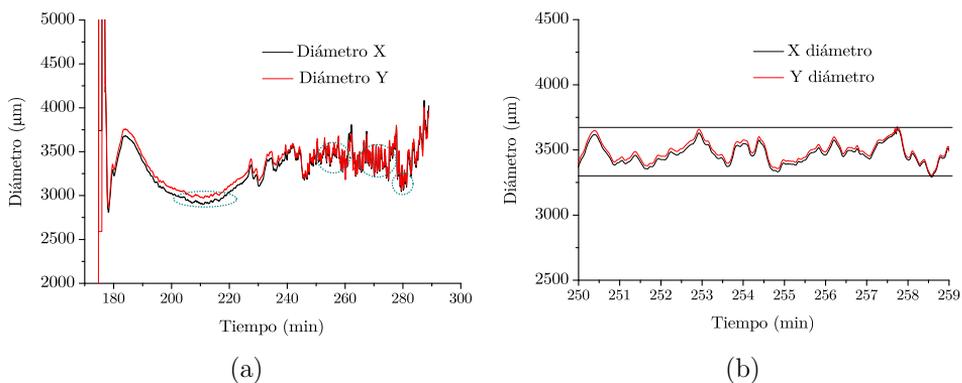


Figura 3.12. Monitorización del diámetro de una preforma intermedia estirada a partir de una preforma primaria estructurada de 60 mm de diámetro. (a) Evolución del diámetro durante los 150 minutos de estirado. (b) Detalle del diámetro durante 10 minutos en los cuales se obtienen variaciones por debajo del 5 %.

### 3.4.2 Análisis de la geometría de las preformas intermedias

Una vez conseguidas cañas de diámetro constante, es necesario comprobar que la estructura en las cañas resultantes mantiene la misma geometría que la de la preforma primaria. En la Figura 3.13 se muestran dos imágenes donde se observa la

sección transversal de una preforma intermedia correspondiente a una estructura de 4 anillos y núcleo sólido. Debe indicarse que el proceso de corte realizado con antelación a la adquisición de las imágenes provoca cierta deformación en la estructura, que se ha tratado de minimizar. Los resultados del análisis llevado a cabo sobre la geometría de la preforma intermedia se muestra en la Tabla 3.2.

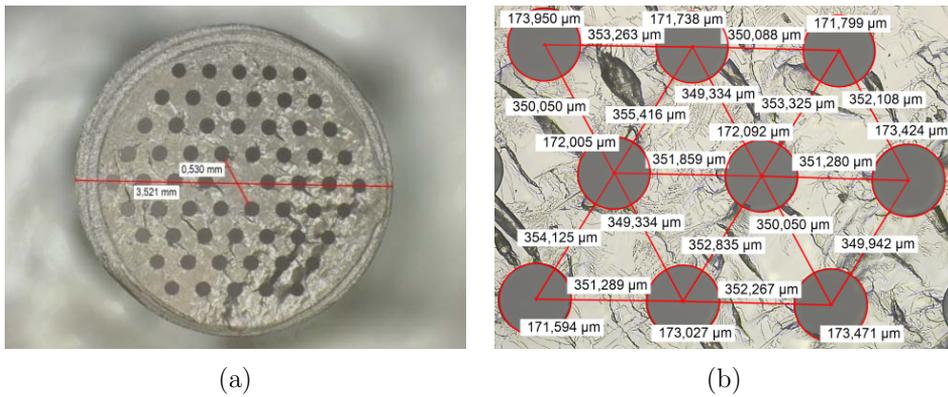


Figura 3.13. Imágenes de microscopio de la sección transversal de (a) una preforma intermedia con magnificación X25 y (b) magnificación X100. Sobre las imágenes se pueden observar las dimensiones de algunos parámetros medidos.

Tabla 3.2. Valores cuantitativos de los parámetros que caracterizan la geometría de la preforma primaria estructurada y de la preforma intermedia.

	<b>Diámetro externo (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diámetro agujeros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diámetro núcleo (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Separación agujeros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Preforma primaria	60000	3000	9000	6000
Preforma intermedia	3521	$172,83 \pm 0,56$	530	$353,51 \pm 1,17$

Tabla 3.3. Relación entre los parámetros característicos de la geometría considerando la preforma primaria y la preforma intermedia.

	<b>Diámetro externo (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diámetro agujeros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Diámetro núcleo (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Separación agujeros (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Relación entre preformas	17,04	17,35	16,98	16,97

Analizando a los resultados mostrados en la Tabla 3.3, en la cual se muestran las relaciones de los parámetros medidos para la preforma primaria y preforma intermedia, cabe destacar que las desviaciones en la geometría provocadas durante el estirado de las preformas primarias a preformas intermedias son mínimas. Cuantitativamente, las relaciones entre los diámetros externos, diámetros de los núcleos y separación entre agujeros son prácticamente idénticas, con valores comprendidos entre 17,35 y 16,97. En cuanto a la relación entre los diámetros de los agujeros de las preformas, se debe indicar que la relación es ligeramente mayor, lo cual indica que durante el estirado el diámetro de los agujeros ha disminuido de manera ligeramente superior a lo esperado.

### 3.4.3 Situaciones a evitar durante el estirado a preformas intermedias

Para la obtención de una caña con una estructura que mantenga la geometría de la preforma primaria, es importante remarcar que el proceso de estirado de preforma primaria a caña se realiza con máxima precisión, puesto que cualquier desviación del proceso podría originar fatales consecuencias. Entre las situaciones a evitar, las más comunes son las siguientes:

- Desalineamiento de la preforma con respecto al eje de los hornos, que a su vez debe coincidir con el eje de estirado.
- Calentamiento radial no homogéneo de la preforma.
- Presurización incorrecta durante el estirado. En esta etapa de estirado, la presurización se emplea únicamente para el caso de preformas creadas mediante la técnica de apilamiento de capilares.

En la Figura 3.14, se muestran dos preformas intermedias con la misma estructura, obtenidas en dos procesos de estirado diferentes. En uno de ellos, la preforma primaria estaba correctamente alineada con respecto al eje de estirado, Figura 3.14 (a), mientras que en el otro, Figura 3.14 (b), el alineamiento era incorrecto. En este último caso, el perfil de los agujeros se ha deformado dando lugar a una geometría elíptica, y el anillo hexagonal que da forma a la geometría se ha deformado, presentando un eje preferente.

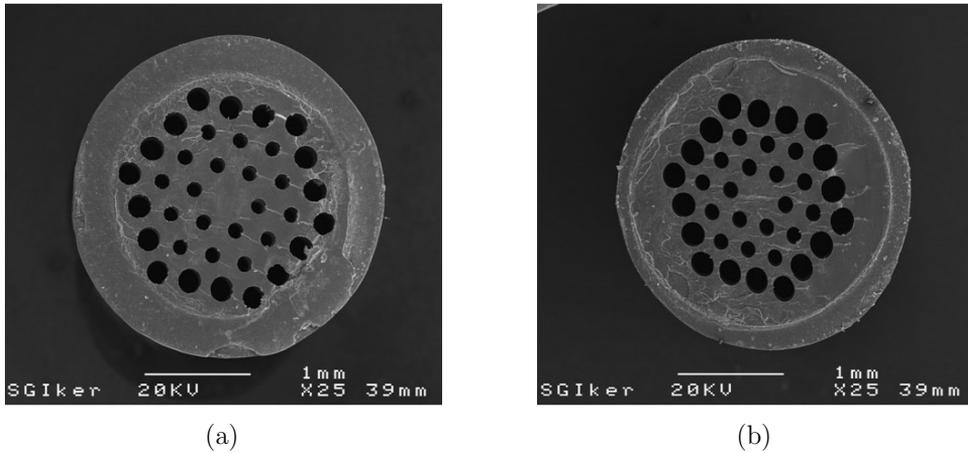


Figura 3.14. Imágenes SEM de dos preformas intermedias. Resultado de un estirado con alineamiento (a) correcto, e (b) incorrecto.

Si se considera la técnica de apilamiento de capilares, el problema más habitual se debe a que los capilares están apilados, pero no compactados en una estructura única y fusionada. Por lo tanto, es necesario aplicar un vaciado parcial del aire intersticial para conseguir fusionar la estructura, controlando la presión de aire ejercida sobre la preforma durante su estirado. Para ello, se dispone de un sistema de presurización con el cual es posible regular la presión de aire ejercida sobre la preforma, proporcionando tanto presión positiva, para evitar el colapso de los agujeros, como presión negativa, para conseguir el vacío e integrar los capilares en una estructura única.

A modo de ejemplo, en la Figura 3.15 se muestran tres imágenes correspondientes a tres cañas, obtenidas a partir de la misma preforma (Figura 2.22 (a)), pero aplicando presiones diferentes, concretamente 0 mbar, -30 mbar y -120 mbar. En el primer caso, se observa que los capilares quedan sueltos en la estructura, sin llegar a integrarse en una estructura única. Además, debido al desplazamiento que sufren algunos capilares, la estructura original se deforma, perdiendo su simetría, y por lo tanto, la caña obtenida no resulta válida para su estirado a FOPM, ver Figura 3.15 (a). Por otro lado, si se aplica una excesiva presión negativa, en este caso -120 mbar, los capilares se integran en una caña sólida, pero el exceso de presión provoca el colapso del agujero central así como la deformación del resto de agujeros, como se observa en la Figura 3.15 (c). Por el contrario, si se aplica una presión adecuada a la estructura, en este caso -30 mbar, el resultado es que por

un lado los capilares se integran en una única estructura, y por otro lado, se mantiene la geometría de la estructura, como se puede observar en la Figura 3.15(b).

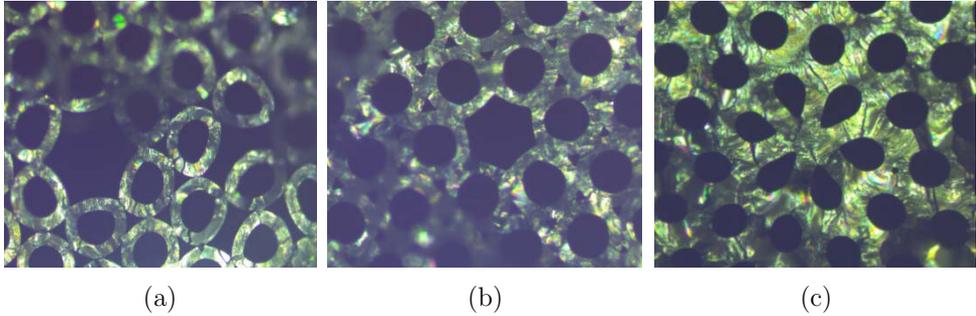


Figura 3.15. Tres cañas obtenidas a partir de la misma preforma, aplicando presiones negativas diferentes durante el estirado. (a) 0 mbar (b) -30 mbar (c) -120 mbar.

## 3.5 Estirado de preforma intermedia a fibra

Una vez conseguidas las cañas con su estructura correspondiente, en una segunda etapa se llevan a cabo un nuevo proceso de estirado, hasta alcanzar las dimensiones deseadas en la fibra.

En la mayoría de los casos, antes de la segunda etapa de estirado, es necesario completar un proceso de encamisado que permite disminuir el tamaño de la estructura a las dimensiones requeridas en la fibra, manteniendo el diámetro exterior de la fibra en un rango adecuado para un manejo práctico. Es decir, se obtienen las ventajas que ofrecen las fibras de polímero (manejabilidad, flexibilidad, etc.) sin afectar a las propiedades ópticas de la transmisión guiada.

### 3.5.1 Encamisado de la preforma intermedia

El proceso de encamisado consiste en insertar la caña o preforma intermedia en un tubo cuyo diámetro interno coincide con el diámetro de la caña, creando una preforma secundaria como la que se puede observar en la Figura 3.16.

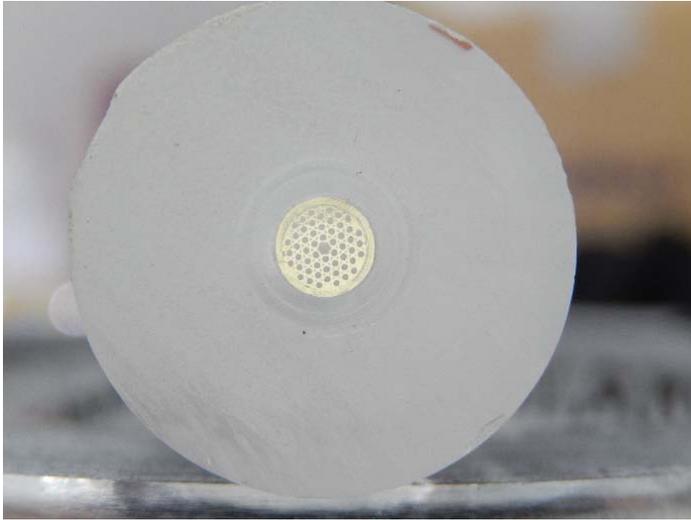


Figura 3.16. Encamisado de una caña de 3mm de diámetro sobre un tubo de 20 mm de diámetro exterior.

Si bien la técnica de encamisado posibilita conseguir una estructura de dimensiones micrométricas en una fibra de gran diámetro (mayor a  $200\ \mu\text{m}$ ), añade complejidad en el proceso de estirado, puesto que es necesario fusionar dos elementos independientes como son la preforma intermedia y el tubo de encamisado. Para ello, un correcto estirado exige que tanto la preforma intermedia como el tubo de encamisado sean materiales con similares temperaturas de transición vítrea. En nuestro caso, ambos elementos son de PMMA.

En cuanto al encamisado y estirado a fibra existen dos estrategias:

I. El encamisado y el estirado a fibra se realiza conjuntamente.

Una vez insertada la preforma intermedia en el tubo de encamisado, es necesario eliminar el aire en el interfaz entre la preforma y el tubo. Para ello primeramente se debe garantizar un correcto vaciado del aire en el interfaz, para lo cual se debe sellar un extremo de la preforma encamisada, en concreto el extremo inferior, empleando pegamento acrílico de secado rápido. A continuación, se calientan el tubo y la caña en la torre de estirado a una temperatura lo suficientemente alta para que ambas se estiren a fibra conjuntamente. Mientras se realiza el estirado, utilizando un conector de dos entradas y un sistema de presurización (ver Figura 3.17), se extrae el aire existente en la interfaz entre el tubo y la caña aplicando una presión negativa y, a la vez se

aplica una presión positiva a los agujeros de la caña para que no se colapsen y mantengan la estructura deseada

II. El encamisado y el estirado a fibra se realizan en dos fases.

En la primera fase se consigue la preforma secundaria fusionada, para lo que se calienta la caña y el tubo a una temperatura adecuada para que se produzca la fusión (se extrae el aire) pero no tanto para que la preforma se estreche. En una segunda fase, se estira la preforma secundaria a fibra aplicando una presión positiva a los agujeros de la caña.

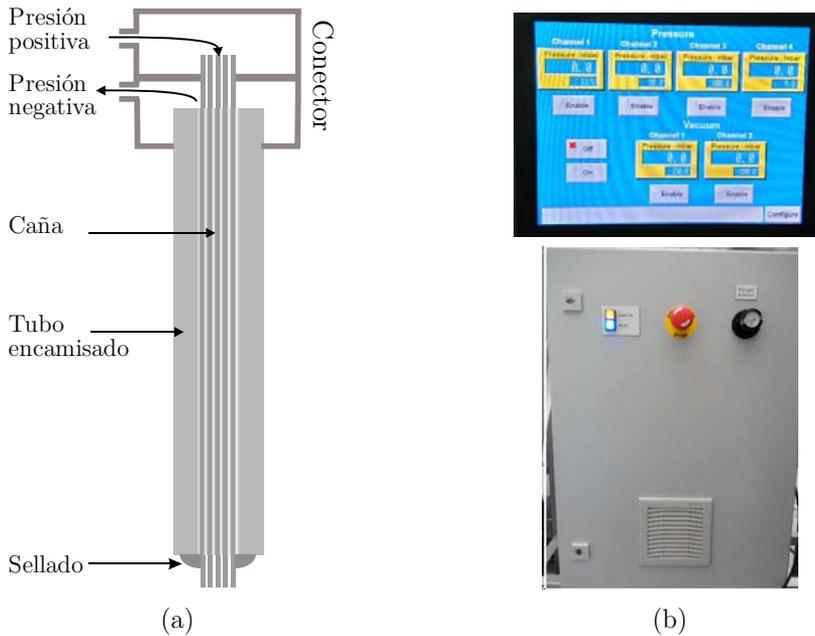


Figura 3.17. (a) Ilustración en la cual se muestra un conector de doble entrada fijado a la parte superior de la preforma secundaria. La presión negativa extrae el aire del interfaz entre la caña y el tubo de encamisado, y la presión positiva evita el colapso de la geometría de la estructura en la FOPM. (b) Sistema de presurización e interfaz de monitorización.

A modo de ejemplo, en la Figura 3.18 (a) se muestra una imagen en la que se observa el estrechamiento de la preforma secundaria a FOPM. Si se analiza la imagen en detalle, se puede observar en el interior de la preforma, con un color más claro, la caña o preforma intermedia que contiene la estructura. Si el encamisado se ha completado de forma correcta, el estrechamiento será conjunto y la estructura presentará unas dimensiones mucho menores que la fibra, como se puede observar en

la Figura 3.18 (b), donde el diámetro de la estructura es de  $30\ \mu\text{m}$ , y el diámetro exterior de la fibra de  $250\ \mu\text{m}$ .

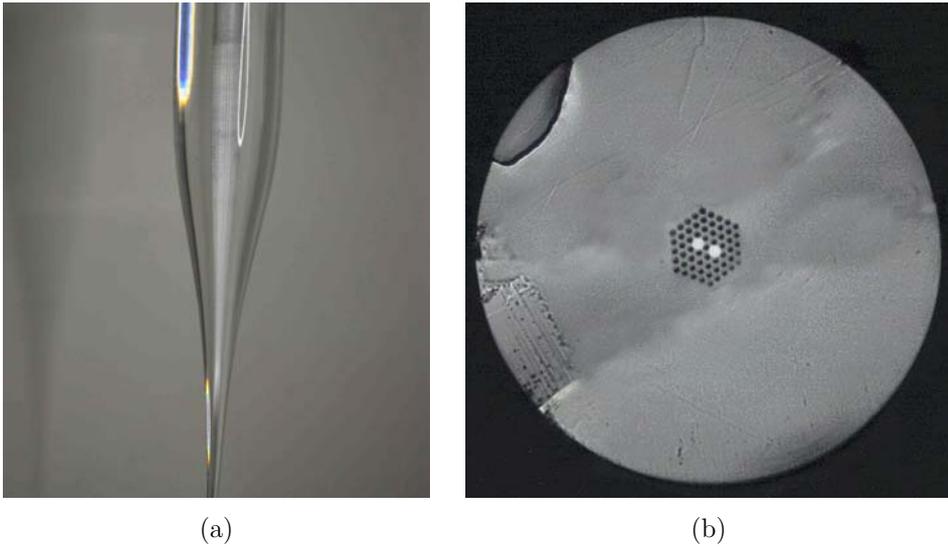


Figura 3.18. (a) Zona de estrechamiento de una preforma secundaria, en la que se puede observar la preforma intermedia centrada en el interior de la misma. (b) Sección transversal de una FOPM de dos núcleos con un diámetro de la estructura significativamente menor que el diámetro de la fibra.

En la Tabla 3.4 se muestran las diferentes alternativas de estirado, considerando un estirado directo en una sola etapa y un estirado en dos etapas con y sin el encamisado de la preforma intermedia.

Así, en el escenario de un estirado directo de preforma primaria de diámetro  $60\ \text{mm}$  a fibra, si el objetivo fuera obtener una microestructura de  $30\ \mu\text{m}$ , la relación velocidad de estirado/velocidad de alimentación debería ser  $2777780$ . Es decir, para una velocidad de alimentación de  $0,001\ \text{m/min}$ , la velocidad de estirado debería ser de  $2777\ \text{m/min}$ . En estas condiciones, resulta prácticamente imposible alcanzar un estacionario en el cual el diámetro de la fibra se mantenga constante.

## Estirado de preforma intermedia a fibra

Tabla 3.4. Valores de velocidades y diámetros empleados en los distintos procesos de estirado.

	Velocidad alimentación (m/min)	Velocidad estirado (m/min)	Diámetro inicial (mm)	Diámetro final ( $\mu\text{m}$ )	Diámetro microestructura ( $\mu\text{m}$ )
Estirado directo	0,001	2777	60	<b>36</b>	<b>30</b>
Estirado 2 etapas sin encamisado	0,001	0,4	60	3000	2800
	0,001	6,94	3	36	30
Estirado 2 etapas encamisado ancho	0,001	0,4	60	3000	2800
	0,001	6,4	20	<b>250</b>	<b>30</b>

Observando los valores de la Tabla 3.4, cabe destacar que el empleo de la técnica de encamisado con los diámetros adecuados permite obtener por ejemplo, una FOPM con microestructura de 30  $\mu\text{m}$  de diámetro manteniendo un diámetro de fibra de 250  $\mu\text{m}$ , y a su vez, las bajas velocidades de estirado permiten conseguir un diámetro constante en la fibra.

Con el objetivo de reducir la velocidad de estirado, En el estirado en dos etapas, sin encamisado, configurando la torre de estirado con los valores de velocidad de alimentación y estirado de 0,001 m/min y 6,94 m/min respectivamente, se reduce el diámetro de la estructura a 30  $\mu\text{m}$ , pero con un diámetro de la fibra de 36  $\mu\text{m}$ . Estas dimensiones, resultan poco prácticas, puesto que una FOPM de 36  $\mu\text{m}$  de diámetro es frágil y poco manejable. Con el objetivo de mantener el tamaño de la microestructura o núcleo en 30  $\mu\text{m}$ , pero integrada un FOPM de 250  $\mu\text{m}$  de diámetro, es necesario incluir un proceso de encamisado antes de la segunda etapa de estirado. Con estas condiciones, es necesario aumentar el diámetro externo del tubo hasta los valores necesarios, y estirar la preforma secundaria resultante a fibra. En este caso, el diámetro interno del tubo debería ser 3 mm, y el diámetro externo debería ser 20 mm. Así, en la primera, se estira la preforma inicial de 60 mm a una caña de 3 mm, manteniendo una relación velocidad de estirado/velocidad de alimentación de 400. En la segunda etapa, se encamisa la caña creando una preforma secundaria de diámetro externo 20 mm, y esta segunda etapa de estirado la relación velocidad de estirado/velocidad de alimentación sería de 6400. Debido al empleo de la técnica de encamisado, la relación entre el diámetro de la fibra y el diámetro de la microestructura ha aumentado de manera significativa en comparación con la relación entre el diámetro de la caña y el diámetro de su estructura, como se puede observar en la Figura 3.18 (b).

### 3.5.2 Monitorización y control del proceso de estirado

Esta opción de estirado a partir de una preforma secundaria de diámetro reducido, entre 12 y 20 mm aproximadamente, en comparación con la preforma primarias de 60 mm, permite conseguir un perfil radial de calentamiento más homogéneo, un factor que resulta determinante para un correcto estirado. Además, asimismo, este menor diámetro inicial permite un estirado a fibra a una velocidad de estirado menor, y por lo tanto, el control sobre las variaciones en el diámetro final de la fibra es más preciso y las desviaciones de diámetro menores.

A continuación, en la Tabla 3.5 se muestran los valores correspondientes a  $V_a$ ,  $V_e$ ,  $D_p$  y  $D_f$  para dos estirados diferentes, en los cuales partiendo de preformas intermedias de 20 mm de diámetro se obtienen FOPM de 500  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$  [76].

Tabla 3.5. Diámetros y velocidades correspondientes a dos procesos de estirado a fibra.

$D_p$ (mm)	$D_f$ (mm)	$V_a$ (mm/min)	$V_e$ nominal (mm/m)	$V_e$ medida (mm/m)	$D_f$ medida (mm)
20	0,500	0,5	800	829	0,500 $\pm$ 1 %
20	0,250	0,5	3200	3135	0,250 $\pm$ 2 %

En la Figura 3.19 y en la Figura 3.20 se muestran las tolerancias en el diámetro final para las dos FOPM indicadas. En el caso de la FOPM de 500  $\mu\text{m}$ , las variaciones en el diámetro se mantienen por debajo del 1 % en el intervalo de tiempo mostrado, en este caso 250 minutos. Para el caso de la FOPM de 250  $\mu\text{m}$ , las variaciones se mantienen por debajo del 2 %, en este caso durante los 70 minutos mostrados. Es preciso indicar que, en este caso, la velocidad de estirado es mayor que para el caso de la FOPM de 500  $\mu\text{m}$ , con lo que la longitud de fibra fabricada es mayor en el mismo intervalo de tiempo.

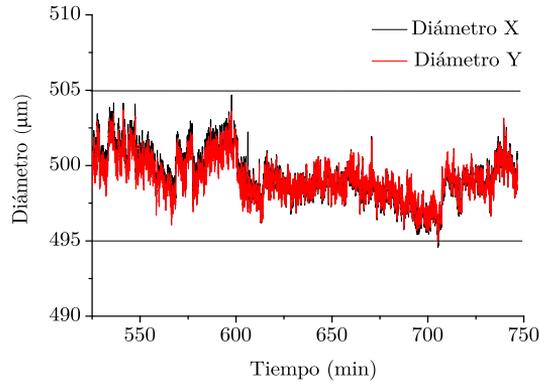


Figura 3.19. Evolución del diámetro de una FOPM de 500  $\mu\text{m}$  en régimen estacionario.

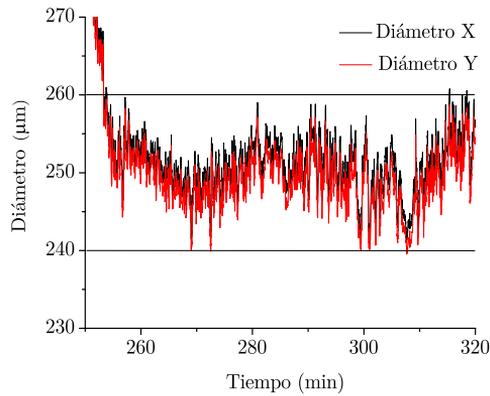


Figura 3.20. Evolución del diámetro de una FOPM de 250  $\mu\text{m}$  en régimen estacionario.

Con el objetivo de controlar el diámetro de los agujeros que conforman la estructura, así como evitar el colapso de los mismos, es necesario aplicar presión positiva de aire durante el estirado. El sistema de presurización permite aumentar o disminuir la presión del aire sobre la estructura, y por ende el diámetro de los agujeros de la estructura.

El efecto provocado por la presión de aire sobre la estructura en la FOPM depende de la geometría de la misma, y por lo tanto debe ser adaptado para cada diseño. Resulta muy importante controlar de forma precisa las variaciones que las diferentes presiones de aire provocan sobre la estructura de la FOPM durante el

proceso de estirado, puesto que ésta determina las propiedades del guiado de la luz en la fibra.

Partiendo de una misma preforma primaria, mostrada en la Figura 3.21, a continuación, en la Figura 3.22 se muestran tres imágenes correspondientes a tres FOPM obtenidas para tres niveles diferentes de presión aplicada, 5 mbar, 17 mbar y 25 mbar.



Figura 3.21. Preforma primaria de núcleo hueco y seis anillos.

Con la estructura creada en esta preforma, si se lleva a cabo el estirado en ausencia de presión positiva, tiene lugar el colapso de los agujeros más pequeños dando lugar a una fibra de un único agujero central. Por el contrario, si se ejerce presión positiva sobre la estructura, se conservan tanto el agujero central como el resto de agujeros, y en función de la cantidad de presión aplicada, varía el diámetro de los mismos, pudiendo además variar el grosor de los puentes entre agujeros. A partir de las imágenes de la Figura 3.22, resulta evidente que la presión de aire positiva tiene un mayor efecto expansivo sobre el agujero de mayor diámetro, llegando a desplazar los agujeros del revestimiento y deformando la estructura para presiones muy elevadas.

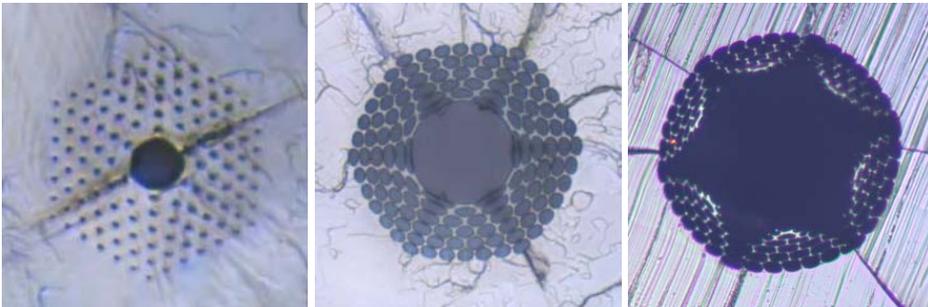


Figura 3.22. Diferentes estructuras en FOPM de núcleo hueco obtenidas a partir de una misma preforma, empleando para ello diferentes niveles de presión, de menor a mayor (5 mbar, 17 mbar y 25 mbar).

Para una estructura diferente, mostrada en la Figura 3.23, es posible obtener diferentes guiados en la fibra en función de las dimensiones de la estructura.

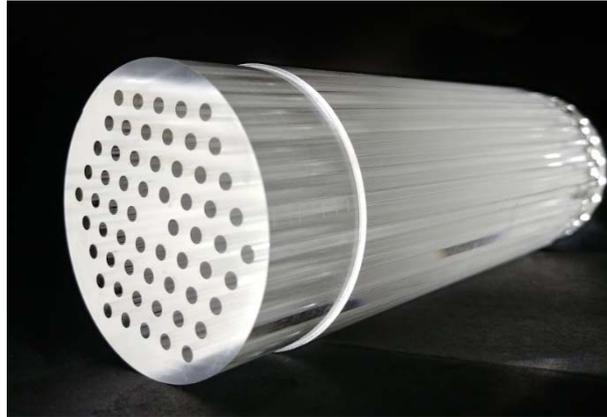


Figura 3.23. Preforma primaria de núcleo sólido y cuatro anillos.

En la Figura 3.24 se muestran las FOPM resultantes del estirado de la preforma indicada, con diferentes presiones de aire, y por lo tanto, con diferentes dimensiones en la estructura. En este caso, es factible conseguir tanto un guiado monomodo ideal (Figura 3.24 (a), donde la relación entre el diámetro de los agujeros y la separación entre los centros de los mismos se mantiene alrededor de 0,41), como un guiado multimodo (Figura 3.24 (c)), pasando por un guiado en el que solo se transmiten unos pocos modos (Figura 3.24 (b)).

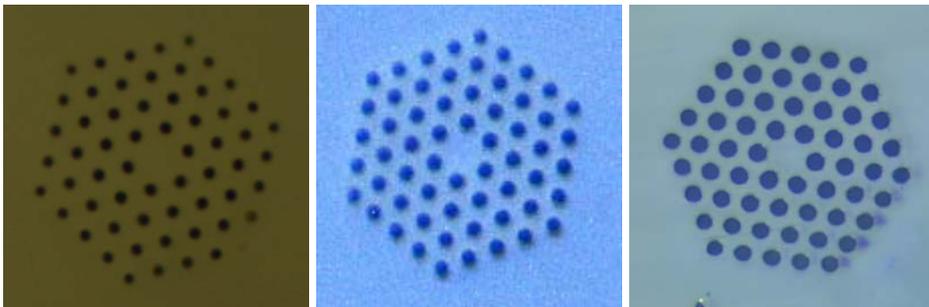


Figura 3.24. Diferentes estructuras en FOPM de núcleo sólido obtenidas a partir de una misma preforma, empleando diferentes presiones de aire, de menor a mayor (3 mbar, 5 mbar y 8 mbar).

Por último, en la Figura 3.25 se muestra otro ejemplo en el cual se observa la importancia de la presión aplicada sobre la estructura, y su potencial para modificar la geometría de la misma. Partiendo de una preforma estructurada en la cual se dispone de un núcleo sólido rodeado por un revestimiento formado por cinco anillos

hexagonales, donde la proporción de PMMA con respecto al aire es significativa (Figura 3.25 (a)), se pasa a una FOPM en la cual apenas se observa el núcleo sólido, y donde los puentes entre los agujeros que forman el revestimiento han disminuido drásticamente, hasta valores inferiores a  $1\ \mu\text{m}$ , Figura 3.25 (b).

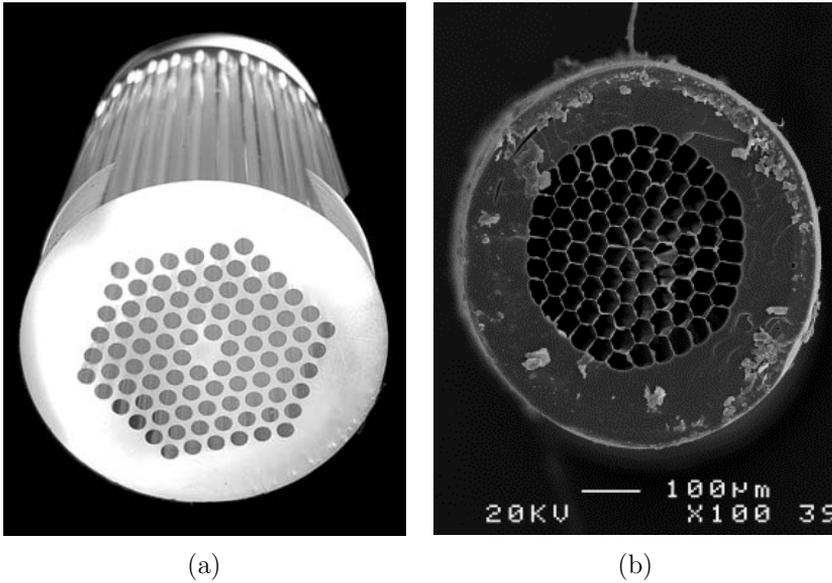


Figura 3.25. (a) Preforma primaria de 60 mm de diámetro con núcleo sólido y cinco anillos, (b) Imagen SEM de la FOPM resultante tras un estirado con elevada presión.

### 3.5.3 Situaciones a evitar durante el estirado de las preformas secundarias

En las FOPM fabricadas empleando un proceso de estirado en dos etapas junto con la técnica de encamisado, se han identificado diferentes situaciones que es conveniente evitar para garantizar la excelente calidad de las FOPM. Por un lado, el proceso de encamisado debe realizarse con precisión, garantizando el perfecto acoplamiento de la preforma intermedia con el tubo de encamisado, para posteriormente fusionarse durante la etapa de calentamiento. Además, el resultado del sellado de un extremo de la preforma secundaria empleando pegamento acrílico debe ser garantizado, de forma que se asegure la completa extracción del aire remanente en el interfaz entre la caña y el tubo. Para ello, se debe controlar el vacío creado empleando el sistema de presión de aire, y comprobar que el tubo queda adherido a la

caña. De lo contrario, el encamisado será incorrecto, y las consecuencias se trasladarán a la FOPM. Como ejemplo, en la Figura 3.26 se muestran tres FOPM en las cuales no se ha realizado un correcto vaciado del aire del interfaz, y en todas ellas se observa un anillo de aire discontinuo alrededor de la estructura que evidencia la falta de fusión en la preforma secundaria.

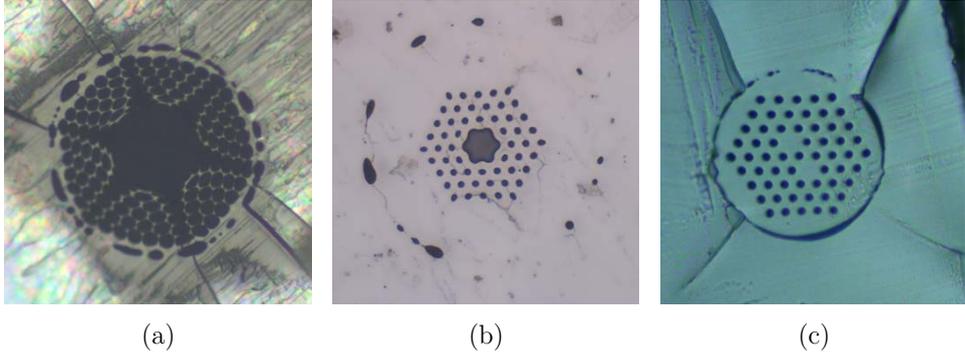


Figura 3.26. FOPM resultante de un proceso de encamisado con vaciado incorrecto.

Otra circunstancia que se debe garantizar durante el proceso de estirado es la perfecta limpieza de la preforma intermedia y del tubo de encamisado, evitando cualquier material extraño, como pueden ser partículas de polvo o suciedad en el interfaz entre la preforma y el tubo de encamisado. En este caso, si alguna de estas partículas queda atrapada en el interfaz, como se puede observar en la Figura 3.27 (a), la estructura de la FOPM resultante quedará deformada, tal y como se muestra en la Figura 3.27 (b).

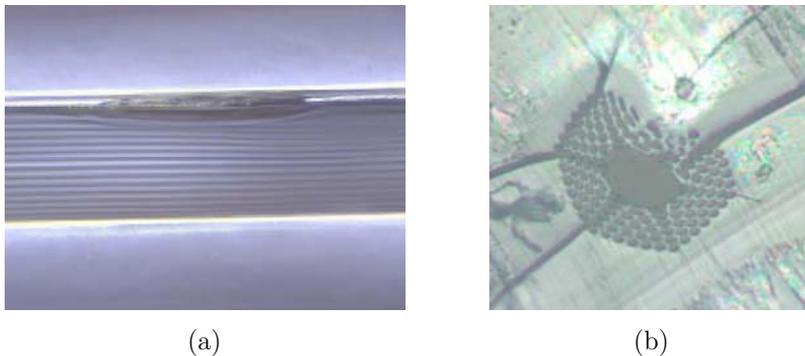


Figura 3.27. (a) Sección longitudinal de una FOPM en la que se observa una partícula de suciedad en el interfaz entre la estructura y el revestimiento sólido proporcionado por el encamisado. (b) Sección transversal de la FOPM, en la cual se observa la deformación provocada por la partícula de suciedad sobre la estructura.

En el siguiente capítulo, se muestran algunas de las FOPM fabricadas, junto con las aplicaciones desarrolladas con las mismas.



# Capítulo 4

## Aplicaciones de las fibras fabricadas

*Resumen-* En este capítulo se describen las aplicaciones más interesantes desarrolladas a partir de las FOP fabricadas durante este trabajo de tesis, tanto microestructuradas como dopadas o incluso FOP estándar. La disponibilidad de una torre de estirado y un centro de mecanizado brinda la posibilidad de fabricar FOPM de diferentes geometrías y tamaños, que en cada caso se adaptan a la aplicación de interés. Entre las diferentes aplicaciones desarrolladas, destacan los bio-sensores de glucosa basados tanto en FOPM de núcleo hueco como en FOP estándar. También se han fabricado FOPM de un solo núcleo sólido rodeado de cuatro anillos, con el cual ha sido posible desarrollar sensores de curvatura, rotación y presión basados en la polarización. Destacar asimismo las aplicaciones de iluminación fluorescente para concentradores solares basadas en FOP dopadas con derivados del hidrocarburo perileno. También se han fabricado FOP dopadas empleando la técnica de inmersión en solución y se han analizado las propiedades ópticas de las mismas.

A partir de las técnicas de fabricación descritas en capítulos anteriores, en este capítulo se muestran algunas de las FOPM fabricadas, describiendo las propiedades más importantes de cada una y las aplicaciones para las cuales han sido diseñadas. Aprovechando las diferentes líneas de investigación del grupo de investigación, se han fabricado FOPM para aplicaciones de bio-sensado empleando la espectroscopia Raman amplificada en fibra, así como FOPM para sensores de desplazamiento o presión mecánicas. También se han fabricado FOP dopadas con derivados del perileno, con aplicaciones en el campo de la fluorescencia y simuladores solares. A continuación, se describe cada una de las aplicaciones desarrolladas.

## 4.1 FOP estándar como sistema detector de glucosa

Esta aplicación está basada en una FOP estándar de PMMA desnuda, sin revestimiento y de 500  $\mu\text{m}$  de diámetro. Adecuando la disposición geométrica de la fibra, concretamente configurando muestras de 30 cm de longitud con una zona de detección curva en forma de U, se diseña un sensor de glucosa basado en la absorción de onda evanescente. Para dotar al detector de elevada selectividad, se funcionaliza la superficie exterior de la fibra empleando ácidos fenil borónicos, y se mide el espectro de transmisión de las fibras, que varía en función de la glucosa que interactúa con los grupos fenilos de la superficie y que altera la absorción del campo evanescente de la sonda [77].

### 4.1.1 Principio de funcionamiento del sensor

El sistema de detección está formado por una FOP desnuda de PMMA de 500  $\mu\text{m}$  de diámetro y 30 cm de longitud, a la cual se le aplica una curvatura permanente en forma de U, de radio 1,25 mm, tal y como se puede observar en la Figura 4.1 (a). A continuación, se funcionaliza la superficie exterior de la fibra con grupos fenilos y se impregnan las sondas de moléculas de rojo de alizarina S (RAS) [77]. Estas moléculas de RAS absorben una longitud de onda cercana a los 530 nm y se unen a los grupos fenilos de la superficie mediante uniones débiles. Una vez funcionalizada y cargada la fibra, la zona “activa” de la FOP se sumerge en una disolución con glucosa, la glucosa desplazará las moléculas de RAS ya que las uniones entre glucosa y grupos fenilos son más fuertes, detectando la presencia de glucosa al medir menos absorción en la longitud de onda del RAS. El sistema de detección diseñado ha sido validado empleando diferentes medios y valores de pH. En la Figura 4.1 (b) se muestra el montaje empleado para llevar a cabo las medidas experimentales. Empleando una fuente de luz supercontinua (EQ-99-FC LDLSTM, ENERGETIQ), se colima el haz de salida, se elimina la emisión ultravioleta empleando filtros paso banda (390-750 nm) y se atenúa la intensidad de la señal para evitar la saturación del detector. El haz de luz resultante es focalizado sobre la superficie de la FOP en uno de sus extremos empleando un objetivo de magnificación 40X y apertura numérica 0,65. La luz atraviesa la muestra de FOP que compone el sistema detector, y se mide la transmitancia de la fibra, capturando el espectro a la salida de la FOP. Para ello se emplea un espectrómetro portátil de alta resolución (USB Flame 390-750 nm, Ocean Optics®). Cuando un rayo de luz que se transmite por la FOP sufre una reflexión, la

intensidad de la onda evanescente disminuye exponencialmente con la distancia desde la superficie externa de la fibra. El parámetro conocido como profundidad de penetración ( $d_p$ ), define la distancia desde la superficie de la fibra para la cual la contribución de la onda evanescente es nula (ver Figura 4.1 (a)). La profundidad de penetración de una onda evanescente es muy pequeña en una fibra dispuesta en línea recta, pero aumenta de manera significativa si se aplica una curvatura en forma de U, aumentando así la sensibilidad del sistema detector.

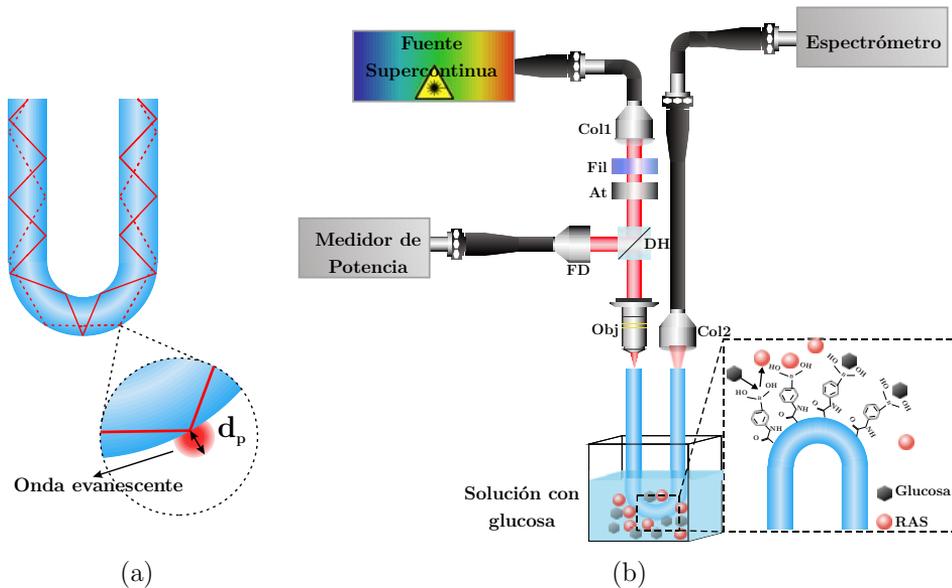


Figura 4.1. (a) Disposición de la FOP en curvatura y detalle de la profundidad de penetración. (b) Montaje empleado en las medidas experimentales. Leyenda: Col1: colimador; Fil: filtro UV; At: atenuador; DH: divisor de haz; FD: fotodetector; Obj: objetivo; Col2: colimador.

#### 4.1.2 Fabricación de la FOP

La FOP empleada en este sistema de detección ha sido fabricada en la torre de estirado. Partiendo de una preforma sólida de PMMA de 20 mm de diámetro, debidamente recocida, es estirada a fibra empleando la técnica de estirado directo, obteniendo FOP desnuda de diámetro 500  $\mu\text{m}$ . Una vez fabricada la FOP, se preparan muestras de 30 cm de longitud y se les aplica la curvatura en forma de U. Para ello, se utiliza un cilindro de 2,5 mm de diámetro, sobre el cual se curva la muestra de fibra, y con una pistola de aire caliente se le aplica una temperatura de 120  $^{\circ}\text{C}$ . A continuación, para eliminar el estrés residual se sumergen las muestras en isopropanol

durante una hora y se dejan secar en un horno a 60 °C durante 12 horas. Por último, los dos extremos de cada muestra son cuidadosamente pulidos. En la Figura 4.2 se muestran dos imágenes en las que se observan las muestras resultantes. Una vez formada la geometría en U, se funcionalizan las muestras empleando una variante del método descrito por Fortin y Klok [78], adhiriendo grupos fenilos en la superficie de la FOP, en la zona curvada, y posteriormente cargándolas con el RAS.

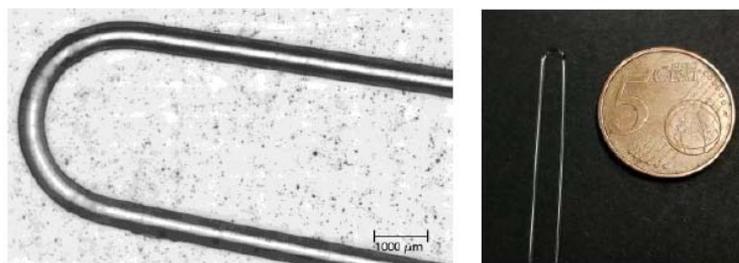


Figura 4.2. Imágenes de muestras de FOP fabricadas y preparadas para su empleo como detectores de glucosa.

### 4.1.3 Resultados experimentales.

Con el objetivo de validar el sistema de detección de glucosa, se han llevado a cabo medidas de espectros de absorción de las fibras antes y después de sumergirlas en diferentes soluciones de glucosa. En concreto, empleando concentraciones de 0,1 M de glucosa, se han medido soluciones de glucosa en agua desionizada, en tampón fosfato salino (PBS) y en tampón tris(hidroximetil)aminometano (TRIS), con valores de pH similares al cuerpo humano, entre 7,2 y 7,4. En la Figura 4.3 se muestran los resultados correspondientes a la detección de glucosa en los tres medios indicados. En los tres casos, se muestra el espectro de absorción de las fibras tras la inmersión normalizado con respecto al espectro de absorción de la fibra antes de su inmersión. En todos los casos el espectro resultante muestra como el RAS se ha desplazado ya que se observa una significativa disminución en la absorción en las longitudes de onda pertenecientes al RAS, indicando la presencia de glucosa en la solución.

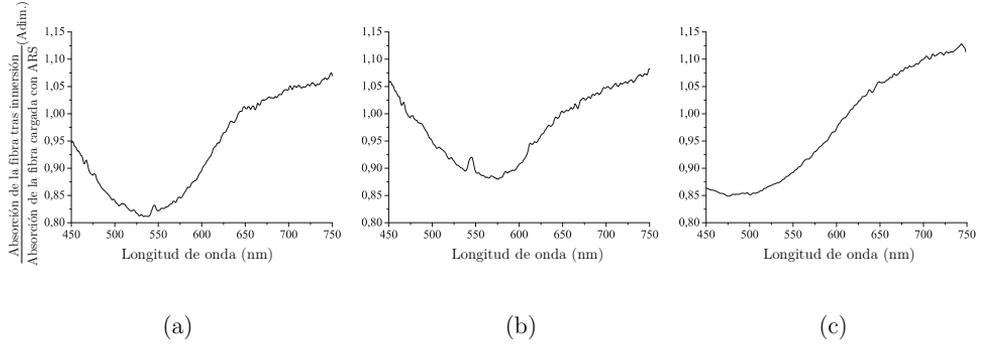


Figura 4.3. Espectros de absorción normalizados de las FOP tras 10 min de inmersión en soluciones de (a) agua desionizada (b) tampón PBS y (c) tampón TRIS.

## 4.2 FOPM-NH y tres anillos como amplificador en un sistema sensor basado en espectroscopía Raman

El empleo de la FOPM-NH para su uso en sensores basados en espectroscopia Raman proporciona la posibilidad de mejorar significativamente la baja sensibilidad de la señal Raman detectada. Así, frente a la baja intensidad de la dispersión Raman, es posible obtener una dispersión Raman amplificada empleando la técnica de espectroscopia Raman amplificada en fibra (ERAF).

### 4.2.1 Espectroscopia Raman amplificada en fibra (ERAF)

La técnica estándar empleada para medir la señal Raman consiste en la detección de la señal retrodispersada en un pequeño volumen correspondiente a una gota de solución sobre la cual se focaliza la luz de la fuente de excitación láser (Figura 4.4 (a)). Con el objetivo de aumentar la intensidad de la señal Raman, se emplea una FOPM-NH, sobre la cual se focaliza la luz del objetivo. La luz se propaga por el núcleo de la FOPM, en cuyo interior se encuentra la solución que contiene la molécula a detectar. Y como resultado, la intensidad de la señal Raman es proporcional a la longitud de la FOPM, así como a otros parámetros como la intensidad de la fuente láser, la sección eficaz de la molécula a detectar o su concentración en la solución [79].

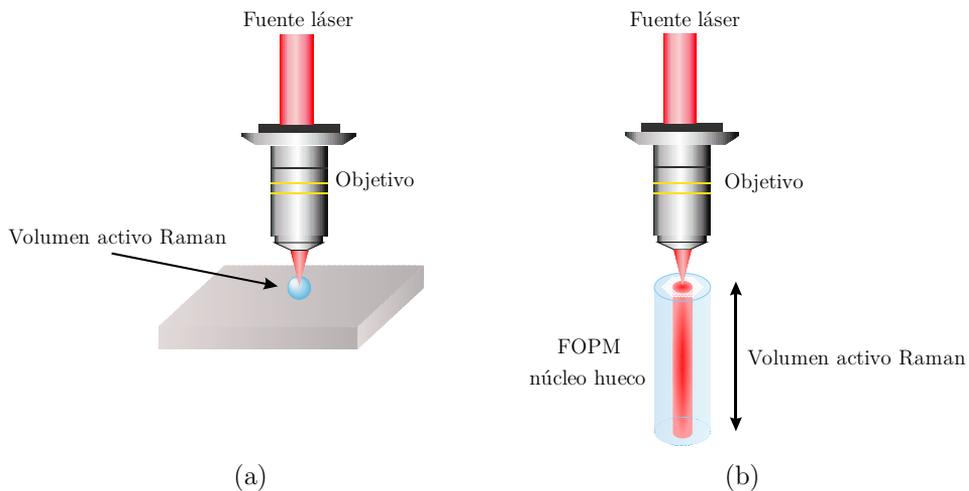


Figura 4.4. Ilustración de la técnica de medida (a) en gota y (b) empleando la técnica ERAF.

## 4.2.2 Diseño y fabricación de la FOPM-NH

Se han realizado múltiples simulaciones para garantizar el correcto guiado de la luz a 785 nm en el interior de la FOPM-NH. Para ello, se ha empleado el software Photon Design®, que permite calcular los modos guiados en diferentes geometrías y medios. Para ello, combina métodos numéricos como elementos finitos y diferencias finitas con métodos basados en técnicas semi-analíticas. A partir de los resultados obtenidos (ver Figura 4.5), se ha seleccionado una geometría hexagonal de tres anillos y núcleo central de mayor diámetro con forma de estrella. Si se observa la distribución espacial de potencia para una fuente láser centrada en 785 nm (Figura 4.5(b)), la luz queda confinada en el núcleo, en cuyo interior se encuentra la solución con las moléculas a detectar. Los agujeros se han caracterizado con geometría hexagonal, debido a que durante el estirado de FOPM cuyas geometrías contienen núcleos de diámetro elevado frente al diámetro de los agujeros del revestimiento, los agujeros se deforman adquiriendo una geometría elíptica o hexagonal dependiendo de la cantidad de aire.

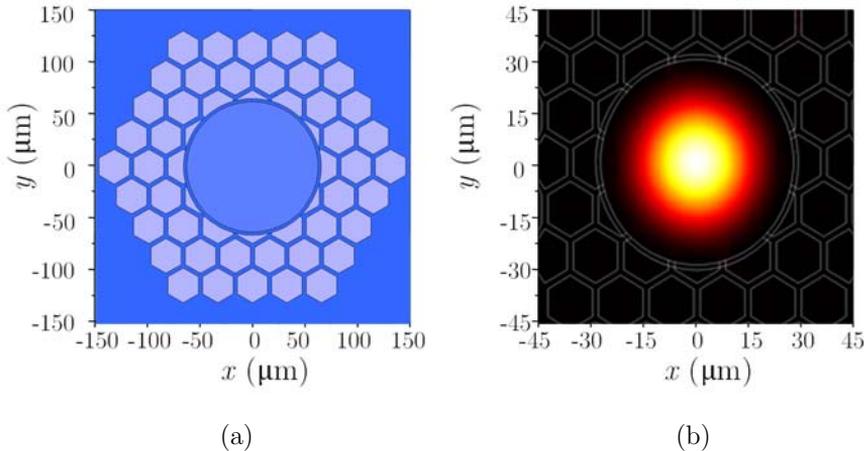


Figura 4.5. (a) Geometría empleada en las simulaciones con índice de refracción 1,33 en el núcleo y 1 en los agujeros que forman el revestimiento. (b) Modo fundamental guiado, para una fuente láser a 785 nm.

En la Figura 4.6 se muestra la preforma primaria creada a partir de la técnica de taladrado descrita en el capítulo 3. Se pueden observar los tres anillos hexagonales que conforman el revestimiento que rodea al núcleo hueco en forma de estrella.

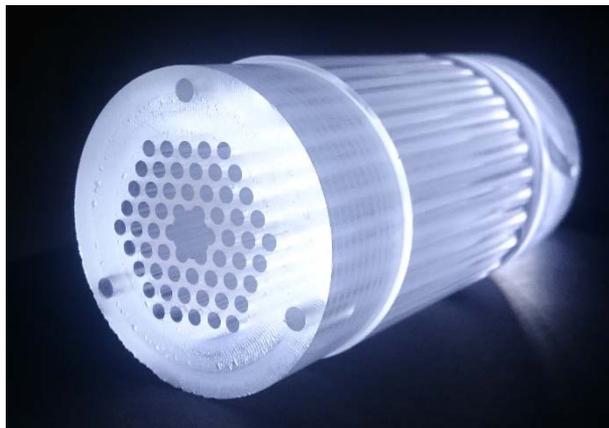


Figura 4.6. Preforma fabricada empleando la técnica de taladrado, formada por tres anillos y un núcleo en forma de estrella.

Aplicando las dos etapas de estirado necesarias para convertir la preforma en fibra, tras la primera etapa se obtiene la preforma secundaria, y tras la segunda etapa, la FOPM-NH. Ambas se muestran en la Figura 4.7. Para el llenado selectivo del núcleo, se emplea un polímero conocido como Norland Optical Adhesive 65 (NOA 65) (Thorlabs Inc, USA) disuelto en isopropil alcohol (50% v/v) y la técnica de relleno selectivo descrita en [80].

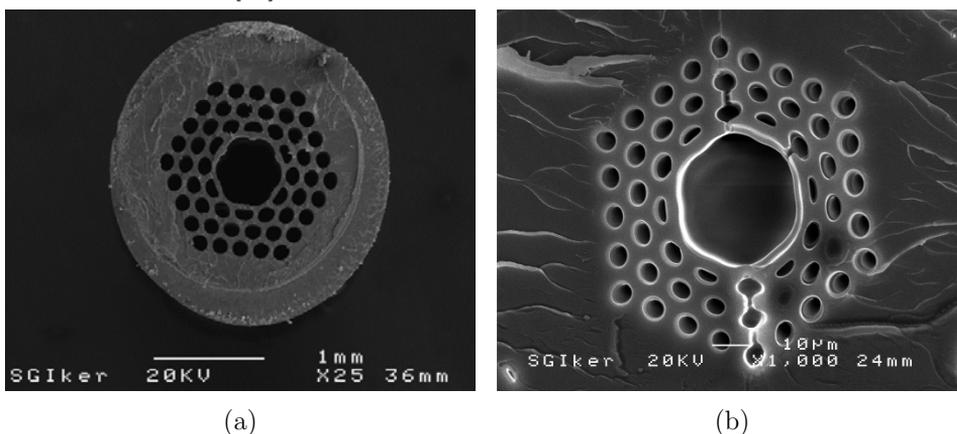


Figura 4.7. Imágenes SEM de (a) la preforma secundaria y (b) la FOPM-NH fabricada.

### 4.2.3 Resultados experimentales

Empleando un microscopio Raman confocal Renishaw InVia y una fuente láser integrada a 785 nm, se han realizado medidas de la señal Raman dispersada empleando dos configuraciones diferentes. En la primera, se focaliza la luz sobre la superficie superior de una cubeta de PC en cuyo interior se introduce la solución glucosa. En la segunda, se rellena por efecto capilar el núcleo de la FOPM-NH con la solución glucosa y se focaliza la luz sobre el núcleo de la FOPM-NH. Para demostrar la amplificación provocada por la FOPM-NH, se han obtenido los espectros Raman para tres concentraciones diferentes de glucosa en agua, (1 M, 0,1 M y 0,01 M). Los resultados de las medidas se muestran en la Figura 4.8. Si se observan los picos correspondientes a la glucosa, centrados en  $1060\text{ cm}^{-1}$  y  $1125\text{ cm}^{-1}$ , es evidente que para la configuración con cubeta solamente se aprecian los picos para soluciones con concentración 1 M, mientras que para la configuración con FOPM-NH, se detectan los picos claramente tanto para concentraciones de 1 M como 0,1 M. Es decir, para el sistema de medidas diseñado, el empleo de la FOPM-NH permite la detección de glucosa en concentraciones de 0,1 M, cosa que no es posible si se prescinde de la FOPM-NH y se emplea una cubeta para depositar la solución. Con respecto a los resultados correspondientes a concentraciones de 0,01 M, se debe indicar que ninguna de las dos configuraciones permite detectar la glucosa, por lo que es necesario mejorar el sistema si se pretende aumentar la sensibilidad del mismo.

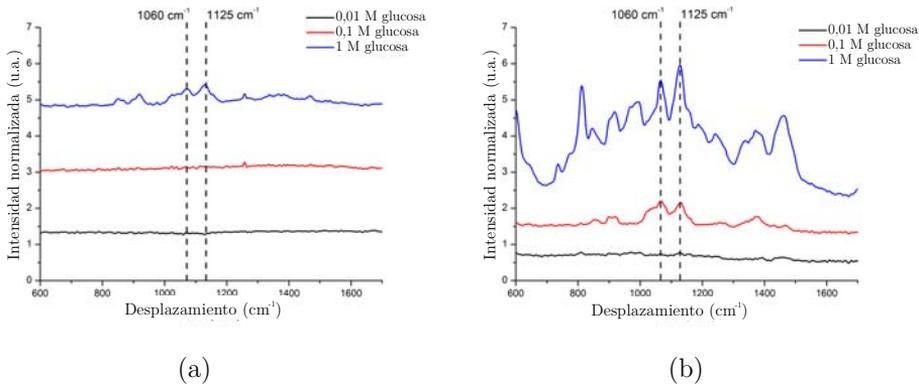


Figura 4.8. Espectros Raman de diferentes soluciones de glucosa en agua. Medidas realizadas empleando (a) cubeta y (b) FOPM-NH.

### 4.3 FOPM-NH y seis anillos como amplificador en un sistema bio-sensor basado en espectroscopia Raman

Se han diseñado y fabricado dos FOPM-NH con geometría de seis anillos, en los cuales la diferencia reside en el diámetro del núcleo, siendo éste de 66  $\mu\text{m}$  y de 100  $\mu\text{m}$ . Empleando esta FOPM-NH como plataforma amplificadora en un sensor basado en espectroscopia Raman, es posible detectar glucosa en soluciones acuosas con una sensibilidad útil en aplicaciones clínicas para pacientes en tratamiento con inhibidores del cotransportador sodio-glucosa SLGT2. Asimismo, las medidas también han sido también validadas en soluciones de orina.

#### 4.3.1 Fabricación de las FOPM-NH

Para la creación de la preforma se ha empleado la técnica de taladrado profundo, y partiendo de una preforma sólida de PMMA, se ha creado una estructura de seis anillos hexagonales alrededor de un núcleo central. El diámetro de los agujeros que forman los anillos es de 2 mm, y el diámetro del núcleo de 5 mm. En la Figura 4.9 se puede observar una de las preformas creadas.



Figura 4.9. Imagen de la preforma de 6 anillos y núcleo hueco.

Para el estirado de las preformas a FOPM-NH se ha empleado la técnica de estirado en dos etapas. En la primera, se estrecha la preforma primaria a una preforma intermedia de 3 mm de diámetro (ver Figura 4.10), que a continuación se encamisa empleando un tubo de PMMA para crear la preforma secundaria, de diámetro 20 mm.

En la segunda etapa de estirado, configurando diferentes velocidades de estirado y diferentes presiones de aire positiva o negativa de manera controlada, es posible provocar tanto el colapso como el aumento del tamaño de los agujeros. En concreto, se ha fabricado FOPM-NH con un núcleo central de  $100\ \mu\text{m}$  y un diámetro exterior de  $1\ \text{mm}$ , con una relación núcleo-revestimiento de  $0,47$ . En la Figura 4.11 se puede observar para dos diferentes magnificaciones, las imágenes SEM de la FOPM-NH fabricada.

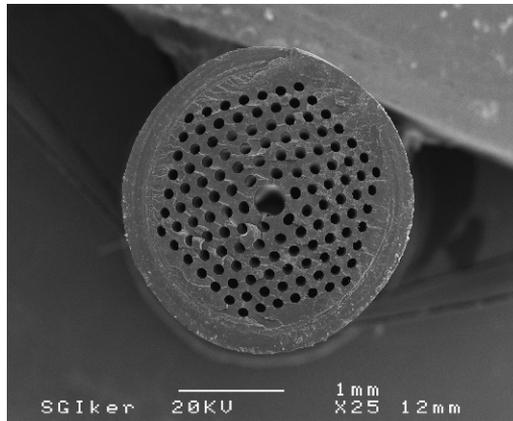


Figura 4.10. Imagen SEM de la preforma intermedia.

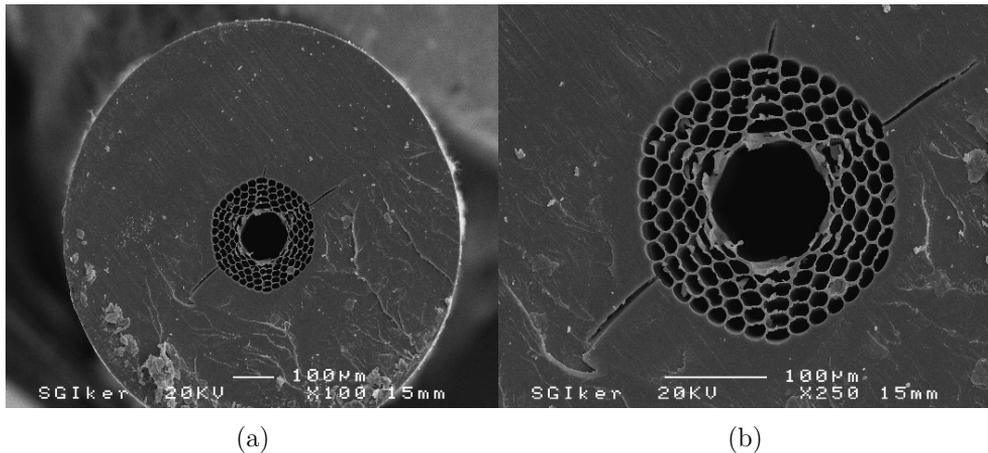


Figura 4.11. Imágenes SEM de la FOPM-NH fabricada, con magnificaciones de (a) X100 y (b) X250.

### 4.3.2 Resultados experimentales

Se han empleado dos configuraciones diferentes en las medidas de detección de glucosa. En la primera, con el objetivo de medir los espectros Raman de la solución de glucosa en cubeta, se rellena una cubeta de PC con la solución y se focaliza la superficie superior de la misma con la fuente láser del equipo Raman. En la segunda configuración, en la cual se emplean muestras de FOPM-NH de 10 cm de longitud, primero se rellena completamente el núcleo de las FOPM-NH con la solución acuosa de glucosa. Para el correcto llenado del núcleo se emplea la técnica de relleno selectivo [80], y a continuación se focaliza la superficie superior del núcleo con la fuente láser del equipo Raman, como se muestra en la Figura 4.12. Empleando el equipo Renishaw inVia Confocal Microscope se capturan los espectros Raman y posteriormente los datos son procesados para poder interpretar correctamente los resultados.

Con el objetivo de demostrar la idoneidad del sistema sensor diseñado para su uso clínico, se han preparado soluciones de glucosa en agua desionizada en concentraciones de 0, 5, 10, 15, 20 y 25 mmol/l, puesto que en tratamientos clínicos que incluyen los inhibidores SGLT2, la concentración de glucosa en orina de los pacientes varía entre 5 mmol/l y 17 mmol/l. Para cada concentración, se miden los espectros Raman con valores de señal a ruido elevados, y los resultados de los espectros medidos se muestran en la Figura 4.13 (a). En este punto, es importante destacar que en las medidas realizadas empleando la configuración de cubeta, no es posible detectar los picos de intensidad correspondientes a la glucosa. De los espectros obtenidos, se ha calculado un parámetro al cual denominamos relación de áreas, y que cuantifica la contribución de la glucosa al espectro Raman medido, desligándolo del pico Raman correspondiente al PMMA, que se sitúa muy próximo al pico Raman correspondiente a la glucosa. Los resultados de los valores relación de áreas se muestran en la Figura 4.13 (b), y demuestran que es posible detectar pequeñas variaciones de 5 mmol/l en la concentración de las soluciones.

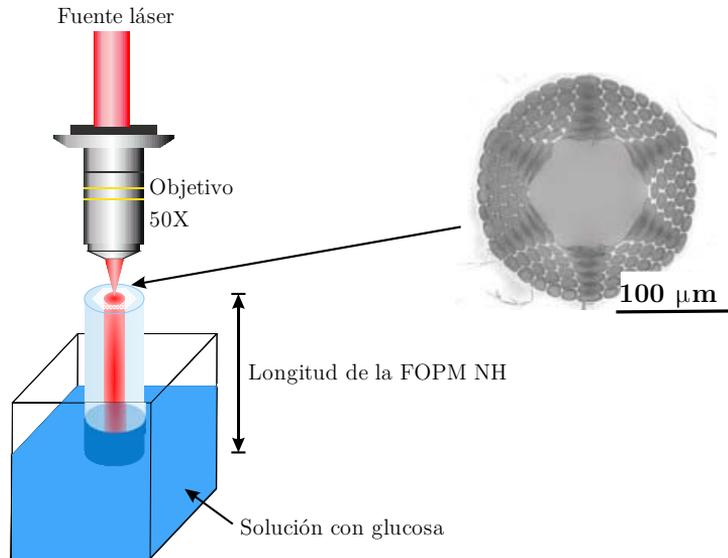


Figura 4.12. Configuración del sistema de medida, junto con una imagen de microscopio de la FOPM cuyo núcleo ha sido completamente rellenado con la solución de glucosa.

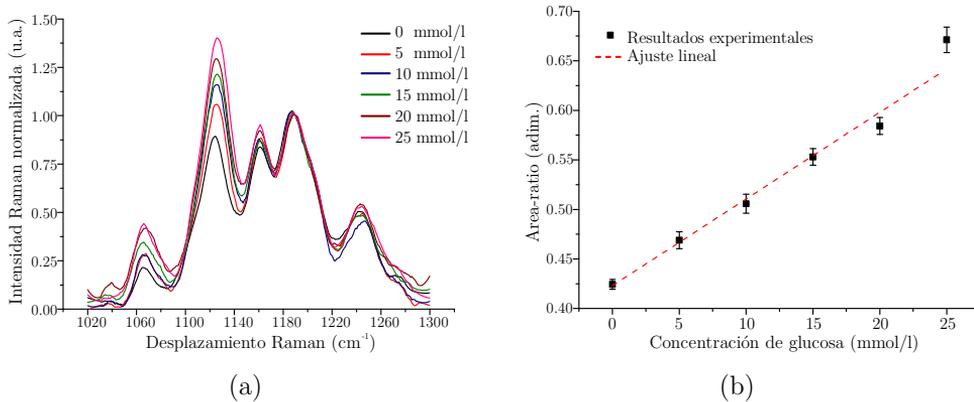


Figura 4.13. (a) Espectros Raman normalizados con respecto al pico 1190 cm<sup>-1</sup> para diferentes concentraciones de glucosa. (b) Variación del parámetro relación de áreas en función de la concentración de glucosa.

Por último, y una vez demostrado que el sistema sensor desarrollado empleando FOPM-NH presenta una sensibilidad muy satisfactoria, se han realizado unas medidas de glucosa en solución de orina, con concentraciones de 1 mol/l. Los resultados, mostrados en la Figura 4.14, demuestran que en los espectros Raman medidos se detecta la glucosa.

FOPM-NH y seis anillos como amplificador en un sistema bio-sensor basado en espectroscopia Raman

---

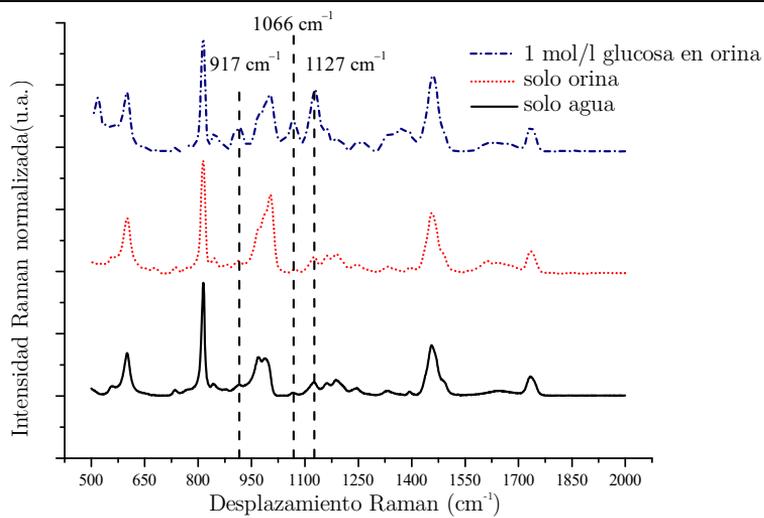


Figura 4.14. Espectros Raman correspondientes al agua, orina y glucosa en orina.

## 4.4 FOP dopadas para concentradores solares basados en fibra

En los concentradores solares basados en FOP dopadas, éstas absorben la luz solar en sus bandas de absorción y emiten luz en sus bandas de emisión, con elevadas eficiencias de acoplamiento. Esta luz fluorescente se guía a través de FOP hasta las células fotovoltaicas, donde se realiza la conversión opto-eléctrica. Empleando preformas dopadas con derivados del perileno y de la naftalimida, se han fabricado FOP dopadas luminiscentes de 1 mm de diámetro. Con el objetivo de demostrar sus excelentes prestaciones, se ha llevado a cabo una caracterización óptica de las mismas, analizando parámetros como las bandas de absorción y emisión de las FOP, la eficiencia de acoplamiento, la atenuación o su eficiencia cuando son iluminadas empleando un simulador solar.

### 4.4.1 Fabricación de las FOP

Las preformas dopadas se fabricaron en los laboratorios del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), empleando tanto la técnica de extrusión como la técnica de molde. Partiendo de PMMA comercial, se purificaron empleando tetrahidrofurano como disolvente y agua como agente precipitante. Posteriormente, se limpiaron las muestras de PMMA con metanol y se secaron durante 48 horas en un horno a 40 °C. Las muestras de PMMA resultantes fueron analizadas, midiendo parámetros como la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ), el peso molecular promedio en número ( $M_n$ ), el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) y el índice de polidispersidad (IPD). Los resultados se muestran en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1. Parámetros medidos de las muestras de PMMA elaboradas

Muestra	$T_g$ (°C)	$M_n$ (g/mol)	$M_w$ (g/mol)	IPD
PMMA	93.5	44.900	77.677	1.73

Una vez obtenida la matriz de PMMA, a la misma se le incorporaron cuatro colorantes diferentes, en concreto, Lumogen F Violet 570 (LV), Lumogen F Yellow 083 (LY), Lumogen F Orange 240 (LO) y Lumogen F Red 305 (LR). En los cuatro casos la concentración del colorante fue del 0,003 % en peso. Empleando dos técnicas diferentes, la de extrusión y la de molde, se crearon preformas de PMMA dopadas. Las preformas creadas por extrusión presentan un diámetro de 11 mm y una longitud

de 900 mm, mientras que las creadas por molde presentan un diámetro de 15 mm y una longitud de 15 mm. Las preformas creadas se muestran en la Figura 4.15.

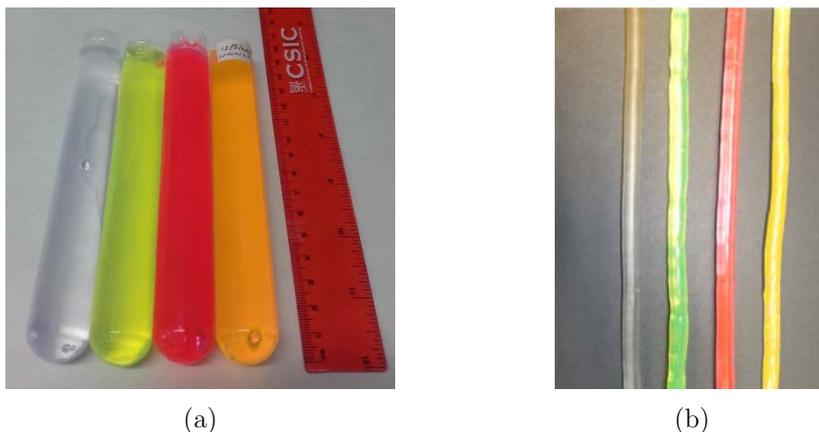


Figura 4.15. Preformas luminiscentes creadas en el CSIC empleando (a) la técnica de extrusión y (b) la técnica de molde.

Las preformas resultantes fueron recocidas manteniéndolas en un horno a 90 °C durante 7 días, para posteriormente ser estiradas a FOP de 1 mm de diámetro empleando la técnica de estirado directo, como se observa en la Figura 4.16. Las FOP resultantes fueron monitorizadas y en todos los casos las desviaciones en el diámetro se mantuvieron inferiores al 7 %. En la Figura 4.16 se pueden observar dos imágenes del proceso estirado de las fibras en la torre.

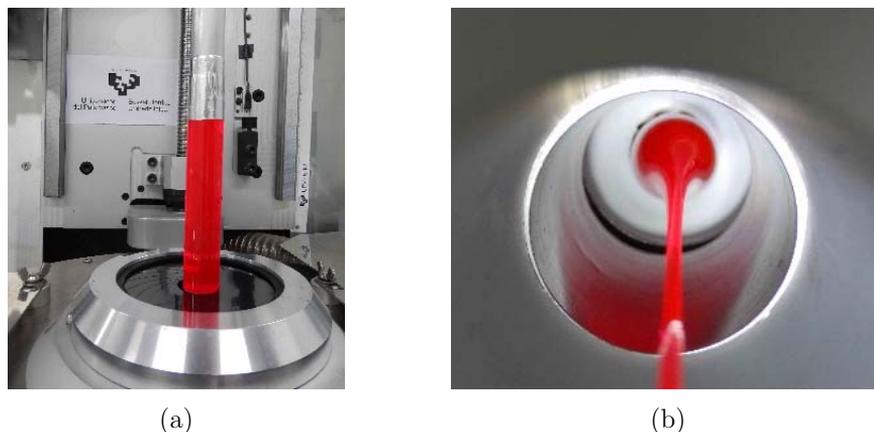


Figura 4.16. (a) Preforma posicionada en la torre de estirado previo a su estirado. (b) Estirado de la preforma, donde se observa la zona de estrechamiento.

Por último, en la Figura 4.17 se pueden observar algunas muestras de las FOP luminiscentes fabricadas.

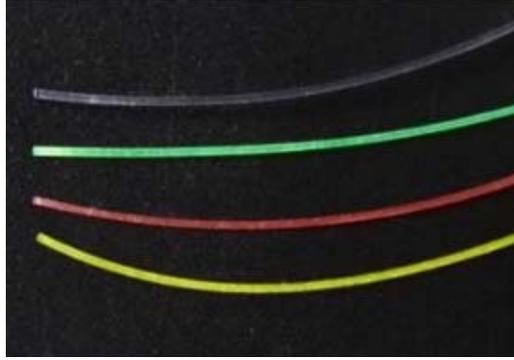


Figura 4.17. Varias muestras de FOP luminiscentes fabricadas.

#### 4.4.2 Caracterización de las FOP dopadas

El empleo de fibras luminiscentes para la captación de luz solar y su empleo en concentradores solares ofrece una serie de ventajas que las hacen muy atractivas. La geometría cilíndrica de las mismas proporciona una elevada eficiencia de conversión, y la posibilidad de conectorizarlas a fibras pasivas para el guiado de la luz permite separar espacialmente la zona de colección de la luz de la zona donde se sitúa la célula fotovoltaica, donde se realiza la conversión opto-eléctrica, con las ventajas que ello supone. Con el objetivo de garantizar la validez de las FOP dopadas que se han fabricado para su empleo en concentradores solares basados en fibras ópticas luminiscentes, se han analizado experimentalmente los siguientes parámetros: las bandas de absorción y emisión, la eficiencia de acoplamiento en condiciones de iluminación lateral, la atenuación y la eficiencia cuando son iluminadas empleando un simulador solar. Los resultados mostrados a continuación se corresponden con las medidas realizadas empleando las FOP dopadas fabricadas a partir de las preformas creadas por extrusión. Las FOP dopadas fabricadas a partir de las preformas creadas por molde están siendo analizadas y por el momento no se dispone de resultados experimentales.

Para ello, en todos los casos se ha empleado la técnica de iluminación lateral [81], y en función del parámetro medido, se han empleado diferentes fuentes de luz. Así, para caracterizar las bandas de absorción y emisión se ha empleado una fuente láser de femtosegundos sintonizable en la banda 690-1040 nm (Spectra Physics Mai Tai HP), junto con un doblador de frecuencia (Radiantis Inspire Blue). Para las

medidas de eficiencia de acoplamiento y atenuación, se ha empleado una fuente de luz supercontinua (ENERGETIC, EQ-99-FC LDLS) y, por último, para analizar el rendimiento de las FOP en condiciones de iluminación solar, se ha empleado una lámpara halógena (OSRAM, Haloline Eco) que proporciona el espectro correspondiente a un cuerpo negro de temperatura 2950 °C.

#### 4.4.2.1 Bandas de emisión y absorción

En la Figura 4.18 se muestran las bandas de absorción y emisión de las cuatro fibras dopadas. Tanto los espectros de absorción como los de emisión presentan anchos de banda elevados, en el rango visible del espectro, lo cual permite obtener valores elevados en parámetros como la conversión de potencia, muy importantes en la eficiencia de concentradores solares basados en fibras luminiscentes. Por otro lado, como aspecto negativo, indicar que se observa cierto solape entre las bandas de absorción y emisión de los colorantes seleccionados, y como consecuencia de esta reabsorción, aumentan las pérdidas de transmisión a medida que aumenta la longitud de las FOP.

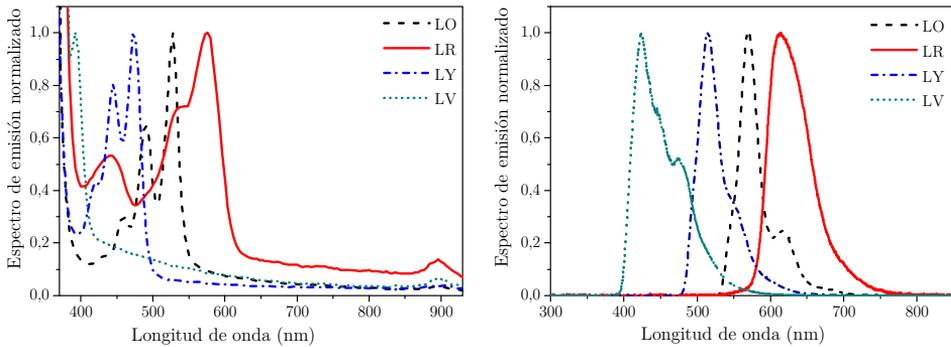


Figura 4.18. Espectros de (a) absorción y (b) emisión de las cuatro FOP dopadas.

#### 4.4.2.2 Eficiencia de acoplamiento

Para medir la eficiencia de acoplamiento en condiciones de iluminación lateral, las fibras son excitadas lateralmente empleando una fuente de luz supercontinua. El valor de la eficiencia de acoplamiento viene determinado por:

$$\eta_{lat} = \frac{P_{abs}}{P_{excit}} \cdot 100 (\%), \quad 4.1$$

donde la potencia absorbida ( $P_{\text{abs}}$ ), se calcula a partir de la diferencia entre la potencia de excitación ( $P_{\text{excit}}$ ) y la potencia a la salida de la fibra ( $P_{\text{out}}$ ). En la Figura 4.19 se muestra la potencia absorbida por cada una de las cuatro FOP dopadas en función de la potencia de excitación lateral. A partir de los resultados experimentales, se puede concluir que la potencia absorbida aumenta de forma lineal con la potencia de excitación, obteniendo los valores de eficiencia de acoplamiento que se muestran en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Eficiencias de acoplamiento en condiciones de iluminación lateral.

FOP	LO	LR	LY	LV
$\eta_{\text{lat}}(\%)$	51.7	48.5	54.3	47.6

Considerando los resultados de la Tabla 4.2, en los cuatro casos analizados la eficiencia de acoplamiento es próxima al 50 %, aunque es preciso indicar que en las aplicaciones de concentradores solares basados en fibras luminiscentes, la energía absorbida por las fibras sufre una atenuación hasta alcanzar el extremo de salida de las mismas, debido a mecanismos como la dispersión Rayleigh, la reabsorción, o la dispersión modal, entre otros.

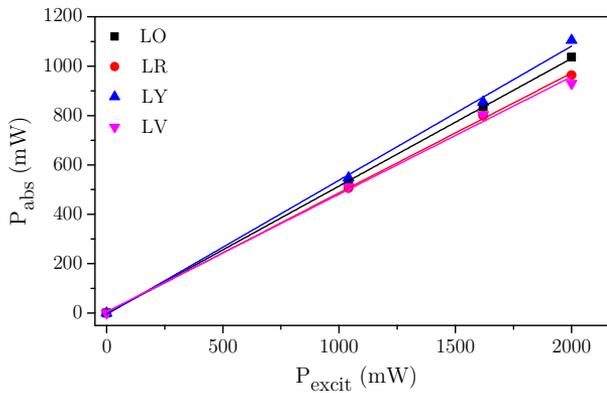


Figura 4.19. Potencia absorbida por cada FOP dopada en función de la potencia de excitación.

#### 4.4.2.3 Atenuación

Otro parámetro importante en las prestaciones de las FOP en concentradores solares es la atenuación que sufre la luz emitida con la distancia. Para ello, se ha medido la atenuación de la emisión con la distancia, así como la variación del pico de

emisión con la distancia, cuyos resultados se muestran en la Figura 4.20. Además, a partir de las variaciones en el espectro de fluorescencia a una determinada longitud de onda, se han calculado los coeficientes de absorción de las cuatro FOP dopadas. Los resultados se muestran en la Figura 4.21. La FOP LR presenta unos valores de atenuación satisfactorios, en torno a  $0,05 \text{ cm}^{-1}$  en la región espectral en la cual la absorción es despreciable, mientras que las FOP luminiscentes LV, LY y LO presentan valores elevados de atenuación, con coeficientes próximos a  $0,15 \text{ cm}^{-1}$ . Estos valores deberían optimizarse para obtener un mayor rendimiento en los concentradores solares, y para ello es necesario modificar algún aspecto del proceso de fabricación, principalmente en la fase de creación de la preforma por extrusión, modificando la concentración de los colorantes en la matriz de PMMA.

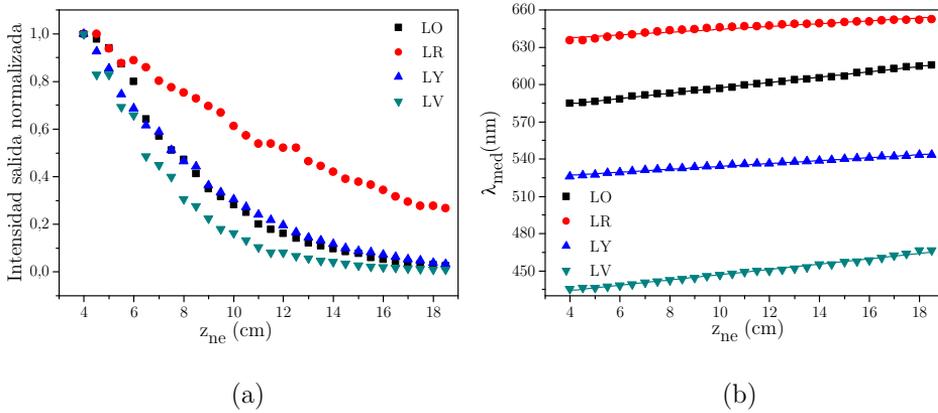


Figura 4.20. (a) Intensidad a la salida de las FOP en función de la distancia de propagación en la fibra. (b) Valor medio de la longitud de onda de la emisión en función de la distancia de propagación en la fibra.

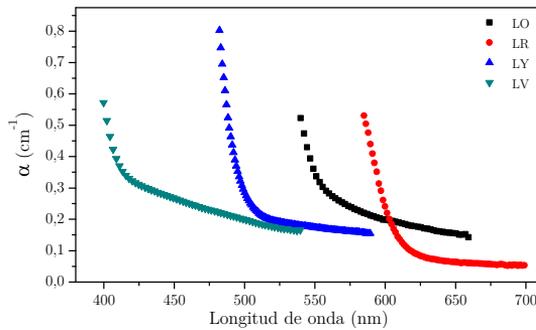


Figura 4.21. Coeficientes de atenuación de las FOP.

## 4.4.2.4 Rendimiento de las FOP empleando un simulador solar

Por último, empleando una lámpara halógena (Haloline Eco, Osram) que proporciona el espectro correspondiente a un cuerpo negro a 2950 °C como simulador solar, se ha analizado la variación de la potencia de salida en función de la longitud de FOP iluminada, así como la fotoestabilidad de las mismas. Los resultados se muestran en la Figura 4.22, junto con las curvas de ajuste obtenidas. Para longitudes cortas, la potencia a la salida de las FOP varía según la ecuación 4.2:

$$P_{Ze} = \frac{C}{\alpha^*} \cdot \left( 1 - e^{(-Ze \cdot \alpha^*)} \right), \quad 4.2$$

donde  $C$  es un parámetro asociado a la emisión espontánea [82], [83] y  $\alpha^*$  es el coeficiente de atenuación promedio considerando todas las longitudes de onda.

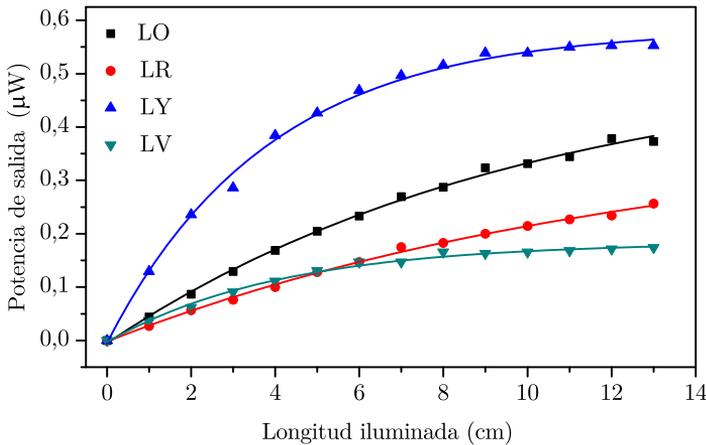


Figura 4.22. Potencia medida a la salida de las FOP en función de la longitud iluminada con el simulador solar.

Con el objetivo de analizar la fotoestabilidad de las FOP luminiscentes, se han medido los espectros de emisión y la potencia a la salida de las FOP durante 10 horas de iluminación ininterrumpida. También se ha medido la temperatura que alcanzan las FOP durante el mismo periodo. Los resultados se muestran en la Figura 4.23. Por un lado, se observa que la potencia a la salida de las FOP se mantiene relativamente estable durante las 10 horas, con variaciones por debajo del 20 % en todos los casos, lo cual confirma la buena fotoestabilidad de los colorantes derivados del perileno en matrices de PMMA [84]. En cuanto a la temperatura que alcanzan las FOP, tras un primer periodo de 3-4 horas durante el cual la temperatura aumenta de los 25 °C a los 45 °C aproximadamente, acaba estabilizándose a esa temperatura.

## FOP dopadas para concentradores solares basados en fibra

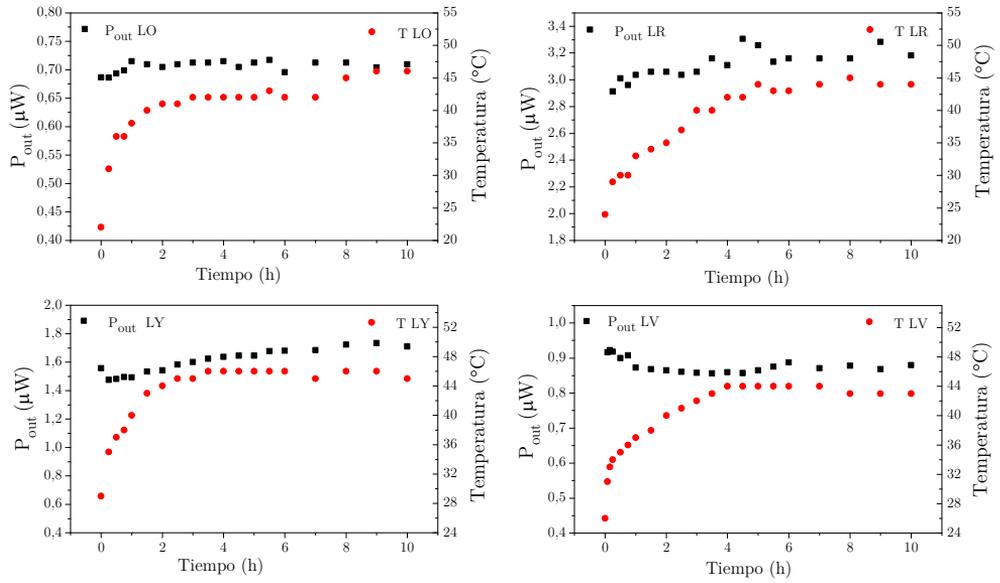


Figura 4.23. Potencia a la salida de las FOP y temperatura de las mismas durante 10 horas de iluminación con el simulador solar.

## 4.5 Caracterización de FOP dopada con rodamina B empleando la técnica de inmersión en solución

Existen diferentes técnicas para fabricar FOP dopadas. En algunos casos, las moléculas del material dopante se mezclan con el monómero en una etapa anterior a la propia polimerización. En otros casos, las moléculas dopantes se mezclan con el PMMA fundido durante la etapa de extrusión, para crear una preforma dopada. También es posible dopar las FOP estándar de PMMA una vez estiradas en la torre de fabricación, empleando la técnica de inmersión en solución. En este caso, controlando el proceso de inmersión de la FOP desnuda en la solución que contiene las moléculas dopantes, es posible conseguir FOP dopadas. A continuación, se muestran los resultados obtenidos en la fabricación de FOP de PMMA dopadas con rodamina B empleando esta técnica de inmersión en solución [85].

### 4.5.1 Fabricación y dopado de la fibra

Partiendo de una preforma sólida de PMMA de 20 mm de diámetro, recocida correctamente, ésta es estirada a fibra empleando la técnica de estirado directo en una sola etapa, obteniendo FOP desnuda de 500  $\mu\text{m}$  de diámetro. Una vez fabricada la FOP estándar desnuda, se preparan muestras de 5 cm de longitud y se introducen en un horno a 60 °C para eliminar el estrés residual. A continuación, se prepara una solución disolviendo 500 mg de rodamina B en 200 ml de metanol. La rodamina B se disuelve en el metanol, mientras que el PMMA se mantiene insoluble. Con la solución preparada se rellenan varias probetas de vidrio, y en las mismas se introducen diferentes muestras de FOP de 5 cm de longitud. A continuación, cada probeta se mantiene en una cámara climática a varias temperaturas, dependiendo de la temperatura a la cual se desea realizar el dopado. Así, se seleccionan temperaturas de 10 °C, 20 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C y 50 °C. Tras mantener las muestras a temperatura constante durante el tiempo de dopado deseado, se extraen de las probetas y se secan a temperatura ambiente. Una vez finalizado el proceso de dopado, con el objetivo de observar la penetración del dopante en la fibra, se monitorizan las secciones transversales de cada FOP dopada, empleando para ello un microscopio óptico. Cada muestra se corta a una distancia de 3 mm desde un extremo y la sección trasversal se pule con sumo cuidado. En la Figura 4.24 se muestran las imágenes obtenidas para

## Caracterización de FOP dopada con rodamina B empleando la técnica de inmersión en solución

una FOP sumergida en la solución de rodamina B y metanol a 10 °C para diferentes tiempos de inmersión.

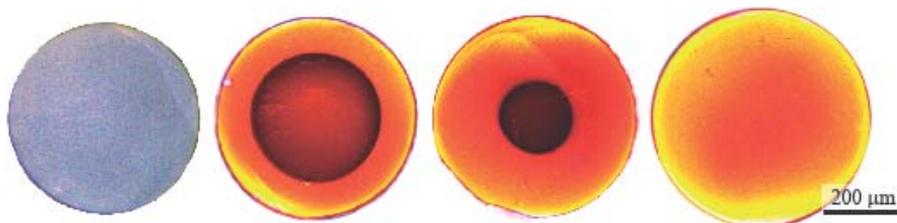


Figura 4.24. Imágenes obtenidas con un microscopio óptico correspondientes a las secciones transversales de una FOP dopada con rodamina B, con diferentes tiempos de inmersión. De izquierda a derecha, 0 horas, 30 horas, 54 horas y 96 horas.

### 4.5.2 Caracterización óptica

#### 4.5.2.1 Penetración de la solución

Con el objetivo de cuantificar la penetración de la solución, se establece el parámetro *penetración relativa del dopante* como el cociente  $(\varnothing_{\text{ext}} - \varnothing_{\text{int}}) / \varnothing_{\text{ext}}$ , donde  $\varnothing_{\text{ext}}$  es el diámetro exterior de la FOP y  $\varnothing_{\text{int}}$  es el diámetro de la región libre de dopantes [86]. Para cada temperatura se ha calculado empíricamente el valor medio de la penetración relativa del dopante para tres muestras dopadas, que han sido preparadas en idénticas condiciones. Los resultados se muestran en la Figura 4.25, en función del tiempo de inmersión y de la temperatura. Analizando los resultados, se puede observar que el empleo de temperaturas elevadas disminuye el tiempo requerido para completar el proceso de dopado. A pesar de ello, como se mostrará en la siguiente sección, el empleo de temperaturas elevadas tiene consecuencias negativas sobre las propiedades ópticas de las FOP resultantes, aumentando la atenuación y disminuyendo la transmitancia de las mismas.

#### 4.5.2.2 Espectros de absorción y de emisión

Los espectros de absorción y de emisión medidos en las FOP dopadas se muestran en la Figura 4.26. La presencia de dopantes es evidenciada por el pico de absorción alrededor de 558 nm. La emisión ha sido medida excitando las FOP lateralmente con una fuente láser a 520 nm y una irradiancia de 22 nJ/cm<sup>2</sup>. El pico de emisión medido a la salida de la FOP está situado en 592 nm, ligeramente

desplazado hacia el rojo con respecto al pico de emisión teórico, debido a los procesos de reabsorción y reemisión que tienen lugar a medida que la luz se propaga por la FOP [87]. Si se realiza una estimación de la concentración del dopante a partir del desplazamiento del pico de emisión hacia el infrarrojo [88], es posible estimar que las FOP fabricadas presentan una concentración en el rango entre 1 y 10 ppm.

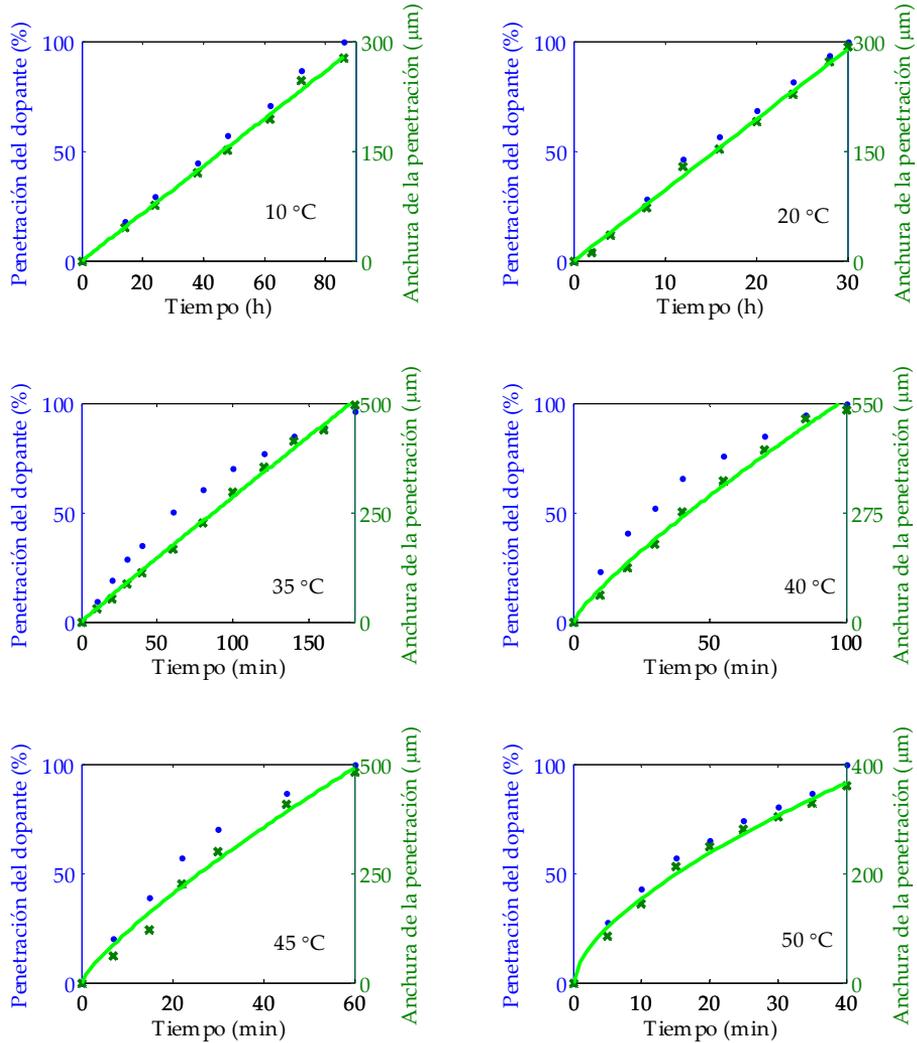


Figura 4.25. Variación de la penetración del dopante (círculos azules) y de la anchura de penetración en la FOP (cruces verdes) en función del tiempo de inmersión, para seis temperaturas diferentes: 10 °C, 20 °C, 30 °C, 40 °C, 45 °C, y 50 °C. Las líneas continuas representan el ajuste con respecto al grosor de la FOP para cada temperatura.

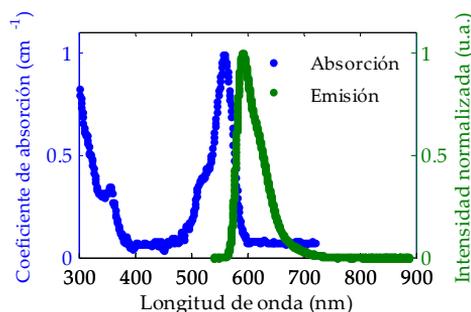


Figura 4.26. Espectros de absorción y emisión de las FOP dopadas con rodamina B (temperatura de inmersión 10 °C). Longitud de onda de excitación: 520 nm; longitud de fibra: 4 cm.

#### 4.5.2.3 Atenuación

La  $T_g$  de un polímero puede cambiar cuando este se introduce en un solvente. Para el caso de la mezcla metanol-PMMA, la  $T_g$  puede verse reducido hasta temperatura ambiente, tomando un valor de entre 20 °C y 30 °C para valores de  $M_w$  de entre 23500 g/mol y 550000 g/mol [85]. Las POF fabricadas presentan un  $M_w$  de unos 110000 g/mol, por lo que la  $T_g$  de las muestras inmersas en metanol debe ser algo superior a los 20 °C. Así, cuando las temperaturas de dopado están por encima de la  $T_g$  aparecen burbujas en las fibras y dejan de ser transparentes, como se observa en la Figura 4.27. A medida que aumenta la temperatura de dopado, el tamaño y la cantidad de agujeros también aumentan, lo que a su vez hace que la atenuación óptica de las fibras aumente drásticamente. En la Figura 4.28 se muestran los coeficientes de atenuación medidos con un espectrofotómetro para muestras de FOP dopadas. Debido a los elevados valores de atenuación que presentan las muestras dopadas a temperaturas de 30 °C o más, únicamente se muestran los coeficientes de atenuación para FOP dopadas a 10 °C y a 20 °C. Para el resto de temperaturas, resulta imposible medir los coeficientes de atenuación con la sensibilidad disponible.

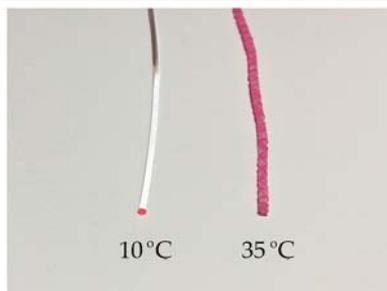


Figura 4.27. Imagen de dos FOP dopadas por inmersión a diferentes temperaturas (10 °C y 35 °C).

La difusión de los dopantes en función de la temperatura indica que la transmitancia de las FOP resultantes disminuye enormemente a medida que aumenta la temperatura a la cual se produce la penetración de las moléculas dopantes. Este fenómeno es debido a la interacción entre el metanol y el PMMA, debido al descenso de la  $T_g$  de la mezcla PMMA-metanol, que puede variar entre los 20 °C y 30 °C dependiendo del  $M_w$  del PMMA [85]. En la Figura 4.28 se muestran los coeficientes de atenuación medidos con un espectrofotómetro para muestras de FOP dopadas. Debido a los elevados valores de atenuación que presentan las muestras dopadas a temperaturas de 30 °C o más, en la Figura 4.28 únicamente se muestran los coeficientes de atenuación para FOP dopadas a 10 °C y a 20 °C. Para el resto de temperaturas, resulta imposible medir los coeficientes de atenuación con la sensibilidad disponible.

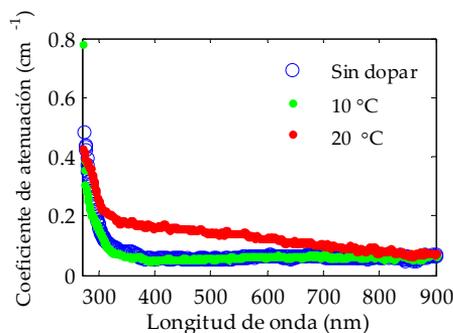


Figura 4.28. Coeficientes de atenuación medidos para FOP sin dopar y para FOP dopadas con rodamina B a 10 °C y a 20 °C.

#### 4.5.2.4 Fotoestabilidad

Con el propósito de caracterizar la fotoestabilidad de las FOP dopadas, se han medido los espectros de emisión en función del tiempo, excitando las muestras

## Caracterización de FOP dopada con rodamina B empleando la técnica de inmersión en solución

---

con una fuente laser de femtosegundos, centrada en 520 nm y con una irradiancia de 22 nJ/cm<sup>2</sup>. Todas las muestras han sido expuestas por primera vez a la excitación, para evitar posibles degradaciones previas. A partir de los resultados mostrados en la Figura 4.29, se observa que la emisión disminuye un 32 % tras 60 minutos de exposición a la fuente láser. Esta degradación es menor que la obtenida para FOP dopadas empleando la técnica de polimerización [89]. Este comportamiento es atribuible a la técnica de dopado, puesto que al dopar las FOP por inmersión en solución, la probabilidad de que se formen moléculas agregadas es menor que en el caso de dopar las FOP empleando la técnica de polimerización-gel [90].

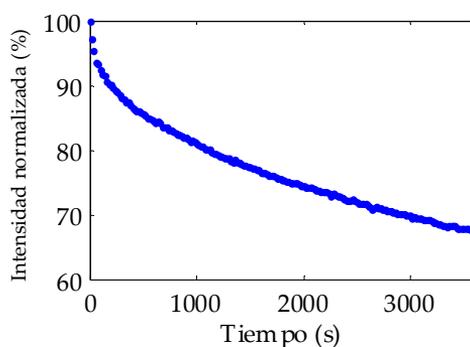


Figura 4.29. Intensidad de la emisión en función del tiempo de excitación para FOP dopadas a 10 °C. Longitud de onda de excitación: 520 nm; longitud de fibra: 4 cm.

## 4.6 FOPM de cuatro anillos con revestimiento de PC como sensor de curvatura, torsión y presión

Debido a su naturaleza multimodal, las FOP presentan a su salida una polarización aleatoria aun en el caso en el que sean excitadas con luz totalmente polarizada. Sin embargo, la aparición de las FOPM ha hecho posible la fabricación de fibras monomodo en todo el rango visible [40] y su utilización como sensor óptico basado en la polarización de la luz. Así, en esta sección se analizan las variaciones en la polarización de la luz que se propaga en la FOPM en función de parámetros como la curvatura, la torsión o la presión aplicadas sobre la FOPM. Se pretende demostrar la viabilidad de emplear FOPM monomodo como sensor de curvatura, torsión y presión.

### 4.6.1 Diseño y fabricación de la FOPM

La geometría de la FOPM monomodo empleada se muestra en la Figura 4.30 (a). Está formada por un núcleo sólido central, de 5  $\mu\text{m}$  de diámetro, alrededor del cual se diseña un revestimiento de cuatro anillos. Para garantizar el guiado monomodo, el diámetro de los agujeros del revestimiento es de 2  $\mu\text{m}$  y la separación entre agujeros de 4,7  $\mu\text{m}$ , obteniendo una relación diámetro/separación de 0,42 [91]. Para eliminar los posibles modos de revestimiento que se puedan propagar en la zona exterior al núcleo, se ha cubierto la FOPM con un tubo de PC. Los resultados de las simulaciones llevadas a cabo, empleando el software Photon Design<sup>®</sup>, se muestran en la Figura 4.30 (b), y demuestran que la luz se propaga en el interior del núcleo. En la Figura 4.30 (b) solamente se muestra la región correspondiente al núcleo y al revestimiento, con un diámetro de 30  $\mu\text{m}$ , para poder ver en detalles la distribución de potencia en la FOPM.

FOPM de cuatro anillos con revestimiento de PC como sensor de curvatura, torsión y presión

---

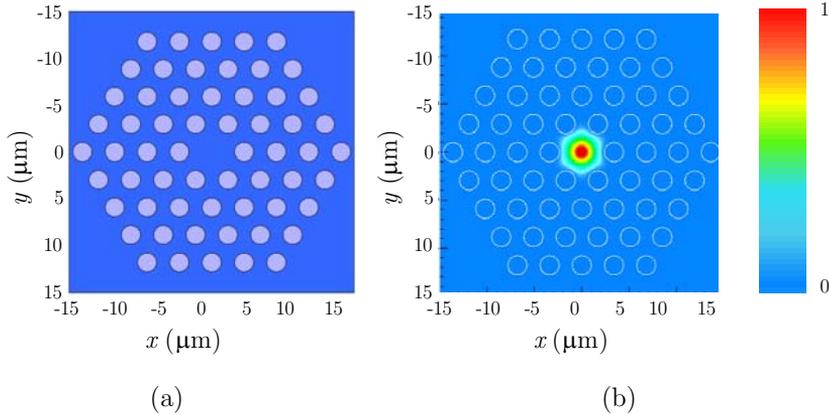


Figura 4.30. (a) Estructura formada por un núcleo sólido y cuatro anillos formando el revestimiento. (b) Resultados de la simulación, en la que se muestra la distribución espacial de potencia o campo cercano.

Una vez completada la simulación, se ha fabricado la FOPM diseñada. Para ello, partiendo de un cilindro monolítico de PMMA, de 60 mm de diámetro y empleando la técnica de taladrado profundo, se ha creado la geometría en la preforma primaria, como se muestra en la Figura 4.31 (a). A continuación, se completa un estirado de varias etapas, en las cuales se llevan a cabo dos procesos de encamisado de las preformas intermedias, un primero con un tubo de PMMA y un segundo con un tubo de PC. Tras el último proceso de estirado, se fabrican FOPM de 335  $\mu\text{m}$  de diámetro. La preforma primaria, la caña y la FOPM se muestran en la como se puede observar en la Figura 4.31.

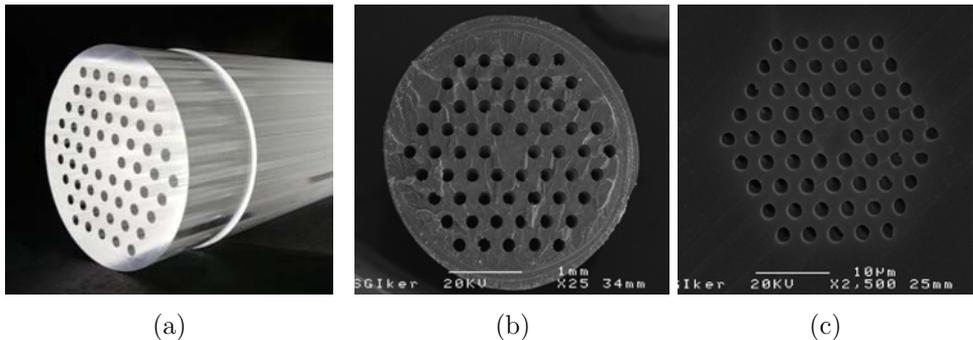


Figura 4.31. (a) Preforma primaria para la fabricación de FOPM monomodo. Imágenes SEM de (b) preforma intermedia de 4 mm de diámetro y (b) región del núcleo y revestimiento de la FOPM final, de 335  $\mu\text{m}$  de diámetro

## 4.6.2 Resultados experimentales

### 4.6.2.1 Distribución espacial de potencia

Una vez fabricada la FOPM de núcleo sólido y cuatro anillos, se llevan a cabo medidas experimentales de la distribución espacial de potencia.

Los resultados se muestran en la Figura 4.32. En la Figura 4.32 (a), en la que se muestra la superficie completa de la FOPM, se observa que toda la energía se concentra en el interior del núcleo, en concordancia con los resultados teóricos mostrados en la Figura 4.30 (b). Con más detalle, en la Figura 4.32 (b) se muestra la medida de campo cercano centrada en la región del núcleo, con una superficie de  $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m}$ . Esta ausencia de luz guiada en el exterior del núcleo significa que no se propagan modos de revestimiento, lo cual es atribuible a la capa de PC que se ha añadido a la FOPM durante el proceso de fabricación.

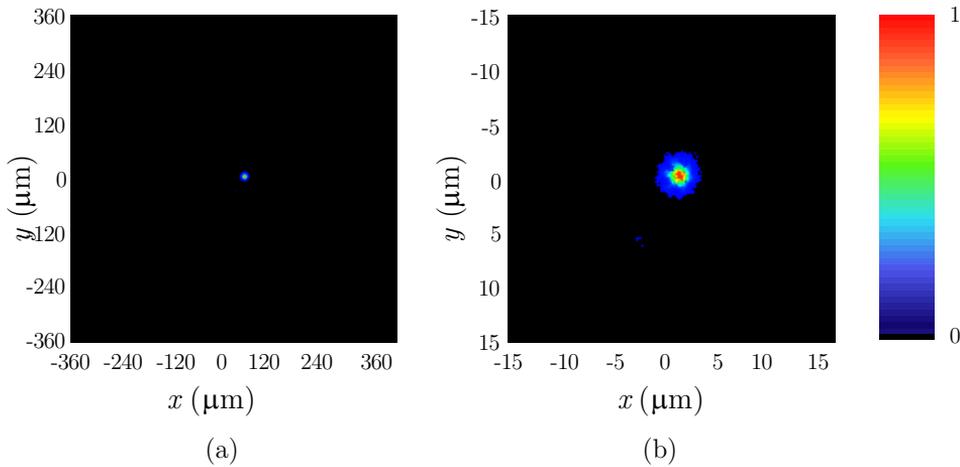


Figura 4.32. (a) Imagen de la distribución espacial de potencia en (a) la superficie completa de la FOPM y en (b) la región del núcleo de la FOPM con una capa de PC.

### 4.6.2.2 Sensor de curvatura

Si se provoca una curvatura en la FOPM, como consecuencia de la distribución de tensión generada en su interior, el efecto fotoelástico produce cambios en el índice de refracción de la FOPM, dando lugar a una birrefringencia lineal inducida por la curvatura, siendo el eje rápido perpendicular al plano de la curvatura [92]. Además, el producto de la birrefringencia inducida por unidad de longitud ( $\beta$ ) de la FOPM y el cuadrado del radio de la curvatura ( $R$ ), es decir,  $\beta \cdot R^2$  es constante. Este valor constante depende de la geometría y de los parámetros opto-mecánicos de

FOPM de cuatro anillos con revestimiento de PC como sensor de curvatura, torsión y presión

la FOPM. Así, empleando el montaje mostrado en la Figura 4.33, se ha medido la birrefringencia inducida por curvatura en la FOPM, y los resultados se muestran en la Figura 4.34. Se observa que la birrefringencia inducida es inversamente proporcional al cuadrado del radio de la curvatura aplicada sobre la FOPM, en coherencia con los cálculos teóricos, validando el empleo de la FOPM como sensor de curvatura.

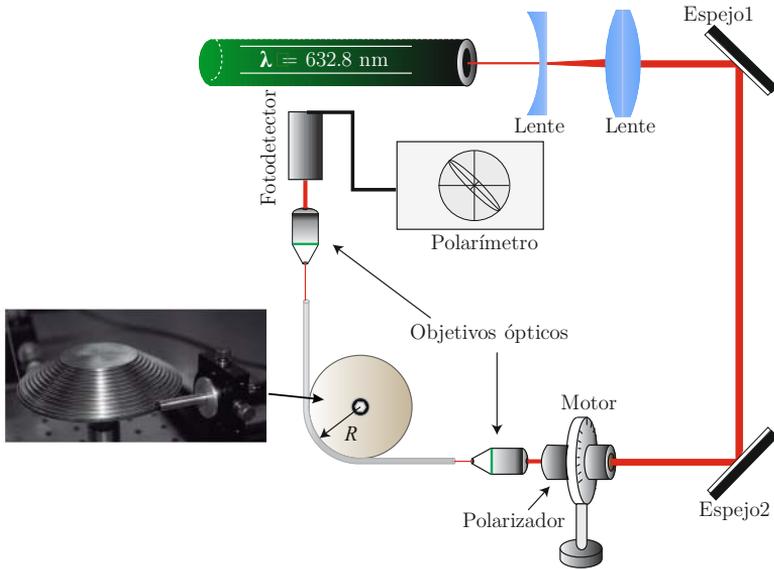


Figura 4.33. Montaje empleado para medir la birrefringencia inducida por curvatura.

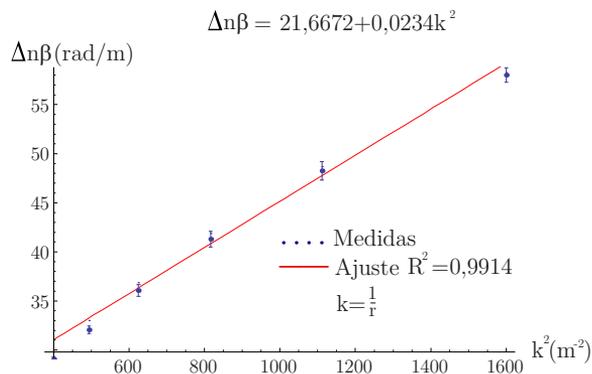


Figura 4.34. Valores experimentales de la birrefringencia en función de la curvatura de la FOPM.

4.6.2.3 Sensor de torsión

Cuando se produce una torsión en la FOPM, la tensión de cizallamiento provoca un acoplamiento de la componente de campo electromagnético longitudinal de uno de los modos con la componente de campo electromagnético transversal del modo ortogonal, estando ambos componentes desfasados  $\pi/2$ . Esta diferencia de fase induce una birrefringencia circular, y como consecuencia, una rotación de ángulo  $\alpha$  en la polarización a la salida de la FOPM, siendo  $\alpha$  proporcional al ángulo de torsión  $\tau$  ( $\alpha \propto \tau$ ). La constante de proporcionalidad depende del material que compone la FOPM. Empleando el montaje mostrado en la Figura 4.35, se ha medido la birrefringencia inducida por torsión. Los resultados se muestran en la Figura 4.36.

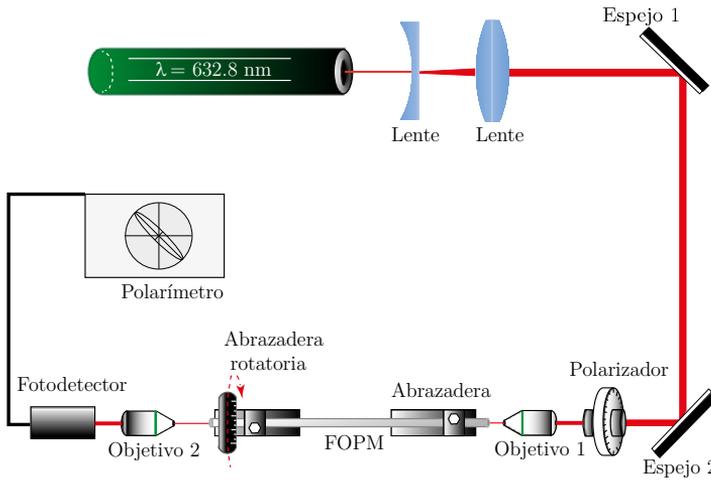


Figura 4.35. Montaje empleado para medir la birrefringencia inducida por torsión.

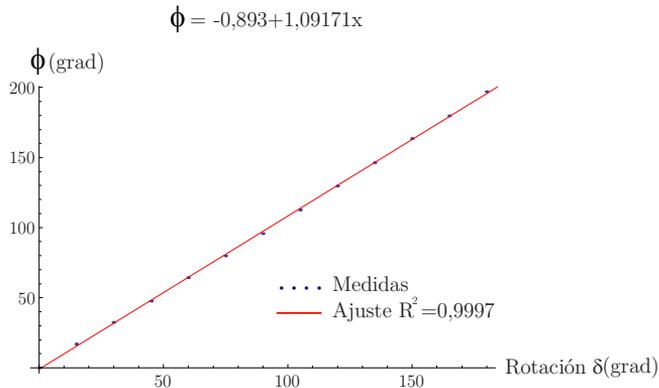


Figura 4.36. Valores experimentales de la variación de la polarización a la salida de la FOPM en función de la torsión inducida en la FOPM.

#### 4.6.2.4 Sensor de presión

Cuando se aplica una presión transversal sobre la FOPM, estando fijada la FOP sobre una ranura en forma de V (ver Figura 4.37 (a)), se induce una birrefringencia fotoelástica lineal ( $\beta$ ) proporcional a la fuerza  $f$  aplicada [93]:

$$\beta \propto (1 - \cos 2\delta \cdot \sin \delta) \cdot \frac{f}{\pi r E}, \quad 4.3$$

donde  $\beta = k_0(n_x - n_y)$  es la diferencia de fase entre los dos modos de propagación con polarización perpendicular,  $f$  la fuerza lineal por unidad de longitud,  $r$  el radio externo de la FOPM,  $E$  el módulo de Young del material de la FOPM, y  $2\delta$  el ángulo de la ranura en V.

Empleando el montaje mostrado en la Figura 4.37 (b), se han realizado medidas experimentales para obtener la respuesta de la FOPM como sensor de presión transversal. Los resultados se muestran en la Figura 4.38. En coherencia con los cálculos teóricos [94], la birrefringencia inducida aumenta linealmente con la presión transversal aplicada sobre la FOPM posicionada en una ranura en V. Además, se puede observar que a medida que aumenta el ángulo de la ranura en V, aumenta la pendiente de la curva obtenida, tal y como era de esperar a partir de los cálculos teóricos.

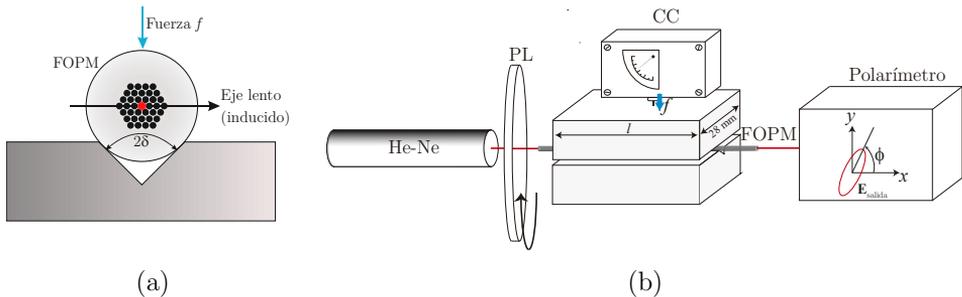


Figura 4.37. (a) Birrefringencia inducida por una fuerza externa  $f$ . (b) Montaje empleado para medir la variación de la polarización a la salida de la FOPM en función de la fuerza aplicada transversalmente. Leyenda: PL: polarizador lineal; CC: célula de carga.

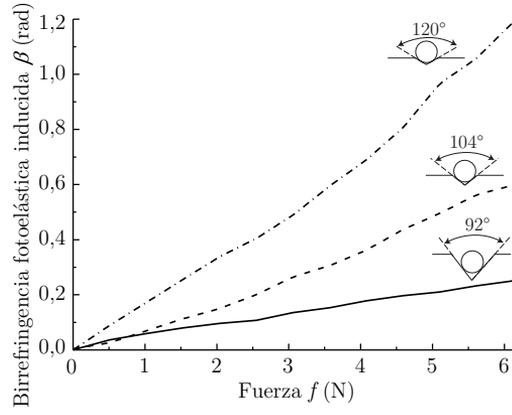


Figura 4.38. Birrefringencia fotoelástica inducida en función de la fuerza aplicada de forma transversal a la FOPM dispuesta sobre un surco en V.



# Capítulo 5

## Conclusiones y contribuciones

*Resumen-* Este último capítulo resume las principales aportaciones obtenidas a partir de las investigaciones realizadas en esta tesis junto con las diferentes publicaciones a las que ha dado lugar

### 5.1 Conclusiones

En el trabajo expuesto en esta memoria se ha realizado un análisis detallado de la fabricación de diversos tipos de FOP, con especial interés en las FOP microestructuradas, pero también FOP estándar y FOP dopadas. A continuación, se resumen los resultados más significativos obtenidos. En primer lugar, se muestran los relacionados con la creación de preformas, para a continuación exponer los resultados obtenidos en relación al estirado de las FOP, y finalizar con una descripción de las aplicaciones para las cuales se han desarrollado FOP, empleando las técnicas de fabricación descritas en este trabajo de tesis.

#### 5.1.1 Creación de preformas

Se han optimizado las técnicas para la fabricación de preformas estructuradas de polímero empleando tanto la técnica de taladrado, como la técnica de apilamiento de capilares.

La técnica de taladrado, tal y como se empleaba hasta la fecha, presenta principalmente dos limitaciones: el tiempo necesario para la fabricación de las preformas y la longitud máxima de las mismas. Por un lado, las brocas estándar de acero rápido requieren un taladrado discontinuo con el propósito de no fundir el polímero, aumentando en exceso el tiempo necesario para taladrar una estructura en la preforma. Por otro lado, debido a la corta longitud que presentan estas brocas,

sobre todo en el caso de brocas con diámetros pequeños, la longitud máxima obtenida hasta la fecha era de 70 mm de longitud para brocas de 2 mm, condicionando y limitando el proceso de estirado.

En esta tesis, se ha realizado un análisis experimental comparando los resultados obtenidos empleando brocas estándar de refrigeración externa y brocas de metal duro y refrigeración interna. Entre las brocas de refrigeración interna, se emplean por primera vez brocas cañón de taladrado profundo, con una relación diámetro-longitud de 50. Los principales hitos que se han obtenido en la fabricación de preformas empleando la técnica de taladrado son los siguientes:

- Se han conseguido crear preformas estructuradas de longitudes de hasta 110 mm para brocas de 2 mm y de hasta 175 mm para brocas de 3 mm.
- Se ha conseguido reducir el tiempo requerido para la creación de las preformas estructuradas en una orden de magnitud. Estas brocas que permiten refrigerar el punto de corte a través de los canales internos permiten realizar cada agujero en una pasada única, disminuyendo de manera significativa el tiempo necesario para el taladrado.
- Se han ajustado los parámetros de taladrado (velocidad de rotación, velocidad de avance, etc.) para evitar un sobrecalentamiento de las brocas que funda el polímero y conseguir un proceso totalmente controlado y reproducible para la creación de las preformas, sin necesidad de que un operario supervise la operación. Este proceso incluye el empleo de una broca de avellanado, una broca piloto y una broca de taladrado profundo, permitiendo crear estructuras de hasta 90 agujeros.
- Se ha medido la calidad de los agujeros taladrados, cuantificando parámetros como las desviaciones en el diámetro, la cilindridad, la coaxialidad y la rugosidad de los agujeros. Los resultados obtenidos demuestran que las brocas de refrigeración interna, más rígidas que las de acero rápido, permiten obtener mejores resultados en todos los parámetros analizados además de presentar muy poca variabilidad. Esta uniformidad en los parámetros de calidad permite obtener una simetría muy precisa en la geometría de la preforma, lo cual resulta fundamental para un posterior estirado correcto y un guiado correcto de la luz en la FOPM.

Con respecto a la técnica de apilamiento de capilares, los resultados más significativos han sido los siguientes:

- Se ha conseguido fabricar preformas con una longitud muy superior a las preformas creadas por taladrado, próximas a los 30 cm. Para ello, es

necesario fabricar capilares y barras de diámetros muy precisos y constantes, garantizando que el apilamiento se pueda desarrollar de manera satisfactoria.

- Se ha demostrado que es posible fabricar capilares de 1 mm, 2 mm y 3 mm de diámetro constante durante más de cuatro horas de estirado. En todo momento las desviaciones en el diámetro se han mantenido por debajo del 2 %.

### 5.1.2 Estirado de preformas a FOPM

En relación a la fabricación de FOP empleando la torre de estirado, se ha conseguido obtener un control absoluto de las unidades de calentamiento y estirado, garantizando la correcta fabricación de FOPM, FOP estándar y FOP dopadas.

Los resultados más destacados en relación al estirado de preformas a fibra son los siguientes:

- Se ha desarrollado un protocolo de calentamiento en escalón empleando los hornos infrarrojo y resistivo que permite obtener un perfil de calentamiento radial uniforme en el interior de las preformas. Esta homogeneidad en el calentamiento ofrece la posibilidad de replicar la estructura de la preforma en la fibra, manteniendo las propiedades ópticas de la FOPM diseñada en origen.
- Se ha demostrado que es posible obtener una longitud de la zona caliente muy corta, de 40 mm, en el interior de la unidad de calentamiento, evitando así la sobreexposición del polímero a temperaturas superiores a su  $T_g$  y la consiguiente deformación de la estructura.
- Se ha desarrollado protocolos de encamisado simple y múltiple, permitiendo aumentar el diámetro de la preforma hasta valores próximos a 1 mm, manteniendo la microestructura por debajo de las 50  $\mu\text{m}$ . Este proceso requiere una primera fase de encolado en un extremo de la preforma secundaria y una segunda fase de vaciado aplicando una presión negativa, que permita extraer todo el aire de la interfaz entre la caña y el tubo de encamisado.
- Para la fabricación de FOPM con núcleos huecos, se ha conseguido un control preciso de la presión positiva aplicada a los agujeros, evitando el colapso de los mismos, y permitiendo controlar el diámetro de los agujeros de la estructura en la FOPM.

- A modo de ejemplo del control en el estirado de preformas primarias a preformas intermedias, se ha conseguido obtener cañas de tres metros de longitud con desviaciones en el diámetro inferiores al 5 %, partiendo de preformas estructuradas de elevado diámetro, concretamente 60 mm.
- En lo que respecta al control del diámetro durante el estirado de preformas secundarias a FOPM, se han obtenido desviaciones en el diámetro inferiores al 1 % y al 2 % para FOPM de 500  $\mu\text{m}$  y 250  $\mu\text{m}$  de diámetro, respectivamente.
- Se ha demostrado la validez del protocolo de calentamiento y estirado desarrollado para la fabricación de FOP dopadas con colorantes orgánicos, en bajas concentraciones.

### 5.1.3 Fabricación de FOPM específicas para aplicaciones

Con el objetivo de certificar el trabajo realizado tanto en la fabricación de preformas estructuradas como en el estirado de preformas a fibra, durante este trabajo de tesis se han fabricado diferentes FOP diseñadas para diversas aplicaciones, entre las cuales destacan:

- FOPM de núcleo hueco con diferentes geometrías, diferentes números de anillos, y diferente separación entre los mismos. Empleando estas FOPM, se ha desarrollado una plataforma biosensora para la detección de glucosa en soluciones líquidas y en orina, con excelentes resultados.
- FOPM de múltiples anillos y un único núcleo sólido, que presenta guiado monomodo. Empleando estas FOPM se ha desarrollado un sensor de presión, curvatura y rotación.
- FOP sólida y desnuda, sin revestimiento, para su empleo como sensor de glucosa a altas concentraciones.
- FOP dopada con colorantes orgánicos. Se han caracterizado las propiedades ópticas de las mismas, validando su uso en concentradores solares.

## 5.2 Contribuciones

El trabajo de investigación realizado a lo largo de esta tesis ha dado lugar a una serie de publicaciones en revistas internacionales de alta relevancia, así como a publicaciones en conferencias internacionales de prestigio, garantizando por un lado la

calidad del trabajo realizado y, por otro lado, la difusión a la comunidad científica de los resultados obtenidos. A continuación, se detallan las contribuciones más relevantes:

### 5.2.1 Revistas internacionales

**i. Polymers beyond standard optical fibres – fabrication of microstructured polymer optical fibres**

- Revista: Polymer International
- ISSN:0959-8103
- Índice de impacto 2017 (JCR): 2,352
- Índice de impacto 5 años: 2,327
- Posición en la categoría Polymer Science: 27/87
- Cuartil en la categoría Polymer Science: Q2

En este trabajo se ha descrito con riguroso detalle el proceso de fabricación de fibras ópticas de polímero microestructuradas (FOPM). Se analizan las dos técnicas más empleadas en la creación de las preformas estructuradas, el taladrado y el apilamiento de capilares, y se crean preformas estructuradas con ambas técnicas. Además, se detallan las diferentes etapas de estirado, con especial énfasis en la unidad de calentamiento, donde la preforma alcanza la temperatura de transición vítrea y se produce el estirado. Para la portada de la revista en la edición impresa fue seleccionada una figura de este trabajo, como se muestra en la Figura 5.1.

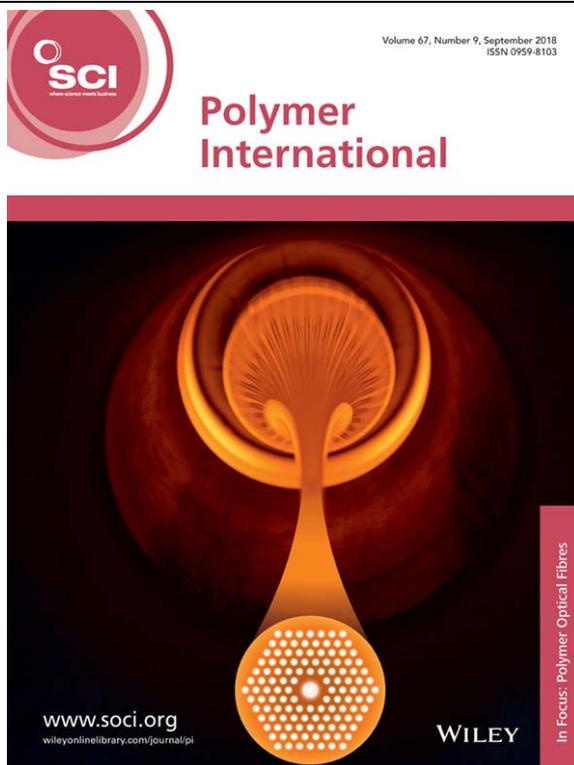


Figura 5.1 Portada de la revista Polymer international.

ii. **U-Shaped and Surface Functionalized Polymer Optical Fiber Probe for Glucose Detection**

- Revista: Sensors MDPI
- ISSN: 1424-8220
- Índice de impacto 2017 (JCR): 2,475
- Índice de impacto 5 años : 3,014
- Posición en la categoría Instruments&Instrumentation: 16/61
- Cuartil en la categoría Instruments&Instrumentation: Q2
- Número de citas recibidas: 3

Se ha desarrollado un sistema detector de glucosa basado en espectroscopia Raman, empleando una fibra óptica de polímero (FOP) como elemento activo. Para ello, se ha fabricado en la torre de estirado una FOP de PMMA de 500  $\mu\text{m}$  de diámetro, y se han configurado muestras de 30 cm de longitud con una geometría curva. A continuación, se ha funcionalizado la FOP, de manera que el sensor sea selectivo para la glucosa. Aplicando la técnica de sensado en fibra basada en onda evanescente, se han medido los espectros Raman de la señal recibida en un extremo de la FOP, excitando el otro extremo de la FOP con un láser visible. Los resultados experimentales son altamente satisfactorios y demuestran la validez del sistema de detección de glucosa desarrollado.

**iii. Fabrication of Active Polymer Optical Fibers by Solution Doping and Their Characterization**

- Revista: Polymers MDPI
- ISSN: 2073-4360
- Índice de impacto 2017 (JCR): 2,935
- Índice de impacto 5 años: 3,509
- Posición en la categoría Polymer Science: 19/87
- Cuartil en la categoría Polymer Science: Q1

En este trabajo se describe una técnica de dopado por inmersión en solución para la fabricación de FOP activas. En primer lugar, se caracteriza el dopado con una solución de rodamina B y metanol a diferentes temperaturas, y se demuestra que las mejores características ópticas, especialmente con respecto al coeficiente de atenuación, se logran a temperaturas bajas. Además, también se analiza la dependencia de la emisión de las FOP dopadas tanto con la distancia de excitación como con el tiempo de excitación. Las FOP activas preparadas de la manera descrita en este trabajo presentan una mayor fotoestabilidad que las fabricadas empleando la polimerización en gel.

**iv. Study of the Influence of Various Stress-Based Mechanisms on Polarization of an SM mPOF for the Development of Useful Devices**

- Revista: Journal of Lightwave Technology
- ISSN: 0733-8724
- Índice de impacto 2017 (JCR): 3,652

- Índice de impacto 5 años: 3,519
- Posición que ocupa la revista en la categoría Optics: 13/94
- Cuartil en la categoría Optics: Q1

A diferencia de las FOP convencionales, las FOPM monomodo presentan propiedades de polarización que las hacen potencialmente interesantes para su uso en el diseño y desarrollo de sistemas de fibra óptica polarimétricos. Las FOPM monomodo se comportan como un sistema birrefringente lineal con ejes y características ópticas claramente definidos. En este trabajo, se analizan las variaciones en la polarización de la luz que se propaga en la FOPM monomodo en función de parámetros como la curvatura, la torsión o la presión aplicadas sobre la FOPM, demostrando la posibilidad de emplear FOPM monomodo como sensores de curvatura, torsión y presión.

**v. Fabrication and Characterization of Polymer Optical Fibers Doped with Perylene-Derivatives for Fluorescent Lighting Applications**

- Revista: Fibers MDPI
- ISSN: 2079-6439

En este trabajo se describe el proceso de fabricación de FOP dopadas, empleando un proceso de fabricación de dos etapas, extrusión de preformas y estirado a fibra, utilizando PMMA como matriz y colorantes derivados del perileno y de la naftalimida como dopantes. Empleando la técnica de iluminación lateral se han caracterizado algunas propiedades ópticas de las fibras fabricadas, como la eficiencia de acoplamiento de la iluminación lateral, los coeficientes de atenuación óptica y su rendimiento bajo la excitación de un simulador solar. Así, se demuestra la validez de las fibras fabricadas para aplicaciones de iluminación fluorescente, especialmente en concentradores solares basados en FOP activas.

**vi. Liquid-Core Microstructured Polymer Optical Fiber as Fiber Enhanced Raman Spectroscopy Probe for Glucose Sensing**

- Revista: Journal of Lightwave Technology ISSN: 0733-8724
- Índice de impacto 2017 (JCR): 3,652
- Índice de impacto 5 años: 3,519
- Posición que ocupa la revista en la categoría Optics: 13/94
- Cuartil en la categoría Optics: Q1

El empleo de FOPM-NH diseñadas con geometrías específicas ofrece la posibilidad de superar la pobre eficiencia de la señal Raman para el desarrollo de bio-sensores. En este trabajo, se diseñan y se fabrican dos tipos de FOPM-NH, de diferentes tamaños, y los empleamos en una plataforma de detección de glucosa basada en la técnica de espectroscopia Raman amplificada en fibra. Se demuestra de forma empírica su validez para detectar glucosa en soluciones acuosas en el rango clínicamente relevante. Asimismo, se analizan los rendimientos de ambas FOPM-NH utilizando ferrocianuro de potasio y soluciones de glucosa en bajas concentraciones, obteniendo una mejora significativa de la señal de Raman en comparación con la espectroscopia Raman convencional. Los resultados también son validados empleando soluciones de glucosa en orina.

**vii. Harnessing deep-hole drilling to fabricate air- structured polymer optical fibers. (Enviado y en revision)**

- Revista: Polymers MDPI
- ISSN: 2073-4360
- Índice de impacto 2017 (JCR): 2,935
- Índice de impacto 5 años: 3,509
- Posición en la categoría Polymer Science: 19/87
- Cuartil en la categoría Polymer Science: Q1

El rendimiento de la técnica de taladrado resulta crítico en el proceso de fabricación de FOPM. Para la creación de la preformas estructuradas con geometrías complejas y de elevada longitud en un tiempo relativamente corto, es necesario emplear brocas especiales, con una elevada relación longitud-diámetro. En este trabajo, se analizan diferentes técnicas de taladrado para la creación de preformas, empleando diferentes tipos de brocas. Empleando equipos de metrología específicos, se miden algunos parámetros clave que proporcionan información sobre la calidad de los agujeros perforados, como son la rugosidad de la superficie, la circularidad, la coaxialidad y la desviación de los agujeros taladrados.

## 5.2.2 Conferencias internacionales

- i. **A novel liquid-filled microstructured polymer optical fiber as bio-sensing platform for Raman spectroscopy**
  - Conferencia: SPIE Photonics West BIOS
  - Lugar de celebración: San Francisco (CA), Estados Unidos de América
  - Año: 2018
- ii. **Polymer optical fibers doped with organic materials as luminescent solar concentrators**
  - Conferencia: SPIE Photonics West BIOS
  - Lugar de celebración: San Francisco (CA), Estados Unidos de América
  - Año: 2017
- iii. **Fabrication and characterization of a lumogen orange-doped polymer optical fibre**
  - Conferencia: 25th International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Birmingham, Reino Unido
  - Año: 2016
- iv. **Design and performance of a cladding mode stripper to simplify the fabrication of mPOFs**
  - Conferencia: 25th International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Birmingham, Reino Unido
  - Año: 2016
- v. **Performance characterization of a low-cost optical current sensor against temperature fluctuations**
  - Conferencia: 23rd International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Yokohama, Japón
  - Año: 2014
- vi. **Observation of Berry's Phase using Microstructured Polymer Optical Fiber**

- Conferencia: 21st International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Atlanta , Estados Unidos de América
  - Año: 2012
- vii. Coupling Losses in SI-MCPOFs due to Rotational Misalignment**
- Conferencia: 21st International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Atlanta , Estados Unidos de América
  - Año: 2012
- viii. Evaluation of an mPOF-based Strain Sensor for SHM applications**
- Conferencia: 20th International Conference on Plastic Optical Fibers
  - Lugar de celebración: Bilbao , País Vasco, España
  - Año: 2011



# Apéndice I

## Torre de Estirado

*Resumen-* En este apéndice se describen las diferentes unidades que en conjunto constituyen la torre de estirado. Tras una breve introducción de las funciones básicas de una torre de estirado convencional, se hace hincapié en las diferentes unidades encargadas de proporcionar un calentamiento homogéneo y un estirado óptimo de la preforma de polímero, hasta obtener la fibra deseada de forma controlada y reproducible. Para cada una de las unidades, se muestran las diferentes alternativas disponibles, junto con la opción seleccionada en el caso de la torre.

El proceso de fabricación de fibra óptica, tanto estándar como microestructurada, se divide en dos etapas bien diferenciadas. Una primera etapa en la que se diseña y se crea la preforma, que es una versión a gran escala de la fibra óptica deseada, y que incluye la estructura en el caso de fabricar fibras microestructuradas. Esta etapa se realiza con anterioridad al empleo de la torre de estirado, y tal y como se ha detallado en el capítulo 2 hay diferentes técnicas de fabricación de preformas. En una segunda etapa, ya empleando una torre de fabricación de fibra, se lleva a cabo el proceso de calentamiento y estirado de la preforma hasta obtener la fibra óptica final, con las dimensiones y estructura deseadas.

La primera etapa, en la que se debe crear la estructura deseada en la preforma, es la que determinará el guiado de la luz en la fibra, y por lo tanto, resulta fundamental en el proceso de fabricación de la FOPM. De las diferentes técnicas que existen para la fabricación de la preforma, las dos más empleadas en el caso de FOPM de PMMA son el taladrado o *drilling* y el apilamiento de tubos capilares o *capillary stacking*. También es posible fabricar preformas empleando otras técnicas como por ejemplo la polimerización y la extrusión [5].

La segunda etapa, en la que tiene lugar el calentamiento y el estirado de la preforma, se lleva a cabo empleando una torre de estirado, que debe estar adaptada al tipo de fibra que se desea fabricar. Así, en el caso de las fibras de polímero, en las que la mayoría se fabrican empleando PMMA, es necesario tener en cuenta parámetros como la viscosidad o la temperatura de transición vítrea del polímero empleado en la fabricación. Esto determinará el diseño óptimo de las diferentes unidades que

## Unidad de alimentación de la preforma

conforman la torre, de manera que sea posible fabricar la FOPM deseada de forma controlada y reproducible.

En este apéndice se resumen las diferentes unidades que forman la torre, comenzando por la unidad de alimentación de la preforma, que representa el punto de inicio del proceso de fabricación en la torre, hasta llegar a la unidad de recogida de la fibra, que es donde se almacena la fibra fabricada. En la Figura A. 1 se muestra una fotografía de la torre en la que se detallan las diferentes unidades.



Figura A. 1 Torre de fabricación empleada en este trabajo de tesis.

## A.1. Unidad de alimentación de la preforma

Las funciones principales de la unidad de alimentación son fijar la preforma, posicionar la preforma con respecto al eje del sistema, y controlar en cada momento la posición y la velocidad de la preforma en el sistema.

### A.1.1. Sistema de sujeción

La preforma se fija a la unidad de alimentación por medio de un mandril ajustable. La torre ofrece dos mecanismos de sujeción de la preforma:

- Sujeción directa de la preforma al mandril, como se muestra en la Figura A.2. En este caso, la longitud de la preforma debe ser superior a 330 mm, con el fin de que la preforma tenga acceso a todos los puntos de la unidad de calentamiento.

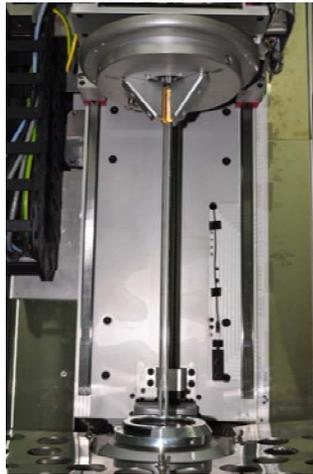


Figura A. 2 Mecanismo de sujeción directo

- Sujeción de la preforma empleando un soporte cilíndrico de acero (ver Figura A. 3). Este soporte es básicamente una extensión de la preforma, y ofrece la posibilidad de reducir la longitud mínima de la preforma y en caso necesario presurizar la preforma. El soporte está hecho de un tubo cilíndrico de 20 mm de diámetro y 300 mm de longitud, y un cabezal también cilíndrico, de mayor diámetro y 50 mm de longitud. El cabezal dispone de un sistema de roscado con arandelas que permite por un lado fijar la preforma al soporte y por otro lado garantizar la estanquidad del circuito de presurización de la preforma

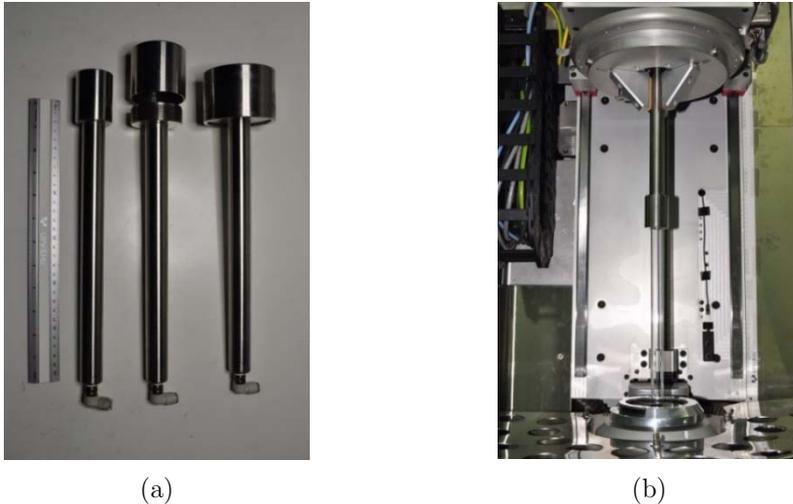


Figura A. 3 Mecanismo de sujeción con soporte de acero. (a) Tres soportes con cabezales de diferentes diámetros. (b) Sujeción de la preforma empleando un soporte de acero.

#### A.1.2. Sistema de rotación

El mandril de fijación de la preforma ofrece la posibilidad de rotar la preforma. Esto permite un calentamiento más homogéneo de la preforma, especialmente en el caso de las preformas de gran diámetro. Es preciso señalar que el sistema de rotación solamente debe emplearse durante el precalentamiento de la preforma, evitando cualquier movimiento de rotación de la preforma durante el estirado.

#### A.1.3. Sistema de inclinación

Otra posibilidad que ofrece este sistema de alimentación es modificar la inclinación del eje de la preforma, de manera que la preforma quede alineada en el eje del horno y de la torre de fabricación. Para ello, dispone de un sistema de tres tornillos pasantes que atraviesan el disco superior del sistema.

#### A.1.4. Control de presión

Este mecanismo proporciona un sistema de control de presión para aquellas preformas que requieran presurizar las preformas. Este sistema requiere el empleo del soporte de acero con el orificio de entrada de aire (ver Figura A. 3 (a)), y la presión puede ser controlada por el sistema de control de la torre.

### A.1.5. Sistema de posicionamiento

La unidad de sujeción de la preforma puede moverse en tres direcciones, XYZ. En el plano horizontal, un sistema de posicionamiento XY permite el desplazamiento de la preforma hasta posicionarla en el eje del horno, mientras que en el eje vertical, permite mover la preforma de arriba a abajo, situándola en la posición deseada. Además, dispone de dos velocidades de desplazamiento, una rápida y otra lenta, de las cuales una vez comenzado el proceso, solamente puede emplearse la velocidad lenta.

### A.2. Unidad de calentamiento de la preforma

Una de las funciones críticas de una torre de fabricación de fibra es proporcionar un mecanismo de calentamiento de la preforma preciso y homogéneo, de forma que el estirado pueda llevarse a cabo de forma controlada y reproducible, manteniendo la estructura de la preforma y evitando posibles deformaciones de la misma. Para ello, es necesario considerar los tres mecanismos de transferencia de calor, como son calentamiento por conducción, por convección y por radiación. La transferencia de calor en preformas de PMMA ha sido analizada teórica y experimentalmente en trabajos previos, tanto en el caso de preformas sólidas [95, 96], como preformas estructuradas, en las cuales los canales de aire añaden complejidad al análisis de la transferencia del calor [97, 98].

En el diseño de la unidad de calentamiento de la torre, hay que tener en cuenta las propiedades termo-físicas de los polímeros, muy diferentes al sílice. En la Tabla A.1 se muestran las propiedades termo-físicas del PMMA y del aire.

Tabla A.1 Propiedades termo-físicas del PMMA y del aire

<b>Parámetro</b>	<b>PMMA</b>	<b>Aire</b>	<b>Unidades</b>
Densidad, $\rho$	1170	0,93	Kg/m <sup>3</sup>
Capacidad térmica, $c_p$	1380	1010	J/KgK
Conductividad térmica, $k_c$	0,19	0,032	W/mK
Emisividad, $\varepsilon$	0,96	-	-

Los polímeros, siendo pobres conductores térmicos, en el caso del PMMA 0,19W/mK [70], presentan una baja conductividad del calor, un orden de magnitud inferior al sílice. Además, el diámetro de las preformas de polímero es significativamente mayor, del orden de 60-80 mm en el caso de preformas primarias, frente a los 20-30 mm de las preformas de sílice. Por otro lado, en el caso de las FOPM,

el proceso de calentamiento es más complejo, puesto que las preformas contienen un elevado porcentaje de aire en su interior, que además varía en función de la estructura diseñada. Por un lado, la presencia que canales de aire en la preforma condiciona la transferencia de calor en la preforma y, por otro lado, provoca tensiones superficiales adicionales que pueden distorsionar la estructura.

Un parámetro crítico en el proceso de fabricación de la fibra, es la *longitud de la zona-caliente*. Se define como la región en el interior del horno en la cual la temperatura de la preforma está suficientemente por encima de su temperatura de transición vítrea. Existen diferentes alternativas para el diseño del proceso de calentamiento de la preforma. La configuración más sencilla y empleada en las primeras torres de fabricación consistía en un horno resistivo de convección, con el cual se obtenía una zona-caliente de elevada longitud, próxima a los 140 mm [47]. Añadiendo a esta configuración un horno de precalentamiento, es posible separar la zona de precalentamiento de la zona de estirado, reduciendo la longitud de la zona caliente hasta los 20 mm y mejorando así las condiciones de estirado a fibra [47]. Otra alternativa, con excelentes resultados, consiste en emplear un horno IR radiativo en sustitución de un horno resistivo de convección. En este caso, la transferencia de calor por radiación proporciona un calentamiento más uniforme de la preforma y permite obtener una zona-caliente de reducida longitud sin necesidad de emplear un horno de precalentamiento. Además, debido a la existencia de canales de aire en el interior de las preformas de FOPM, el empleo de un horno IR radiativo proporciona excelentes resultados, mejorando los obtenidos empleando de un horno resistivo de convección.

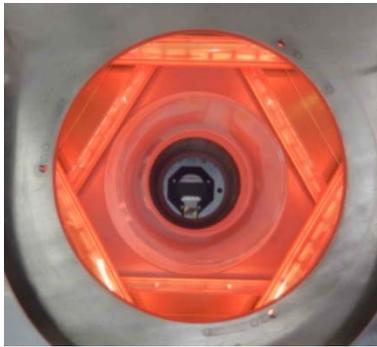
La unidad de calentamiento de nuestra torre de estirado está formada por dos zonas independientes. La zona superior la compone un horno IR de radiación, y la zona inferior la completa un horno resistivo. Esta configuración está diseñada para conseguir una zona-caliente de corta longitud, y un perfil de temperatura acimutal uniforme en la preforma.

El horno IR se emplea para transformar preformas primarias de 60 mm de diámetro en preformas secundarias de diámetros reducidos, entre 3 y 6 mm. En este caso, se precalienta la preforma primaria de forma homogénea empleando el horno infrarrojo, penetrando la energía al interior de la preforma por radiación. Esta sección calienta la preforma hasta alcanzar una temperatura homogénea próxima a los 110 °C, garantizando que no sufre ningún tipo de deformación antes de entrar en la zona inferior de estirado. La baja conductividad térmica del PMMA, junto con el aire en el interior de la estructura de la preforma, provocan que la minimización del gradiente de temperaturas en el interior de la preforma requiera un tiempo de calentamiento elevado.

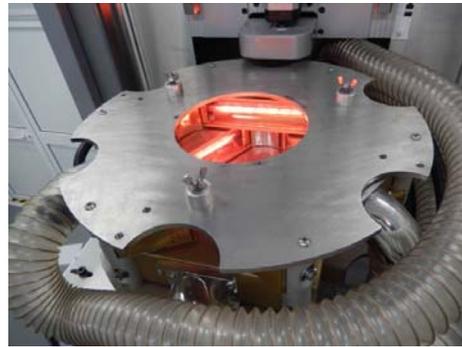
Una vez precalentada la preforma con una distribución de calor uniforme, se debe elevar su temperatura suficientemente por encima de la temperatura de transición vítrea del PMMA, para posibilitar el estirado a fibra. Basándonos en trabajos previos [5], se establece un valor de 145 °C como la temperatura umbral. Empleando un horno resistivo, de diseño cilíndrico, se consigue un gradiente de temperatura radial prácticamente uniforme en el plano acimutal de la preforma, y una longitud de la zona-caliente de valor reducido.

### A.2.1. Horno Infrarrojo

El horno infrarrojo (IR) de la torre consta de seis lámparas de cuarzo repartidas en dos bloques horizontales, formando 2 triángulos, rotados 60° uno respecto al otro, como se observa en la Figura A. 4 (a). Estas lámparas del fabricante Solaronics/Bekaert, modelo LP-230-0.5, están colocadas delante de una superficie reflectora y la regulación de potencia está controlada por una unidad de control. La eficiencia de los reflectores se maximiza gracias a su superficie bañada en oro y a su forma parabólica, que proporciona una distribución de calor uniforme. Dispone además de un sistema de ventilación para refrigerar las lámparas, como se observa en la Figura A. 4 (b).



(a)



(b)

Figura A. 4 Horno infrarrojo. (a) vista acimutal. (b) vista lateral.

El horno IR está equipado con un pirómetro (Figura A. 5 (a)) para medir la temperatura de la superficie de la preforma, que requiere visión directa de la zona cuya temperatura quiere medir, para lo cual el cilindro de vidrio en el interior del horno tiene un pequeño orificio en la zona inferior (Figura A. 5 (b)).

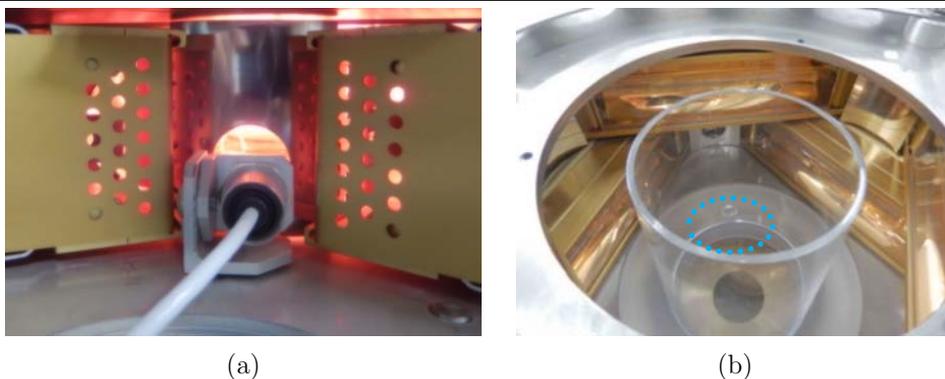


Figura A. 5 (a) Detalle del pirómetro en el horno IR. (b) Detalle del agujero existente en el cilindro de vidrio. Una elipse azul de puntos indica su posición en la imagen.

Otra característica del horno IR es que dispone de un mecanismo de control de la longitud de calentamiento, un parámetro muy importante en el proceso de fabricación de la fibra. En la Figura A. 6 se puede observar el cilindro roscado en la parte superior del horno, de forma que ajustando la profundidad de penetración del mismo en el horno, es posible aumentar o disminuir esta longitud de calentamiento, bloqueando parte de la radiación IR. Así, es posible variar la longitud de la zona-caliente, en función de las necesidades del usuario.

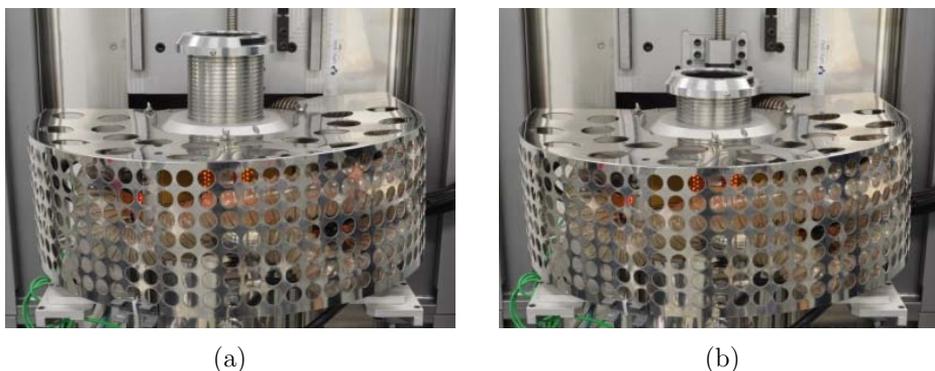


Figura A. 6 Dos imágenes del horno IR en las que se puede observar el cilindro roscado en dos posiciones distintas.

### Medidas de rendimiento del horno IR

Para validar el correcto funcionamiento del horno IR, se han llevado a cabo varias medidas experimentales.

En el primer conjunto de medidas, se ha caracterizado el calentamiento en el interior del horno IR sin emplear preformas, es decir, manteniendo el horno vacío. Para ello, como se puede observar en la Figura A. 7, se fijan 6 termopares a un soporte de acero de 60 mm de diámetro exterior, y se distribuyen de forma equidistante empleando un anillo cilíndrico, garantizando la posición de los termopares, equidistantes del centro del horno. El soporte se fija a la unidad de alimentación, y se sitúa de manera que la posición/altura inicial de los termopares se corresponde con el extremo superior del horno IR, Figura A. 7 (b). A partir de esa posición, y manteniendo una velocidad de descenso constante de 5 mm/min, se registran las temperaturas en los 6 termopares, hasta que alcanzan el extremo inferior del horno IR. En cuanto a la disposición espacial de los termopares, considerando la configuración triangular del horno, en el instante inicial, los termopares TP1, TP2 y TP3 quedan enfrentadas a las lámparas L1, L2 y L3 respectivamente, en su punto central (ver Figura A. 7 (a)), en el interior del cilindro de vidrio.

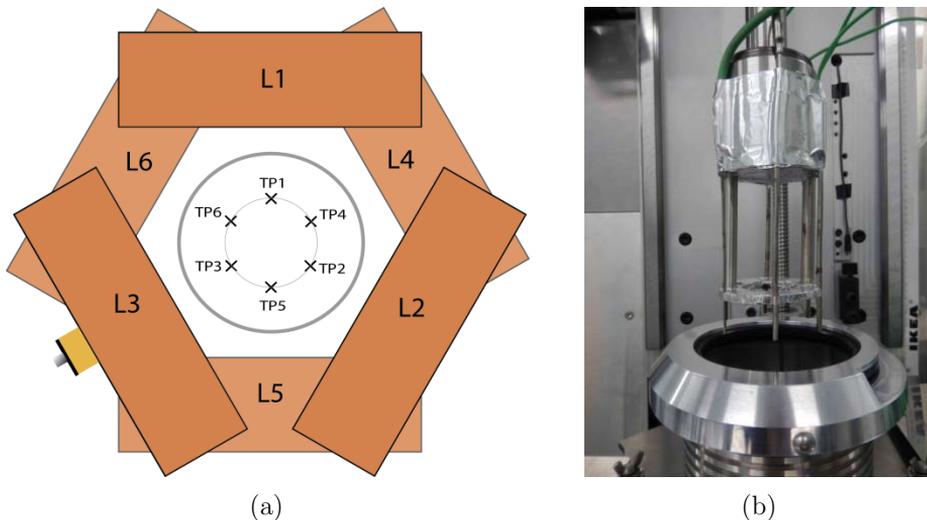


Figura A. 7 (a) Esquema que muestra la disposición de los termopares en el horno IR. (b) Imagen de los termopares en su posición inicial.

Se han llevado a cabo medidas a diferentes temperaturas del horno IR, y a continuación se muestran los resultados más significativos. Cualitativamente el comportamiento es similar para las diferentes potencias empleadas. En la Figura A. 8 se muestran los resultados obtenidos cuando el horno IR calienta al 20 % de su potencia máxima.

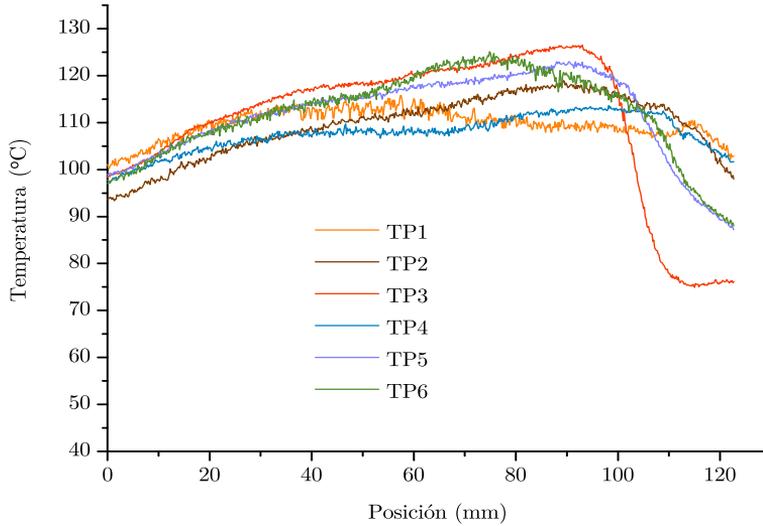


Figura A. 8 Temperaturas de los 6 termopares suspendidos en el horno IR.

En primer lugar, se observa que los registros de todos los termopares muestran pequeñas fluctuaciones, que son atribuidos al flujo de aire en el interior del horno, necesario para refrigerar las lámparas. En cuanto al gradiente de temperatura entre los termopares, es preciso indicar que las diferencias de temperatura son significativas. Así, en la región correspondiente a las tres lámparas superiores, la diferencia entre la temperatura máxima y la mínima alcanza los 10 °C, mientras que en la región correspondiente a las tres lámparas inferiores, esta diferencia aumenta hasta alcanzar los 15 °C. Por último, se observa que a partir de la posición en la cual los termopares alcanzan el extremo inferior de las lámparas, uno de los termopares muestra un descenso abrupto de temperatura. Este comportamiento se debe a la existencia del agujero en el cilindro de vidrio que cubre el horno IR (ver Figura A. 5 (a)), necesario para el correcto funcionamiento del pirómetro. Este agujero permite que el flujo de aire frío que refrigera las lámparas entre al interior del cilindro, provocando un descenso brusco de la temperatura, registrado principalmente por el termopar enfrenteado al agujero (TP3).

De los resultados obtenidos, es posible concluir que con el horno IR vacío, la distribución de temperatura en el plano acimutal es irregular, con diferencias que alcanzan los 15 °C en el peor de los casos. Además, las curvas muestran un perfil poco suavizado, con rápidas fluctuaciones debidas al flujo de aire en el interior del horno.

En el segundo conjunto de medidas, se ha caracterizado el calentamiento de las preformas de PMMA en el interior del horno IR. En estas medidas, se han empleado preformas sólidas de PMMA de 60 mm de diámetro y 100 mm de longitud.

En el interior de la preforma, se han insertado cinco termopares, cuya disposición radial se muestra en la Figura A. 9 (a). Uno está situado en el centro de la preforma ( $TP_{00}$ ), otros dos, a 15 mm del centro de la preforma ( $TP_{+15}$  y  $TP_{-15}$ ), y los dos últimos, a 25 mm del centro de la preforma ( $TP_{+25}$  y  $TP_{-25}$ ), a lados diametralmente opuestos. Para ello se han taladrado agujeros de 2 mm de diámetro y 45 mm de longitud. La preforma está suspendida en el interior del horno, sujeta por su extremo superior a un cilindro metálico. Para poder realizar las medidas, se fabrican unos soportes, Figura A. 9 (b), formados por una tuerca de 20 mm interior a la que se le soldó una placa circular de 60 mm de diámetro. Para poder sacar los cables de monitorización, se perforaron un par de agujeros a la placa circular.

Durante estas medidas, la preforma gira a 0,03 r.p.m., partiendo de una potencia del 18 %, para aumentarla un 2 % cada 20 minutos, hasta alcanzar el 22 %.



(a)



(b)

Figura A. 9. Dos preformas creadas empleando la técnica de apilamiento de capilares, con diferente geometría y material.

Los resultados de estas medidas se muestran en la Figura A. 10. En coherencia con los resultados correspondientes a las medidas llevadas a cabo con el horno vacío, muestran que el calentamiento en el interior de la preforma no es suficientemente uniforme.

## Unidad de calentamiento de la preforma

Se observa que la temperatura del termopar externo  $TP_{+25}$  se entrecruza con la temperatura del termopar externo  $TP_{-25}$  a medida que se rota la preforma. Este mismo comportamiento puede observarse también entre los termopares  $TP_{+15}$  y  $TP_{-15}$ , evidenciando que la distribución de potencia del horno IR no es uniforme acimutalmente. Por otro lado, al cabo de una hora de calentamiento, las temperaturas de los distintos puntos de la preforma en la línea radial no convergen, registrando diferencias de hasta  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Este comportamiento indica una leve falta de uniformidad en la distribución radial de temperatura.

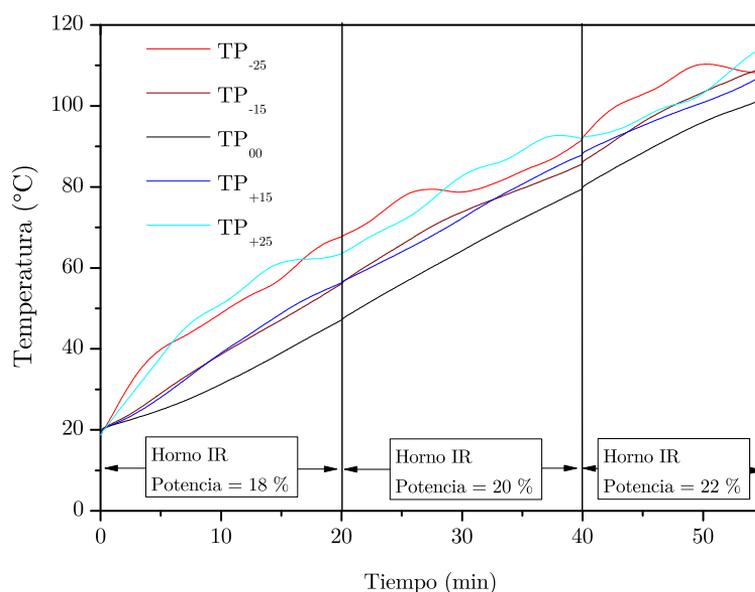


Figura A. 10 Test de funcionamiento del horno IR.

Con el propósito de mejorar la uniformidad del calentamiento en el interior de la preforma, se llevan a cabo nuevas medidas, en las cuales se aumenta la velocidad de giro a  $0,1\text{ r.p.m.}$  y se modifica la curva de calentamiento. Así, partiendo de una potencia del  $18\%$ , tras 20 minutos se aumenta un  $2\%$ , hasta alcanzar el  $20\%$ , para al cabo de otros 20 minutos, disminuir la potencia de nuevo al  $18\%$ , empleando lo que denominamos una curva de calentamiento descendente.

Los resultados obtenidos se muestran en la Figura A. 11. En este caso, se observa que, al cabo de 55 minutos de calentamiento, las temperaturas en los distintos puntos medidos de la preforma son significativamente más uniformes. Así, con las potencias empleadas ( $18\% - 20\% - 18\%$ ), las temperaturas en los diferentes puntos

de medida en el interior de la preforma difieren menos de 6 °C, alcanzando temperaturas entre 104 °C y 109 °C.

Además, es preciso indicar que se ha aumentado la velocidad de giro de la preforma durante las medidas (0,1 r.p.m.) y como consecuencia, la diferencia de temperatura entre puntos opuestos (por ejemplo, TP<sub>-25</sub> y TP<sub>+25</sub>) se reduce de forma significativa.

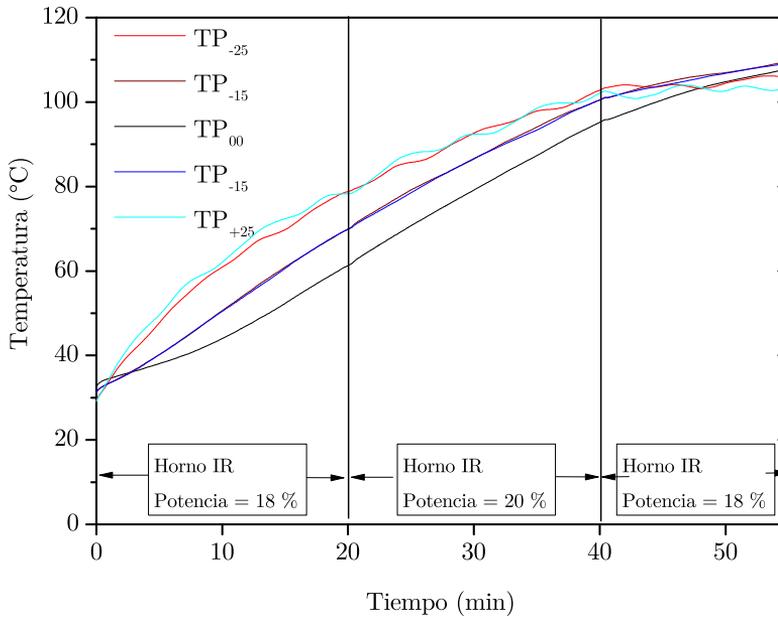


Figura A. 11 Test de funcionamiento del horno IR, empleando la técnica de calentamiento descendente.

Analizando este comportamiento del horno IR, es posible concluir que empleando la técnica de calentamiento descendente y manteniendo una velocidad de giro elevada, el horno IR proporciona un perfil de temperatura con una uniformidad aceptable en el plano acimutal de la preforma. Pero teniendo en cuenta que en la zona-caliente, aquella en la cual se produce el estrechamiento, la preforma debe mantenerse fija, sin ningún movimiento de rotación, se limita el uso del horno IR a la etapa de precalentamiento de la preforma primaria. En esta etapa, se calienta la preforma hasta alcanzar una temperatura uniforme próxima a los 110 °C, garantizando que no sufre ningún tipo de deformación, y a continuación entra en el horno resistivo, en el cual tiene lugar el estirado de la preforma.

### A.2.2. Horno Resistivo

El horno resistivo está formado por una resistencia calentadora junto con un cilindro de acero, cuyo diámetro se selecciona en función de las necesidades del usuario, gracias al cual se puede optimizar el rendimiento y la distribución del calor en el polímero. En la Figura A. 12 (a) se puede observar una foto del horno resistivo tomada desde una posición inferior, en cuyo interior se aloja una resistencia calentadora, y en la Figura A. 12 (b) se muestran tres cilindros de acero de diferente diámetro, cuya selección depende del diámetro de la preforma empleada.

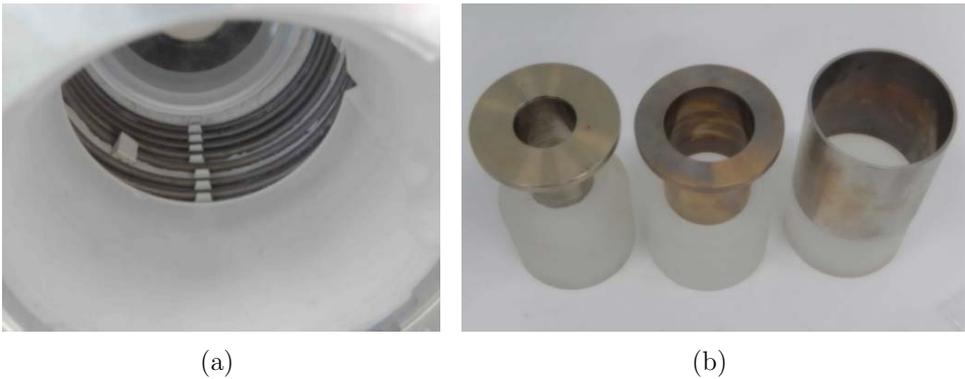


Figura A. 12 Horno resistivo. (a) Interior del horno resistivo, en que se observa la resistencia calentadora. (b) Cilindros de acero de diferentes diámetros.

El horno está diseñado para alcanzar temperaturas de hasta 1000 °C. Con el propósito de conseguir un control óptimo del proceso de fabricación de la fibra a elevadas velocidades de estirado, en la parte inferior del horno resistivo la torre dispone de un cilindro de vidrio equipado con un mecanismo de flujo de gas inerte controlado por temperatura, Figura A. 13.



Figura A. 13 Cilindro extensor del horno resistivo

Puesto que la zona-caliente de la unidad de calentamiento, aquella en la que se produce el estirado de la preforma, se genera en el interior del horno resistivo, resulta crítico realizar un análisis experimental y detallado del perfil de temperatura en su interior. Para ello, se ha obtenido el perfil de temperatura en el interior del horno vacío, a diferentes alturas, y en el eje central del horno, tanto con el horno IR apagado como encendido, para analizar la interacción entre los hornos.

#### Medidas de rendimiento del horno resistivo

En la Figura A. 14 se puede ver un esquema en el que se muestra la configuración empleada en las medidas. Puesto que el horno IR y el horno resistivo están alineados en serie, uno debajo del otro, se colocan 8 termopares alineados en el eje de los hornos, obteniendo la temperatura a diferentes alturas en el interior de los hornos ( $H_0$  a  $H_8$ ). Los termopares están suspendidos en un cable, dispuestos de forma equidistante, a lo largo del eje de los hornos. La distancia entre termopares contiguos, es de  $329/8=41$  mm aproximadamente.

Una vez situados los termopares en la posición inicial, mostrada en la Figura A. 14, se comienza a registrar de manera continua las temperaturas de cada uno de ellos. De forma simultánea, se desplaza el cable con los termopares en sentido descendente, de  $H_0$  a  $H_8$ , a una velocidad constante de 5 mm/min, hasta cubrir la distancia de 41 mm, de forma que cada termopar de la cadena ( $TP_i$ ) alcanza la posición inicial del termopar inmediatamente inferior ( $TP_{i+1}$ ).

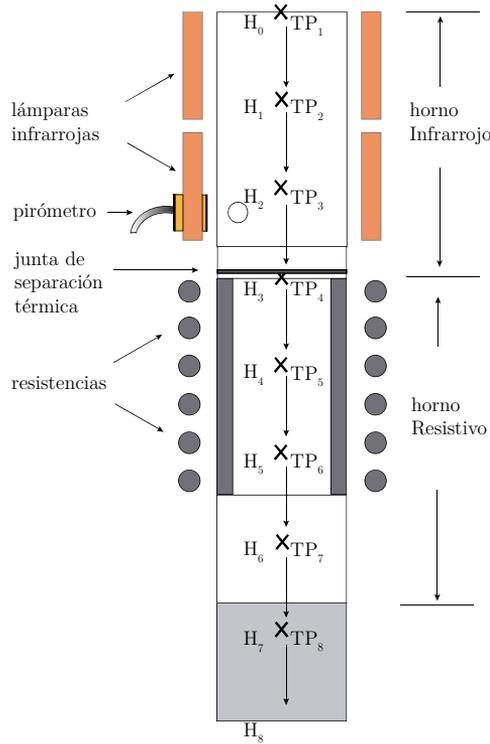


Figura A. 14 Representación de la configuración empleada para medir el perfil de temperatura en los hornos.

A continuación, en la Figura A. 15, se muestra el perfil de temperaturas obtenido para el caso en el que el horno resistivo se ha configurado a 290 °C, y el horno IR se ha mantenido apagado, con el objetivo de caracterizar el comportamiento del horno resistivo.

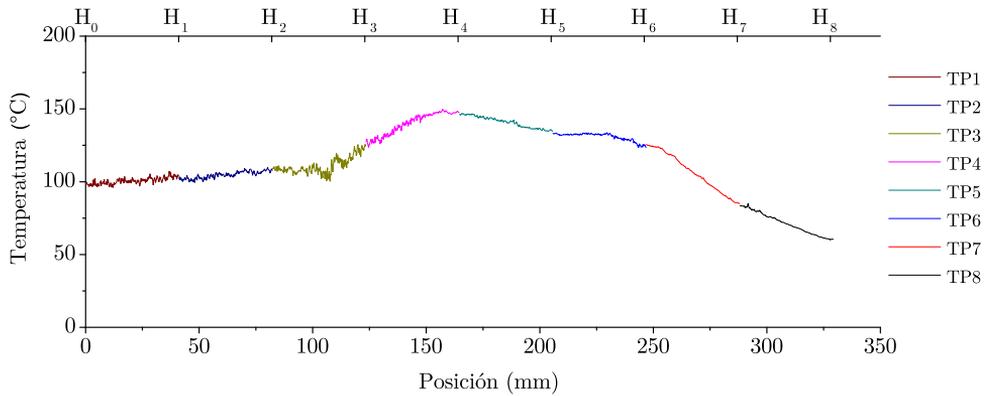


Figura A. 15 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas.

De los resultados obtenidos, es posible destacar que en el perfil de temperatura se distinguen tres zonas diferenciadas. En la primera, entre las posiciones  $H_0$  y  $H_3$ , correspondiente a la región del horno infrarrojo, la temperatura se mantiene prácticamente constante, próxima a los  $100\text{ }^\circ\text{C}$ . A partir de la posición  $H_3$ , y hasta  $H_6$ , se encuentra la zona de máxima temperatura. Esta aumenta de forma progresiva hasta alcanzar un valor máximo de  $150\text{ }^\circ\text{C}$  en las proximidades de  $H_4$ , correspondiente al extremo superior del horno resistivo. A continuación, desciende suavemente hasta llegar a la posición  $H_6$ , correspondiente al extremo inferior del cilindro de acero del horno resistivo. A partir de esa posición, se encuentra una tercera zona de calor, en la cual la temperatura desciende bruscamente hasta los  $50\text{ }^\circ\text{C}$  en el extremo inferior del horno resistivo.

Para explicar este comportamiento, es necesario considerar el flujo de aire entre ambos hornos, puesto que el horno IR y el resistivo están directamente comunicados, sin ningún tipo de aislante térmico entre ellos. Así, el calor generado en el horno resistivo no se conserva completamente en el interior del mismo y asciende a la zona superior, donde está situado el horno infrarrojo.

#### Caracterización de la interacción entre horno infrarrojo y resistivo

Con el objetivo de caracterizar el comportamiento de la unidad de calentamiento en su conjunto, considerando la interacción entre el horno IR y el horno resistivo, en este punto se analiza el perfil de temperaturas cuando ambos hornos están en funcionamiento.

## Unidad de calentamiento de la preforma

Para ello, empleando la misma configuración del apartado anterior (ver Figura A. 14), se registra el perfil de temperaturas en las diferentes posiciones de los hornos, de  $H_0$  a  $H_8$ , pero con ambos hornos encendidos. En este caso, las lámparas del horno IR se han encendido al 20 % de su potencia máxima, siendo éste el valor estimado como óptimo para el precalentamiento de la preforma de PMMA. En cuanto al horno resistivo, de nuevo se selecciona una temperatura de 290 °C.

A continuación, en la Figura A. 16 se muestran los resultados obtenidos.

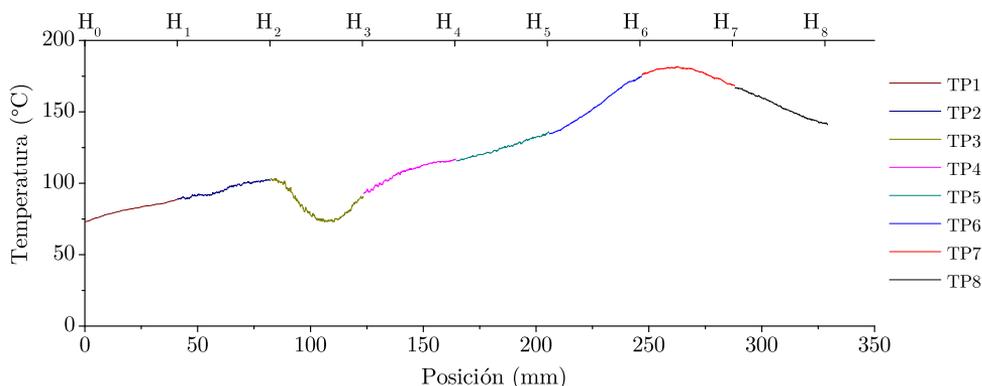


Figura A. 16 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con ambos hornos encendidos.

De nuevo, el perfil de temperatura de los hornos muestra tres zonas diferenciadas. Una primera zona que discurre entre  $H_0$  y  $H_3$ , correspondiente al horno infrarrojo, en la que la temperatura se mantiene relativamente constante, en torno a los 80 °C. Sin embargo, en esta zona se observa un extraño descenso de temperatura, entre las posiciones  $H_2$  y  $H_3$ . Analizando en detalle el horno infrarrojo, ésta pequeña zona se corresponde con la posición del orificio en el cilindro de vidrio (Figura A. 5), tal y como se ha explicado en el punto 0, que permite la entrada de aire frío al interior.

En la curva de perfil de temperaturas, se observa una segunda zona, entre las posiciones  $H_3$  y  $H_7$ . En esta región, correspondiente en su totalidad al horno resistivo, la temperatura aumenta de forma progresiva hasta alcanzar un valor máximo de 180 °C. Cabe destacar que el pico de temperatura se corresponde con una posición del horno resistivo no cubierta por la resistencia calentadora. Este comportamiento puede explicarse considerando el flujo de aire empleado en el horno IR con el objetivo de refrigerar las lámparas. Este flujo de aire bloquea el calor generado en el horno resistivo, inhibiendo su ascenso y provocando un aumento de temperatura en la zona inferior del horno resistivo.

Por último, se observa una tercera zona, a partir de la posición  $H_7$ , en la cual la temperatura desciende rápidamente debido a la proximidad del extremo de salida del horno resistivo.

La diferencia de comportamiento observada en la Figura A. 15 y la Figura A. 16 evidencia la interacción entre el horno IR y el horno resistivo, de forma que resulta interesante considerar la posibilidad de aislar ambos hornos, con el objetivo de que el horno resistivo ofrezca un comportamiento estable independientemente del estado del horno infrarrojo. Para ello, se modifica el esquema de medida de la Figura A. 14, insertando una junta de separación térmica en el extremo inferior del horno IR (próxima a  $H_3$ ), anulando el flujo de aire entre ambos hornos.

Para validar su funcionamiento, se ha medido la temperatura en el interior del horno resistivo con la junta de separación en su posición, y como se observa en la Figura A. 17, se ha conseguido estabilizar la temperatura, con variaciones por debajo de  $0,3\text{ }^\circ\text{C}$ .

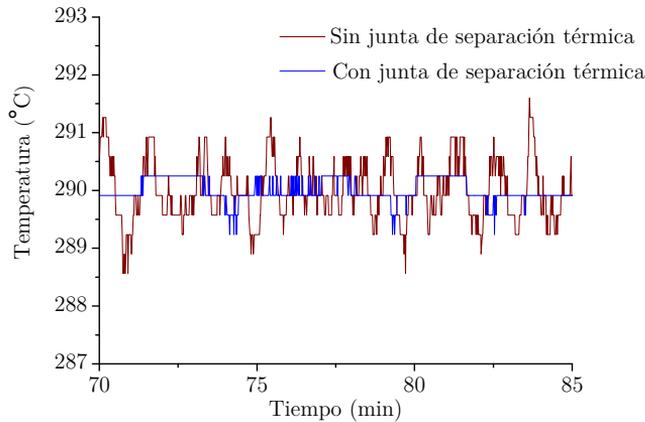


Figura A. 17 Temperatura en el interior del horno resistivo sin el uso de la junta de separación (línea roja) y con la junta de separación en su posición (línea azul).

Empleando esta configuración, con la junta de separación, se repiten las medidas de perfil de temperatura, de nuevo para el caso en el cual el horno IR está apagado, y para el caso en el cual funciona al 20% de su potencia máxima. En primer lugar, en la Figura A. 18 se muestran los resultados correspondientes al caso en el que el horno IR se mantiene apagado.

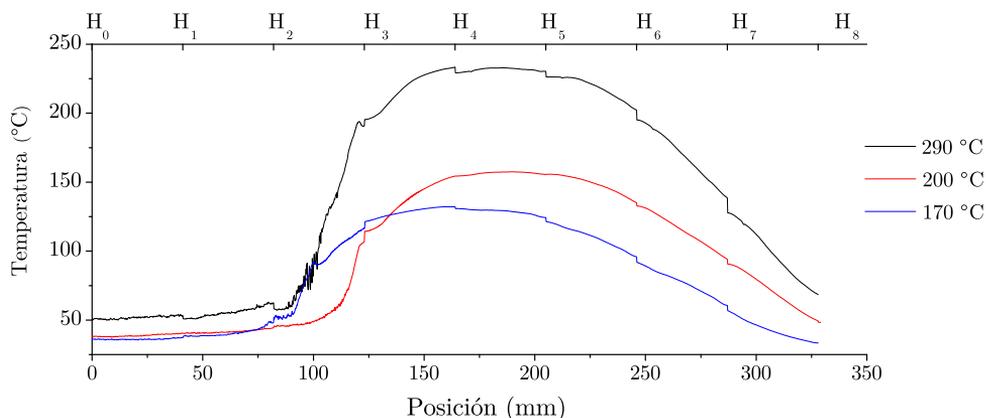


Figura A. 18 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con la junta de separación y con el horno IR apagado.

Los resultados evidencian que el empleo de la junta de separación modifica de manera significativa el perfil de temperaturas en los hornos. Si se comparan estos resultados con los correspondientes a la Figura A. 16, en el cual no se emplea la junta de separación, se observan diferencias remarcables. La primera, y quizás la más importante, es que el empleo de la junta de separación, y como consecuencia, la supresión del flujo de aire entre los hornos, aumenta la diferencia de temperaturas entre el horno IR y el horno resistivo, creando dos zonas prácticamente independientes.

Así, para el caso en el cual el horno resistivo se ha fijado a 290 °C, en la Figura A. 18 se observa una primera zona, desde la posición H<sub>0</sub> hasta la posición H<sub>2</sub>, correspondiente al horno infrarrojo, en la que la temperatura se mantiene en torno a los 50 °C, prácticamente constante. A continuación, se observa una abrupta elevación de temperatura en la zona que va de la posición H<sub>2</sub> a H<sub>3</sub>, próxima a la junta de separación. En la zona correspondiente al horno resistivo, entre H<sub>3</sub> y H<sub>6</sub>, se observa una región de máxima temperatura, con un perfil sostenido, y en la cual se alcanza una temperatura de 240 °C. Por otro lado, si se analizan los resultados cuantitativamente, se observa que el empleo de la junta de separación proporciona un aumento considerable de eficiencia. Para la configuración seleccionada, la temperatura máxima alcanzada en el interior del horno resistivo es de 240 °C, mientras que sin la junta de separación, la temperatura máxima alcanzada en el interior del horno resistivo era de 180 °C (ver Figura A. 15).

Asimismo, se han realizado medidas similares con diferentes temperaturas del horno resistivo (170 °C y 200 °C), y en todos los casos se ha observado el mismo comportamiento que el mostrado a 290 °C.

A continuación, en la Figura A. 19, se muestran los resultados obtenidos para el caso en el cual el horno IR está encendido al 20 % de su potencia máxima, el horno resistivo a tres temperaturas diferentes (170 °C, 200 °C y 290 °C), y con la junta de separación separando ambos hornos.

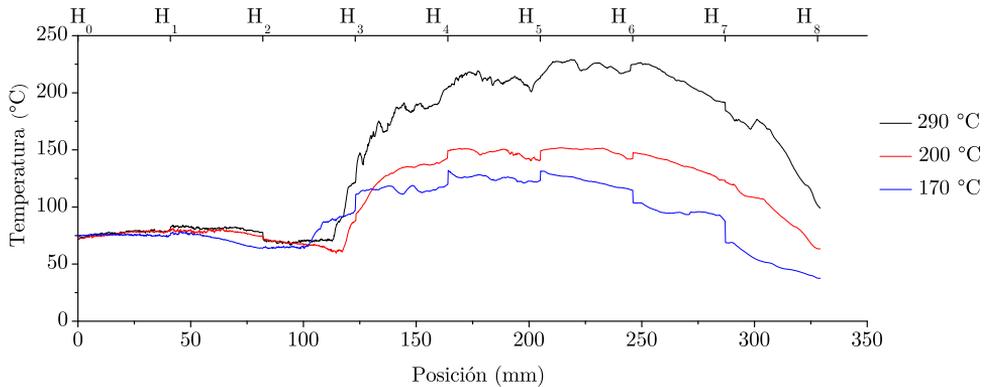


Figura A. 19 Perfil de temperatura de los hornos, en el que se muestran las temperaturas registradas a diferentes alturas, con la junta de separación y con el horno IR al 20 % de su potencia máxima.

De nuevo, se pueden observar dos zonas claramente diferenciadas, correspondientes al horno IR y al horno resistivo. Si se compara esta curva con la correspondiente a la Figura A. 18, en la cual el horno IR se mantenía apagado, se puede observar que en este caso, en las posiciones correspondientes al horno IR se registran temperaturas más elevadas, debido a que el horno IR está encendido. En cuanto a las posiciones correspondientes al horno resistivo, las diferencias son mínimas, volviendo a obtener una curva con perfil sostenido, evidenciando que la temperatura en el interior del horno resistivo varía muy levemente, gracias al empleo de la junta de separación.

Es preciso indicar que, en este caso, la curva muestra ligeras fluctuaciones proporcionando un aspecto de señal ruidosa. Por un lado, este comportamiento es atribuible al flujo de aire del horno IR, y por otro lado, los termopares suspendidos sobre un cable de acero, rozan la junta de separación, provocando así una fluctuación añadida en la temperatura registrada.

### A.3. Unidad de control del diámetro de la fibra

La unidad de control del diámetro de la fibra, modelo BetaLaser Mike Accuscan 5000, puede observarse en la Figura A. 20, y permite medir en tiempo real el diámetro de la fibra en dos ejes, XY, con un diámetro máximo de 12 mm.



Figura A. 20 Detalle de la unidad de control de diámetro de la fibra

### A.4. Unidad de estirado de la fibra

Esta unidad está formada por dos sistemas: el cabestrante de iniciación, y el cabestrante principal.

#### A.4.1. Cabestrante de iniciación

Es un sistema formado por 2 poleas de correa de goma, y proporciona dos funciones fundamentales:

- estrechar la preforma inicial, reduciéndola a un tamaño intermedio. Así, en el caso de partir de una preforma sólida, se obtendrán fibras muy gruesas, también conocidas como cañas intermedias, y en el caso de partir de tubos, se obtendrán capilares.
- iniciar el estirado de la fibra hasta que su diámetro sea lo suficientemente pequeño como para ser enhebrado en el cabestrante principal.

Este sistema de poleas, que se muestra en la Figura A. 21 (a), dispone de dos pulsadores que provocan el desplazamiento lateral y simultaneo de las dos poleas, en sentidos opuestos, de manera que las correas de goma aprisionan la fibra. La presión ejercida por el sistema de poleas es la que proporciona la fricción necesaria para estirar

la fibra. Esta presión es controlada por el regulador neumático situado en la parte derecha del dispositivo, donde la presión ejercida se monitoriza de forma analógica en una escala de 0 a 1 MPa, Figura A. 21 (b). En el caso de disponer de una preforma sólida, una presión grande ayuda al estirado de la misma, sin embargo, en el caso de que se disponga de tubos de poco espesor, la presión podría aplastar los capilares. Por otro lado, una presión demasiado baja entre las correas, podría no generar la mínima fricción necesaria para el estirado del capilar. Esto evidencia la necesidad de controlar de manera precisa la presión ejercida por las poleas, en función del espesor y diámetro de los capilares deseados.

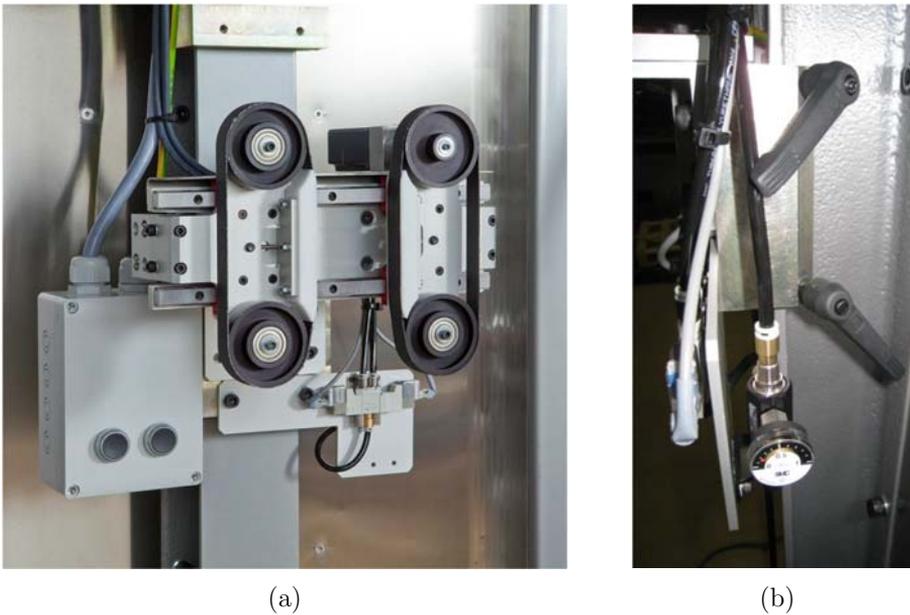


Figura A. 21 (a) Sistema de poleas de tracción. (b) Regulador neumático de presión.

La velocidad de estirado resultante se controla y se monitoriza desde la unidad de control de la torre. En el caso de fibras de polímero, a diferencia de las fibras de vidrio, el proceso de estirado se realiza a velocidades muy pequeñas. Por ello, el reductor planetario de relación 10:1 que proporcionaba la torre en su configuración inicial, ha sido sustituido por uno nuevo de tres etapas, con relación 200:1. De esta manera, se consigue una mayor resolución espacial y una mayor precisión en el control de la velocidad de estirado para velocidades de estirado extremadamente bajas. Este nuevo reductor permite alcanzar velocidades de estirado máximas de 7 m/min y mínimas de 0.5 mm/min.

El principal inconveniente de este cabestrante de iniciación es que proporciona la presión ejercida entre las poleas en el eje horizontal, pero no la presión que experimenta la fibra o caña en el eje vertical durante el estirado.

Una forma indirecta e imprecisa de saber que la presión de estirado sobre la fibra es elevada consiste en detectar que la correa resbala sobre la fibra o caña y no es capaz de estirla. Esto indicaría que la preforma no ha alcanzado la temperatura mínima necesaria para la velocidad de estirado que se desea obtener.

#### A.4.2. Cabestrante principal

Una vez que con el cabestrante de iniciación se ha conseguido estrechar la preforma inicial por debajo de 1,5 mm, el estirado a fibra pasa a ser controlado por el cabestrante principal, cuya imagen se muestra en la Figura A. 22.

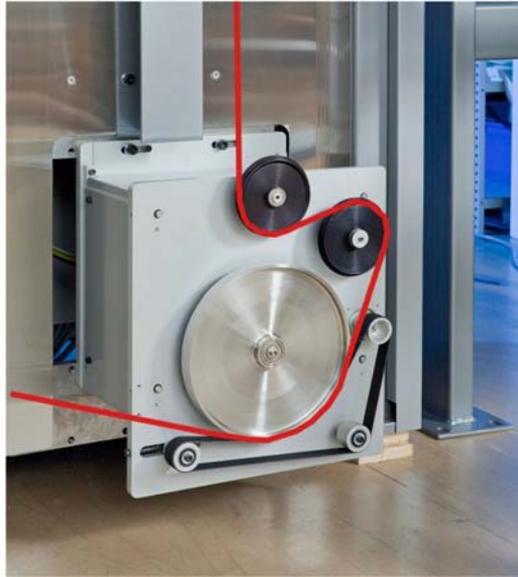


Figura A. 22 Cabestrante principal

Esta unidad está formada por dos poleas acanaladas de 100 mm de diámetro, una polea principal de 400 mm de diámetro, y tres pequeñas poleas auxiliares unidas por una correa de goma. La polea principal actúa como polea motriz y determina la velocidad de estirado. La segunda polea acanalada dispone de un sensor de fuerza radial, que indica en el panel de control la tensión de estirado de la fibra, en tiempo real.

El cabestrante principal proporciona un mecanismo de presión controlada sobre la fibra, tal y como se describe a continuación. En primer lugar, se debe seleccionar una velocidad de rotación de la polea principal que coincida con la velocidad de estirado del cabestrante de iniciación. Una velocidad inicial mayor provocaría la rotura de la fibra, mientras que una velocidad inicial menor provocaría una distensión de la fibra. A continuación, se enhebra la fibra en las dos poleas acanaladas y posteriormente se aprisiona entre la polea principal y la correa. En este punto, el cabestrante de iniciación debe dejar de aprisionar la fibra, dejando que sea únicamente el cabestrante principal quien actúe sobre la fibra.

### A.5. Unidad de recogida

Esta unidad, mostrada en la Figura A. 23, es la encargada de recoger la fibra estirada en la torre, y enrollarla en una bobina. Permite emplear bobinas de diferente diámetro, y dispone de un mecanismo sensado que adapta la velocidad de recogida de la fibra a la velocidad de expulsión de fibra en la torre. Además, está equipada con un sistema de control y monitorización automática del proceso de recogida.



Figura A. 23 Sistema de recogida de la fibra.



# Bibliografía

- [1] J. I. Vukusic, *Optical Fiber Communications: Principles and Practice*, 3rd ed. Pearson Education, 2009.
- [2] K. Kao and G. Hockham, «Dielectric-fibre surface waveguides for optical frequencies,» *Proc. Inst. Electr. Eng.*, vol. 113, n<sup>o</sup> 7, p. 1151–1158, 1966.
- [3] Y. Koike, and K. Koike, «Progress in Low-Loss and High Bandwidth Plastic Optical Fibers,» *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys*, vol. 49, n<sup>o</sup> 1, pp. 2-17, 2010.
- [4] O. Ziemann, J. Krauser, P.E. Zamzow, and W. Daum, *POF Handbook*, Berlin: Springer, 2008.
- [5] M.C.J. Large, L. Poladian, G. Barton, and M. A. Eijkelenborg, *Microstructured Polymer Optical Fibres*, Springer, 2008.
- [6] Dupont, «Low attenuation all-plastic optical fibre». Patente GB Patent 2006790, also published as NL Patent 7810326 and JP Patent 61005206, May 1979.
- [7] J. Zubia and J. Arrue, «Plastic optical fibers: An introduction to their technological processes and applications,» *Opt. Fiber Technol.*, vol. 7, pp. 101-140, 2001.
- [8] Y. Koike, T. Ishigure, and E. Nihei, «High-bandwidth graded-index polymer optical fiber,» *J. Light. Tech.*, vol. 13, n<sup>o</sup> 7, p. 1475–1489, 1995.
- [9] G. Emiliyanov, J. B. Jensen, O. Bang, P.E. Hoiby, L.H. Pedersen, E.M. Kjaer, and L. Lindvold, «Localized biosensing with Topas microstructured polymer optical fiber,» *Opt Lett*, vol. 32, n<sup>o</sup> 5, pp. 460-462, 2007.
- [10] O. Rodriguez, F. Fornasiero, A. Arce, C. J. Radke, and J. M. Prausnitz,, «Solubilities and diffusivities of water vapor in poly(methylmethacrylate), poly(2-hydroxyethylmethacrylate), poly(N-vinyl-2-pyrrolidone) and poly(acrylonitrile),» *Polymer*, vol. 44, n<sup>o</sup> 20, p. 6323–6333, 2003.

## Bibliografia

---

- [11] Z. Xiong, G. D. Peng, B. Wu, and P. L. Chu, «Highly tunable Bragg gratings in single-mode polymer optical fibers,» *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 11, n° 3, p. 352–354, 1999.
- [12] M. G. Kuzyk, U. C. Paek, and C. W. Dirk, «Guest-host polymer fibers for nonlinear optics,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 59, n° 8, p. 902–904, 1991.
- [13] S. Kiesel, K. Peters, T. Hassan, and M. Kowalsky, «Behaviour of intrinsic polymer optical fibre sensor for large-strain applications,» *Meas. Sci. Technol.*, vol. 18, n° 10, p. 3144–3154, 2007.
- [14] H. Y. Liu, H. B. Liu, G. D. Peng, and P. L. Chu, «Polymer optical fibre Bragg gratings based fibre laser,» *Opt. Commun.*, vol. 266, p. 132–135, 2006.
- [15] M. van Eijkelenborg, M. Large, A. Argyros, J. Zagari, S. Manos, N. Issa, I. Bassett, S. Fleming, R. McPhedran, C. M. Sterke, and N. A. Nicorovici, «Microstructured polymer optical fibre,» *Opt. Express*, vol. 9, n° 7, pp. 319–327, 2001.
- [16] J.C. Knight, T.A. Birks, P.S. Russell, and D.M. Atkin, «All-silica single-mode optical fiber with photonic crystal cladding,» *Opt Lett*, vol. 21, n° 19, pp. 1547–1549, 1996.
- [17] J.B. MacChesney ; P.B. O'Connor ; H.M. Presby, «A new technique for the preparation of low-loss and graded-index optical fibers,» *Proc. IEEE*, vol. 62, n° 9, 1974 .
- [18] G. D. Peng, P.L. Chu, X. Lou, and R.A. Chaplin, «Fabrication and characterisation of polymer optical fibres,» *Aust. J. Electr. Electron. Eng.*, vol. 15, n° 3, pp. 289–296, 1995 .
- [19] N.A. Mortensen, J.R. Folkenberg, M.D. Nielsen, and K.P. Hansen, «Modal cutoff and the V parameter in photonic crystal fibers,» *Opt. Lett.*, vol. 28, n° 20, 2003.
- [20] J. M. Dudley, G. Genty, and S. Coen, «Supercontinuum generation in photonic crystal fibre,» *Rev. Mod. Phys.*, vol. 78, n° 4, 2006.
- [21] A. Ortigosa-Blanch, J. C. Knight, W. J. Wadsworth, J. Arriaga, B. J. Mangan, T. a Birks, and P. S. J. Russel, «Highly birefringent photonic crystal fibers,» *Opt. Lett.*, vol. 25, n° 18, p. 1325–1327, 2000.

- 
- [22] N. A. Mortensen, «Semianalytical approach to short-wavelength dispersion and modal properties of photonic crystal fibers,» *Opt. Lett.*, vol. 30, n<sup>o</sup> 12, p. 1455–1457, 2005.
- [23] C.A. Bunge, M. Beckers, and T. Gries, *Polymer Optical Fibres: Fibre Types, Materials, Fabrication, Characterisation and Applications*, Elsevier, 2016.
- [24] M.C.J. Large, S. Ponrathnam, A. Argyros, N.S. Pujari, and F. Cox, «Solution doping of microstructured polymer optical fibres,» *Opt Express*, vol. 12, n<sup>o</sup> 9, pp. 1966–1971, 2004.
- [25] K. Kuriki, T. Kobayashi, N. Imai, T. Tamura, Y. Koike, and Y. Okamoto, «Organic dye-doped polymer optical fiber lasers,» *Polym. Adv. Technol.*, vol. 11, n<sup>o</sup> 8, p. 612–616, 2000.
- [26] J. Arrue, F. Jiménez, I. Ayesta, M. A. Illarramendi, and J. Zubia, «Polymer-Optical-Fiber Lasers and Amplifiers Doped with Organic Dyes,» *Polymers*, vol. 3, n<sup>o</sup> 4, p. 1162–1180, 2011.
- [27] N. Tanio and Y. Koike, «What is the most transparent polymer?,» *Polym. J.*, vol. 32, n<sup>o</sup> 1, p. 43–50, 2000.
- [28] J. Mark, *Polymer data Handbook*, New York: Oxford University Press, 1999.
- [29] «ipolymer,» [En línea]. Available: <https://www.ipolymer.com/pdf/Acrylic.pdf>.
- [30] W. Groh, «Overtone absorption in macromolecules for polymer optical fibers,» *Macromol. Chem. Phys.*, vol. 189, n<sup>o</sup> 12, p. 2861–2874, 1988.
- [31] A. Tanaka, H. Sawada, T. Takoshima and N. Wakatsuki, «New plastic optical fiber using polycarbonate core and fluorescence-doped fiber for high temperature use,» *Fiber Integr. Opt.*, vol. 7, pp. 139–158, 1988.
- [32] A. Fasano, G. Woyessa, P. Stajanca, C. Markos, A. Stefani, K. Nielsen, H. K. Rasmussen, K. Krebber, and O. Bang, «Fabrication and characterization of polycarbonate microstructured polymer optical fibers for high-temperature-resistant fiber Bragg grating strain sensors,» *Opt. Mater. Express*, vol. 6, pp. 649–659, 2016.
- [33] T. Kaino, K. Jinguji, and S. Nara, «Low loss poly(methylmethacrylate-d8) core optical fibers,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 42, n<sup>o</sup> 7, pp. 567–569, 1983.

- [34] Y. Koike and M. Asai, «The future of plastic optical fiber,» *NPG Asia Mater*, vol. 1, n° 1, pp. 22-28, 2009.
- [35] K. Yamamoto and G. Ogawa, «Structure determination of the amorphous perfluorinated homopolymer: Poly[perfluoro(4-vinyl-1-butene)],» *J. Fluor. Chem.*, vol. 1269, p. 1403–1408, 2005.
- [36] Y. Koike and T. Ishigure, «High-bandwidth plastic optical fiber for fiber to the display,» *J. Light. Technol.*, vol. 24, n° 12, p. 4541–4553, 2006.
- [37] P.S. Nunes, P.D. Ohlsson, O. Ordeig and, J.P. Kutter, «Cyclic olefin polymers: Emerging materials for lab-on-a-chip applications,» *Microfluid. Nanofluid.*, vol. 9, p. 145–161, 2010.
- [38] M.A. van Eijkelenborg, A. Argyros, G. Barton, I.M. Bassett, M. Fellow, G. Henry, N.A. Issa, M.C.J. Large, S. Manos, W. Padden, L. Poladian, and J. Zagari, «Recent progress in microstructured polymer optical fibre fabrication and characterisation. Optical Fabrication and characterisation,» *Opt. Fiber Technol.*, vol. 9, n° 4, p. 199–209, 2003.
- [39] A. Argyros, M.A. van Eijkelenborg, M.C.J. Large, and I.M. Bassett, «Hollow-core microstructured polymer optical fiber,» *Opt Lett*, vol. 32, n° 2, pp. 172-174, 2006.
- [40] A. Argyros, R. Lwin, S.G. Leon-Saval, J. Poulin, L. Poladian, and M.C.J. Large, «Low Loss and Temperature Stable Microstructured Polymer Optical Fibers,» *J. Light. Technol.*, vol. 30, n° 1, 2012.
- [41] M.K. Szczurowski, O. Frazao, J.M. Baptista, K. Nielsen, O. Bang, and W. Urbanczyk, «Sensing characteristics of birefringent microstructured polymer optical fiber,» de *Proceedings of SPIE, volume 7753, pages 77533Z-4*, SF, CA, 2011.
- [42] M.C.J. Large, A. Argyros, F. Cox, M.A. van Eijkelenborg, S. Ponrathnam, N.S. Pujari, I.M. Bassett, R. Lwin, and G.W. Barton, « Microstructured polymer optical fibres: new opportunities and challenges,» *Mol. Cryst. Liq. Cryst. Sci. Technol., Sect. A*, vol. 446, p. 219–231, 2006.
- [43] Lwin, R, Barton, G, Keawfanapadol, T, Large, M, Poladian, L, Tanner, R, van Eijkelenborg, M A, and Xue, S, «Suspended core microstructured polymer optical fibre: Connecting to reality,» de *Proceedings of the Australian Conference on Optical Fibre Tech*, Sydney, 2005.

- 
- [44] A. Argyros and J. Pla, «Hollow-core polymer fibres with a kagome lattice: potential for transmission in the infrared,» *Opt Express*, vol. 15, n<sup>o</sup> 12, pp. 7713-7719, 2007.
- [45] K. Nielsen, A.J.L. Rasmussen, H.K. adn Adam, P.C.M. Planken, O. Bang, and P.U. Jepsen, «Bendable, low-loss Topas fibers for the terahertz frequency range,» *Opt. Express*, vol. 17, p. 8592-8601, 2009.
- [46] A. Argyros, «Microstructures in Polymer Fibres for Optical Fibres, THz Wavguides, and Fibre-Based Metamaterials,» *ISRN Optics*, vol. 2013, pp. 785162-785181, 2013.
- [47] G. Barton, M.A. Eijkelenborg, G. Henry, M.C.J. Large, and J. Zagari, «Fabrication of microstructured polymer optical fibres,» *Opt Fiber Technol*, vol. 10, n<sup>o</sup> 4, pp. 325-335, 2004.
- [48] A. Argyros, S.G. Leon-Saval, J. Pla, and A. Docherty, «Antiresonant reflection and inhibited coupling in hollow-core square lattice optical fibres,» *Opt Express*, vol. 16, n<sup>o</sup> 8, pp. 5642-5648, 2008.
- [49] A. Argyros, S.G. Leon-Saval, and M.A. van Eijkelenborg, «Twin-hollow-core optical fibres,» *Opt Commun*, vol. 282, n<sup>o</sup> 9, pp. 1785-1788, 2009.
- [50] H. Ebendorff-Heidepriem, T.M. Monro, M.A. van Eojkelenborg, and M.C.J. Large, «Extruded high-NA microstructured polymer optical fibre,» *Opt Commun*, vol. 273, n<sup>o</sup> 1, pp. 133-137, 2007.
- [51] L. Kang, L. Wang, X. Yang, and J. Wang., «Mass-Fabrication of Air-Core Microstructured Polymer Optical Fiber,» de *Proceedings of Conference on Lasers and Electro-Optics/Quantum Electronics and Laser Science Conference and Photonic Applications Systems Technologies*, San Jose, CA, 2008.
- [52] Y. Zhang, K. Li, L. Ren, W. Zhao, R. Miao, C.J. M. Large, and M.A. van Eijkelenborg , «Casting preforms for microstructured polymer optical fibre fabrication,» *Opt Express*, vol. 14, n<sup>o</sup> 12, pp. 5541-5547, 2006.
- [53] K. Cook, J. Canning, S. Leon-Saval, Z. Reid, M. A. Hossain, J. E. Comatti, et al., «Air-structured optical fiber drawn from a 3D-printed preform,» *Opt. Lett.*, vol. 40, pp. 3966-3969, 2015..
- [54] W. Talataisong, R. Ismaeel, S. Sandoghchi, T. Rutirawut, G. Topley, M. Beresna, and G. Brambilla,, «Novel method for manufacturing optical fiber:

- extrusion and drawing of microstructured polymer optical fibers from a 3D printer,» *Opt. Express*, vol. 26, pp. 32007-32, 2018.
- [55] H. Dobb, D.J. Webb, K. Kalli, A. Argyros, M.C.J. Large, and M.A. van Eijkelenborg, «Continuous wave ultraviolet light-induced fiber Bragg gratings in few- and single-modemicrostructured polymer optical fibers,» *Opt Lett*, vol. 30, n° 24, pp. 3296-3298, 2005.
- [56] M.P. Hiscocks, M.A. van Eijkelenborg, A. Argyros, and M.C.J. Large, «Stable imprinting of long-period gratings in microstructured polymer optical fibre,» *Opt Express*, vol. 14, n° 11, pp. 4644-4649, 2006.
- [57] C. Markos, A. Stefani, K. Nielsen, H. K. Rasmussen, W. Yuan, and O. Bang, «High-Tg TOPAS microstructured polymer optical fiber for fiber Bragg grating strain sensing at 110 degrees,» *Opt. Express*, vol. 21, pp. 4758-4765, 2013.
- [58] W. Yuan, L. Khan, D. J. Webb, K. Kalli, H. K. Rasmussen, A. Stefani, and O. Bang, «Humidity insensitive TOPAS polymer fiber Bragg grating sensor,» *Opt. Express*, vol. 19, pp. 19731-19739, 2011.
- [59] M.P. Hiscocks, M.A. van Eijkelenborg, A. Argyros and, M.C.J. Large., «Stable imprinting of long-period gratings in microstructured polymer optical fibre,» *Opt Express*, vol. 14, pp. 4644-4649, 2006.
- [60] M.C.J. Large, J. Moran and, L- Ye, «The role of viscoelastic properties in strain testing using microstructured polymer optical fibres (mPOF,» *Meas. Sci. Technol.*, vol. 20, pp. 1-7, 2009.
- [61] M.C.J. Large, D. Blacket and, C.A. Bunge, «Microstructured polymer optical fibers compared to conventional POF: novel properties and applications,» *IEEE Sens. J.*, vol. 10, pp. 1213-1217, 2010.
- [62] G. Durana, J. Gomez, G. Aldabaldetrek, J. Zubia, I. Montero and, I. Saez de Ocariz, «Assessment of an LPG mPOF for strain sensing,» *IEEE Sens. J.*, vol. 12, pp. 2668-2673, 2012.
- [63] L. Peng, X. Yang, L. Yuan, L. Wang, E. Zhao, F. Tian and, Y. Liu, «Gaseous ammonia fluorescence probe based on cellulose acetate modified microstructured optical fiber,» *Opt. Commun.*, vol. 284, pp. 4810-481, 2011.

- 
- [64] X. Yang, L. Peng, L. Yuan, P. Teng, F. Tian, L. Li and, S. Luo, «Oxygen gas optrode based on microstructured polymer optical fiber segment,» *Opt. Commun.*, vol. 284, pp. 3462-3466, 2011.
- [65] F.M. Cox, A. Argyros, M.C.J. Large, and S. Kalluri, «Surface enhanced raman scattering in a hollow core microstructured optical fiber,» *Opt. Express*, vol. 15, n° 21, pp. 13675-13681, 2007.
- [66] E. Yablonivitch, and T.J. Gmitter, «Photonic Band Structure: The Face-Centered-Cubic Case Employing Nonspherical Atoms,» *Phys Rev Lett*, vol. 67, n° 17, pp. 2295-2299, 1991.
- [67] X. Feng, A.K. Mairaj, D.W. Hewak, and T.M. Monro, «Nonsilica Glasses for Holey Fibers,» *J. Lightwave Technol.*, vol. 23, n° 6, pp. 2046-2054, 2005.
- [68] M. G. Kuzyk, *Polymer Fiber Optics: Materials, Physics, and Applications*, Boca Raton: Taylor and Francis, 2007.
- [69] T. Yamashita and K. Kamada, «Intrinsic transmission loss of polycarbonate core optical fiber,» *Jpn. J. Appl. Phys., Part 1*, vol. 32, pp. 2681-2686, 1993.
- [70] Evonik, «<https://www.plexiglas-shop.com/pdfs/es/211-12-PLXIGLAS-Tubos-Barras-es.pdf> [accedido febrero 2017]».
- [71] M. Kirschner, S. Michel, S. Berger, D. Biermann, J. Debus, D. Braukmann, and M. Bayer, «In situ chip formation analyses in micro single-lip and twist deep hole drilling,» *Int. J. Adv. Manuf. Technol. International*, vol. 95, p. 2315–2324, 2018.
- [72] D. Biermann, F. Bleicher, U. Heisel, F. Klocke, H.-C. Möhring, A. Shih, «Deep hole drilling,» *CIRP Ann.*, vol. 67, n° 2, pp. 673-694, 2018.
- [73] D. Biermann, M. Heilmann, and M. Kirschner, «Analysis of the Influence of Tool Geometry on Surface Integrity in Single-lip Deep Hole Drilling with Small Diameters,» *Procedia Eng.*, vol. 19, pp. 16-21, 2011.
- [74] T.A. Birks, J.C. Knight, and P.S. Russell, «Endlessly single-mode photonic crystal fiber,» *Opt Lett*, vol. 22, n° 13, pp. 961-963, 1997.
- [75] J. C. Knight, T. A. Birks, and P. S. J. Russell, *Optics of Nanostructured Materials*, New York: Wiley, 2001.
- [76] E. Arrospide, G. Durana, M. Azkune, G. Aldabaldetrekú, I. Bikandi, L. Ruiz-Rubio, and J. Zubia, «Polymers beyond standard optical fibres - fabricatioion

- of microstructured polymer optical fibres,» *Polym Int*, vol. 67, pp. 1155-1163, 2018.
- [77] M. Azkune, L. Ruiz-Rubio, G. Aldabaldetrekú, E. Arrospide, L. Pérez-Álvarez, I. Bikandi, J. Zubia, J.L. Vilas-Vilela, «U-Shaped and Surface Functionalized Polymer Optical Fiber Probe for Glucose Detection,» *Sensors*, vol. 18, n<sup>o</sup> 34, pp. 1-11, 2018.
- [78] N. Fortin, and H.A. Klok, «Glucose Monitoring Using a Polymer Brush Modified Polypropylene Hollow Fiber-Based Hydraulic Flow Sensor,» *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 7, p. 4631–4640, 2015 .
- [79] T. Frosch, D. Yan, and J. Popp, «Ultrasensitive Fiber Enhanced UV Resonance Raman Sensing of Drugs,» *Anal. Chem.*, vol. 85, n<sup>o</sup> 13, pp. 6264-6271, 2013.
- [80] Y. Huang, Y. Xu, and A. Yariv, «Fabrication of functional microstructured optical fibers through a selective-filling technique,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 85, n<sup>o</sup> 22, p. 5182–5184, 2004.
- [81] G. Aldabaldetrekú, I. Bikandi, M.A. Illarramendi, G. Durana, and J. Zubia, «A comprehensive analysis of scattering in polymer optical fibers,» *Opt. Express*, vol. 18, n<sup>o</sup> 24, pp. 24536-24555, 2010.
- [82] I. Parola, M.A. Illarramendi, J. Arrue, I. Ayesta, F. Jiménez, J. Zubia, A. Tagaya, and Y. Koike, «Characterization of the optical gain in doped polymer optical fibres,» *J. Lumin.*, vol. 177, pp. 1-8, 2017.
- [83] I. Ayesta, M. A. Illarramendi, J. Arrue, I. Parola, F. Jiménez, J. Zubia, A. Tagaya, and Y. Koike, «Optical Characterization of Doped Thermoplastic and Thermosetting Polymer-Optical-Fibers,» *Polymers*, vol. 9, n<sup>o</sup> 3, pp. 1-13, 2017.
- [84] L. Cerdán, A. Costela, G. Durán-Sampedro, I. García-Moreno, M. Calle, M. Juan-y-Seva, J. de Abajo, and G. A. Turnbull, «New perylene-doped polymeric thin films for efficient and long-lasting lasers,» *J. Mater. Chem.*, vol. 22, 2012.
- [85] I. Ayesta, M. Azkune, E. Arrospide, J. Arrue, M.A. Illarramendi, G. Durana, and J. Zubia, «Fabrication of Active Polymer Optical Fibers by Solution Doping and Their Characterization,» *Polymers*, vol. 11, n<sup>o</sup> 52, 2018.
- [86] I. Parola, E. Arrospide, F. Recart, M.A. Illarramendi, G. Durana, N. Guarrotxena, O. García, and J. Zubia, «Fabrication and characterization of

- 
- polymer optical fibers doped with perylene-derivatives for fluorescent lighting applications,» *Fibers* , vol. 5, n<sup>o</sup> 28, 2017.
- [87] C.B. Lin, K.S. Liu, and S. Lee, «Methanol-induced opacity in poly(methyl methacrylate),» *J. Polym. Sci. Pt. B-Polym. Phys.*, vol. 29, p. 1457–1466, 1991.
- [88] J. Arrue, F. Jiménez, M.A. Illarramendi, J. Zubia, I. Ayesta, I. Bikandi, and A. Berganza, «Computational analysis of the power spectral shifts and widths along dye-doped polymer optical fibers,» *IEEE Photonics J.*, vol. 2, p. 521–531, 2010.
- [89] Z.-C. Li, H. Liang, Z.-Q. Zheng, Q.-J. Zhang, and H. Ming, «Amplified spontaneous emission of rhodamine B-doped step-index polymer optical fibre,» *Chin. Phys. Lett.*, vol. 22, p. 618–620, 2005.
- [90] A. Kurian, M.A. George, B. Paul, V.P.N. Nampoori, and C.P.G. Vallabhan, «Studies on fluorescence efficiency and photodegradation of rhodamine 6g doped pmma using a dual beam thermal lens technique,» *Laser Chem.*, vol. 20, p. 99–110, 2002.
- [91] K. Saitoh, Y. Tsuchida, M. Koshiba, and N. A. Mortensen, «Endlessly single-mode holey fibers: the influence of core design,» *Opt. Express*, vol. 13, n<sup>o</sup> 26, pp. 10833-10839, 2005.
- [92] R. Ulrich S. C. Rashleigh W. Eickhoff , «Bending-induced birefringence in single-mode fibers,» *Opt. Lett.* , vol. 5, pp. 273-275, 1980..
- [93] S. Rashleigh, «Origins and control of polarization effects in single-mode fibers,» *J. Lightwave Technol.* , vol. 1, n<sup>o</sup> 2, pp. 312-331, 1983.
- [94] G. Durana, O. Arrizabalaga, E. Arrospide, G. Aldabaldetrekua, J. Zubia, and M. Azkune, «Study of the Influence of Various Stress-Based Mechanisms on Polarization of an SM mPOF for the Development of Useful Devices,» *J. Lightwave Technol.*, vol. 35, pp. 3035-3041, 2017.
- [95] H. M. Reeve, A. M. Mescher, and A. F. Emery, «Experimental and numerical investigation of polymer preform heating,» *J. Mater. Process. Manuf. Sci.*, vol. 9, n<sup>o</sup> 4, pp. 285-301, 2001.
- [96] H.M. Reeve, A.M. Mescher, and A.F. Emery , «Investigation of Steady-State Drawing Force and Heat Transfer in Polymer Optical Fiber Manufacturing,» *J. Heat Transfer.*, vol. 126, n<sup>o</sup> 2, pp. 236-243, 2004.

- 
- [97] K. Lyytikäinen, J. Zagari, G. Barton, and J. Canning, «Heat transfer within a microstructured polymer optical fibre preform,» *Modell. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 12, n° 3, pp. 255-265, 2004.
- [98] S. C. Xue, R. Lwin, G. W. Barton, L. Poladian, and M. C. J. Large, «Transient Heating of PMMA Preforms for Microstructured Optical Fibers,» *J. Lightwave Technol.*, vol. 25, n° 5, pp. 1177-1183, 2007.