



UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA

Facultad de Ingeniería - Departamento de Física

Desarrollo de sensores de fibra óptica: aplicación de un interferómetro *Fizeau* al estudio de polímeros

Ing. Gustavo F. Arenas

*Tesis para optar por el Título de
Doctor en Ingeniería Mención Electrónica*

Director
Dr. Ricardo Duchowicz

Codirector
Dr. Daniel R. Avalos

Mar del Plata

Argentina

2009



RINFI es desarrollado por la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución- NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).



UNIVERSIDAD NACIONAL DE MAR DEL PLATA

Facultad de Ingeniería - Departamento de Física

Desarrollo de sensores de fibra óptica: aplicación de un interferómetro *Fizeau* al estudio de polímeros

Ing. Gustavo F. Arenas

*Tesis para optar por el Título de
Doctor en Ingeniería Mención Electrónica*

Director
Dr. Ricardo Duchowicz

Codirector
Dr. Daniel R. Avalos

Mar del Plata

Argentina

2009

Indice

Indice	i
Abstract	iv
Agradecimientos	v
CAPITULO 1: Introducción	1
1.1. Los sensores con fibra óptica, una tecnología en avance	1
1.2. Organización de la Tesis	3
1.3. Referencias	4
CAPITULO 2: Introducción a los sensores de fibra óptica	5
2.1. Esquema básico	5
2.2. Parámetros principales	7
2.3. Sensores de intensidad	7
2.4. Sensores actuando en el dominio espectral	12
2.5. Sensores interferométricos de fibra óptica	14
2.5.1. Sensores interferométricos <i>Mach-Zehnder</i> y <i>Michelson</i>	15
2.5.2. Sensores interferométricos basados en el efecto <i>Sagnac</i>	20
2.6. Sensores polarimétricos	22
2.7. Sensores basados en redes de <i>Bragg</i> grabadas en fibra óptica	25
2.8. Comentarios del Capítulo	30
2.9. Referencias	30
CAPITULO 3: Sensores Interferométricos: <i>Fabry-Pèrot</i> y <i>Fizeau</i>	33
3.1. Modelo Teórico	34
3.2. Interferómetro de <i>Fizeau</i> : calibración de un sistema de desplazamiento micrométrico	37
3.2.1. Descripción del sistema	39
3.2.2. Resultados experimentales	40
3.2.3. Conclusiones	44

3.3. Desarrollo de un sensor Interferométrico <i>Fabry-Pèrot</i> de baja reflectividad pasivo	44
3.3.1. Descripción del sistema experimental	47
3.3.2. Resultados	48
3.4. Desarrollo de un sensor activo	48
3.4.1. Características y propiedades del sistema	48
3.4.2. Procedimiento de trabajo	50
3.4.3. Conclusiones	52
3.5. Comentarios del Capítulo	53
3.6. Referencias	54

CAPITULO 4: Aplicación del Interferómetro *Fizeau* al análisis de procesos de contracción en polímeros **56**

4.1. Contracción polimérica - Mecanismo de fotopolimerización en cadena	57
4.2. Técnicas utilizadas en la medición de contracción de materiales fotopolimerizables	59
4.3. Metodología propuesta	60
4.3.1. Esquema experimental	61
4.3.2. Metodología de cálculo, procesamiento de las señales	63
4.4. Resultados de las medidas de contracción	66
4.4.1. Análisis de resinas comerciales P60 y Z250	67
4.4.2. Análisis de nuevas resinas	71
4.5. Determinación de propiedades térmicas	76
4.5.1. Metodología	76
4.5.2. Estudio de los procesos térmicos durante la irradiación de los polímeros	77
4.5.3. Medición de coeficiente de expansión térmico	79
4.6. Determinación de la velocidad de consumo de CQ	83
4.7. Comentarios del Capítulo	87
4.8. Referencias	87

CAPITULO 5: Otras aplicaciones del Interferómetro *Fizeau* en medidas de polímeros - Estudio de vibraciones **90**

5.1. Metodología empleada en análisis de vibraciones	90
5.1.1. Propiedades de una viga cantilever	91
5.1.2. Esquema experimental	91
5.2. Procedimiento de medición	92
5.2.1. El problema del sentido en los casos de medición de vibraciones	93
5.2.2. Método de cálculo - Medición de pequeñas vibraciones	94
5.2.3. Generación de barrido en frecuencia	97
5.3. Resultados experimentales	98
5.3.1. Resonancia estática	98
5.3.2. Resonancia dinámica	100
5.3.3. Efecto de contracción volumétrica	101
5.4. Comentarios del Capítulo	105
5.5. Referencias	105

CAPITULO 6: Conclusiones	107
APÉNDICE 1: Componentes de Sistema - Generalidades	110
APÉNDICE 2: Descripción de los sistemas asociados al sensor de <i>Fizeau</i>	112
APÉNDICE 3: Resumen de moléculas empleadas	118
APÉNDICE 4: Interferómetro de <i>Fizeau</i> con doble longitud de onda	121
Publicaciones obtenidas durante la tesis	124
Presentaciones en Congresos y Reuniones Científicas durante la Tesis	123

Abstract

In the last decades, the fiber optic sensor has been developed from the experimental stage to practical applications. With the rapid advent of optical networks, the cost of fiber optic sensors has substantially dropped because of the commercially viable key components in fiber optic communications such as light sources and photo-detectors.

Being a physic media, fiber optic itself is affected continuously by perturbations of different kinds, suffering geometrical (size, profile) and optical changes (refraction index, modes), that depend on the nature of the parameter to be measured. In communication applications, it is precisely to minimize these effects, but in the case of sensors that response is deliberately enhanced so that the resulting change in the optical radiation can be taken as a measure of the external agent.

Under certain design, the fiber itself acts as the light modulator, converting temperatures, stress, strain, rotation or even electric current to its corresponding change in optic radiation. In other cases, extrinsic optical transducers can be also coupled to the fiber system. Fiber optic sensors have inherent advantages which include their ability to be lightweight, of very small size, passive, low-power, resistant to electromagnetic interference, their high sensitivity, their bandwidth, and their environmental ruggedness.

The main objective of this thesis is the study of specific fiber optic sensor and its applications to polymer resins. The first two chapters deal with an introduction and a general overview of fiber optic sensors, remarking the main details and properties of them, ranging from those simplest (e.g. intensity based sensors), to the more complicated designs like interferometric and polarimetric types.

Chapter 3 describes more deeply the interferometric type sensors, in particular a low finesse *Fabry-Pèrot* interferometer, also known as *Fizeau* interferometer, which is unique in its qualities, ease of use and constitutes the heart of this study. In addition, some initial developments and results are showed.

Chapter 4 describes several applications of the *Fizeau* interferometer to the characterization of photo-curing polymer resins. The method presented here is simple and accurate, and allows several measurements that can be summarize briefly as follows: polymer shrinkage of photo-curing resins (for commercial and new BISGMA types); coefficient of thermal expansion, which allowed deducing quantitatively the influence of the exothermic reaction within the photo-curing resins.

In Chapter 5 this sensor was used together with an acoustic technique to determine visco-elastic properties. Characterization and measurement of structural changes in the polymerization reaction can be done simply by detecting micrometric vibrations of a cantilever beam with a crack filled with the resin.

Finally, Chapter 6 gives a set of basic conclusions in order to make a balance of this work and thus enable new lines to be carried out in next future phase.

Appendix sections contain some basic background concepts, descriptions of devices and techniques that were not suitable for inclusion in the main section (or they might be considered very widely spread). i.e.: an introduction to fiber optics, its typical parameters, support circuits and programs codes among the sensors, brief description of polymer molecules and compounds used within the new resins, etc.

Agradecimientos *(Solo disponible en la versión impresa)*

CAPITULO 1

Introducción

La presente Tesis resume los estudios llevados a cabo en los últimos cuatro años sobre sensores con fibra óptica, uno de los temas principales de investigación del Laboratorio Láser de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata. Dicha labor contó con la Dirección del Dr. Ricardo Duchowicz, Responsable del Laboratorio Metrológico para las Comunicaciones (LAMECO), CIOp y con el soporte permanente de dicha Institución.

La necesidad de contar con técnicas específicas de medición y caracterización, impulsaron el desarrollo de varios tipos de sensores. En particular, el corazón de esta tesis lo forma uno de ellos, el interferómetro en fibra óptica de baja reflectividad, llamado comúnmente *Interferómetro de Fizeau*, que fue aplicado a la estimación de contracción de resinas odontológicas comerciales y como técnica de análisis por parte del laboratorio de Materiales Dentales, División Polímeros del Instituto de Investigaciones en Ciencia y Tecnología de Materiales (INTEMA). Del trabajo en conjunto resultaron a la fecha varias presentaciones en congresos nacionales e internacionales, tres publicaciones nacionales y seis publicaciones en revistas internacionales que se enumeran al final de esta Tesis.

1.1. Los sensores con fibra óptica, una tecnología en avance

El campo de las fibras ópticas ha registrado un gran crecimiento y avance en los últimos años. Desde el comienzo, fue propuesta como medio para transmitir información en telecomunicaciones siendo también empleada como guía para transportar luz e imágenes en aplicaciones médicas.

Desde el comienzo, la tecnología de fibras ópticas ha sido objeto de considerables investigaciones y desarrollos lo que permitió mejorar en forma progresiva su calidad como guía de ondas. En la actualidad los sistemas de comunicaciones ópticas se han convertido en uno de los principales métodos para transmisión de datos de un punto a otro del planeta. Este cambio radical de las comunicaciones, trajo aparejado además producción en grandes volúmenes de fibra y variedad de componentes ligados a ella.

Asimismo, se produjo un notable desarrollo en la industria opto-electrónica, cuyos avances permitieron la inserción de toda clase de productos como discos compactos, impresoras láser, lectoras de código de barras, punteros láser, etc.

Consecuentemente, ambos desarrollos impactaron positivamente en la tecnología de sensores de fibra óptica, la que se ha visto muy beneficiada con el surgimiento de diversos componentes, que por ser ahora de producción masiva, tienen bajo costo y alto rendimiento. Esta creciente disponibilidad permitió entonces la introducción de los sensores con fibra óptica en numerosas áreas de la ingeniería, desde el control de procesos industriales, hasta la industria aeroespacial y médica.

En sus primeros años, los sensores con fibra óptica sólo tenían lugar en aplicaciones de laboratorio o en donde las técnicas tradicionales no podían brindar una solución concreta. El diseñador difícilmente hubiera optado por éstos a menos que no tuviera otra elección, o las exigencias del caso lo justificaran.

La situación fue cambiando en la medida que los costos bajaron y la realización de nuevos diseños aumentó su potencial. En la actualidad, los sensores basados en fibra óptica se han establecido como una alternativa real, desplazando en ciertas aplicaciones a los tradicionales. Estos poseen, además, una serie de características muy atractivas heredadas de las propiedades intrínsecas de la fibra óptica:

- Operan en condiciones de temperaturas extremas y dada su inmunidad a interferencias electromagnéticas, son apropiados para utilizarse cerca de fuentes de alta tensión.
- Debido al carácter dieléctrico de la fibra, carecen de los problemas derivados de la puesta a tierra o descargas eléctricas.
- Toleran altas concentraciones de gases peligrosos como hidrógeno y ambientes corrosivos, soportan fuertes vibraciones, son extremadamente sensibles y de gran ancho de banda.
- Dado que estos dispositivos son livianos y de pequeño tamaño, su aplicación resulta apropiada en dos grandes industrias: aeroespacial y automotriz.
- La mayoría de los transductores son pasivos (no necesitan una fuente de potencia eléctrica cercana) y pueden ser monitoreados a distancia.
- En muchos casos, varios transductores pueden ser multiplexados en una única fibra.

Entre otros parámetros pueden medir: temperatura, presión, posición lineal y rotacional, tensión, vibración y aceleración [1-3]. Además, mediante una técnica propia de las comunicaciones como es la multiplexación [4-7], es posible obtener mediciones de un gran número de sensores utilizando un solo sistema de monitoreo simultáneo, lo que constituye una poderosa herramienta en la instrumentación y control de grandes procesos y estructuras.

Sin embargo, los sensores con fibra óptica no son la solución a todos los problemas. En general, en aquellas situaciones en las que ya existe una tecnología convencional que sea eficiente y barata, no se justifica un esquema basado en fibra óptica. Fundamentalmente los sensores hallan su aplicación ideal en los casos en los que no hay una manera de medir cierto parámetro o bien, en donde las condiciones de trabajo los hacen insustituibles e intrínsecamente seguros.

Por último, es necesario decir que así como las demandas generadas por el crecimiento de las comunicaciones ópticas impulsaron el desarrollo de los sensores con fibra, ciertos desarrollos propios del área de sensores en fibra óptica, constituyen algunos de los componentes clave en los

sistemas de comunicaciones. En la mayoría de los casos empleados como instrumental de medición, caracterizadores y como elementos de control.

1.2. Organización de la Tesis

La organización de esta Tesis, sigue el orden cronológico en el que se sucedieron los distintos estudios de sensores y sus aplicaciones.

En el Capítulo 2, el lector encontrará una introducción general de todo el universo de sensores basados en fibra óptica. Comenzando por los más simples de modulación de intensidad, pasando por los espectrales, interferométricos y polarimétricos, y sensores más complejos, basados en efecto *Sagnac* y *Faraday* y fotoelástico. Finalmente se da un panorama de los sensores basados en redes de *Bragg*, dispositivo muy importante tanto para este campo como para Comunicaciones.

En el Capítulo 3 se aborda con más detalle un sensor de fibra tipo interferométrico, tal vez desde una de sus configuraciones más conocidas: el interferómetro de *Fabry-Pèrot*. En rigor, y como se verá en la descripción teórica, su implementación en fibra óptica realizado para esta Tesis, constituye un interferómetro de baja fineza, llamado a menudo *interferómetro de Fizeau*. Se incluyen a continuación, los resultados de las primeras experiencias realizadas: su implementación práctica, su aplicación en la calibración de un desplazador micrométrico y posteriormente en el desarrollo de una fuente óptica multimodo variable.

La mayoría de los trabajos y aplicaciones desarrollados durante esta Tesis involucran al interferómetro de *Fizeau* aplicado al estudio de contracción de materiales poliméricos. El Capítulo 4 está dedicado entonces a condensar de modo particular estos resultados: primeramente sobre la medición de contracción polimérica de resinas de fotocurado comerciales y luego de otras similares en desarrollo. En estas últimas, los efectos térmicos inherentes a la reacción de polimerización en sí misma pudieron ser estimados y separados mediante mediciones complementarias a las de contracción.

El Capítulo 5 presenta una serie de resultados complementarios a los ya obtenidos, abordados desde un análisis de vibraciones en vigas tipo *cantilever*. En este caso la resina es aplicada y polimerizada en la misma viga, que cambian sus propiedades mecánicas conforme avanza la polimerización. Con este estudio se obtuvieron resultados adicionales respecto de la estructura mecánica de resinas BISGMA y conclusiones acerca de la vitrificación. En la última parte del capítulo se discute el funcionamiento del esquema propuesto para la medición de pequeñas vibraciones micrométricas, y se presenta una variante que elimina la incertidumbre para detectar la dirección de movimiento del sistema original.

En el Capítulo 6, se formulan algunas conclusiones sobre la aplicación de este sensor a los trabajos mencionados. Está destinado a resaltar sus fortalezas, marcar sus limitaciones y establecer nuevas líneas de trabajo a seguir en la próxima etapa.

En el sector de Apéndices, se encontrarán algunas descripciones que complementan la información necesaria para un lector no familiarizado con este campo. Entre ellos se pueden mencionar: una introducción a la fibra óptica y sus parámetros típicos, definiciones habituales en interferometría y descripciones básicas de las principales moléculas empleadas en este trabajo. También se incluyen códigos de programas empleados en las adquisiciones de datos, circuitos electrónicos de soporte desarrollados con fines específicos, entre otros.

1.3. Referencias

1. Yu F. T. S. and Yin S., eds. *Fiber Optic Sensors*. 2002, CRC Press: USA.
2. Udd E., ed. *Fiber Optics Sensors – An introduction for Engineers and Scientists*. 1991, John Wiley & Sons: USA.
3. Berthold III J. W., *Industrial Applications of Fiber Optic Sensors*, Udd E., Editor. 1991. p. 414.
4. Jackson D. A., Lobo Ribeiro A. B., Reekie L., and Archambault J. L., *Simple multiplexing scheme for a fiber optic grating sensor network*. Opt. Lett., 1993. **18**: p. 1192.
5. Wang A. C. L., Childs P. A., and Peng G. D., *Simultaneous demodulation technique for a multiplexed fiber Fizeau interferometer and fiber Bragg grating sensor system*. Opt. Lett., 2006. **31**(1): p. 23–25.
6. Rao Y. J., Wang X. J., Zhu T., and Zhou X., *Demodulation algorithm for spatial-frequency-division-multiplexed fiber-optic Fizeau strain sensor networks*. Opt. Lett., 2006. **31**(6): p. 700–702.
7. Grattan K. T. V. and Meggitt B. T., eds. *Optical Fiber Sensor Technology Fundamentals*. 2000, Kluwer Academic Publishers: USA.

CAPITULO 2

Introducción a los sensores de fibra óptica

La fibra óptica está sujeta continuamente a perturbaciones de varias clases. Todo cambio en su geometría (tamaño, perfil) y sus propiedades ópticas (índice de refracción, conversión de modos), afectará en mayor o menor medida la propagación de luz. En las aplicaciones de comunicaciones trata de minimizarse este efecto, pero en el caso de sensores se favorece deliberadamente para que el cambio resultante pueda ser tomado como una medida de la perturbación externa [1, 2].

En efecto, cualquier agente externo actuando sobre el dispositivo genera cambios en la transmisión luminosa funcionando como transductor de cambios de temperatura, estrés, esfuerzo, rotación, o corriente eléctrica, en cambios en la radiación óptica.

Cualquiera de los parámetros propios de la luz pueden servir para detectar un cambio, ya sea su amplitud o intensidad, fase, frecuencia y polarización. La utilidad del sensor de fibra óptica dependerá por lo tanto, de la magnitud de este cambio y de su capacidad para medirlo y cuantificarlo en forma repetitiva, confiable y precisa.

En este capítulo se hará una introducción general a los sensores de fibra óptica, comenzando por la presentación del esquema básico y remarcando cada una de sus partes constitutivas. Se proseguirá luego con cada uno de los parámetros de la luz pasibles de ser medidos, presentando las grandes categorías de sensores: de intensidad, de dominio espectral, interferométricos, incluyendo los que funcionan por efecto *Sagnac* y *Faraday*, para finalizar con los basados en redes de *Bragg*. Las características, propiedades y algunas aplicaciones de los sensores interferométricos *Fabry-Pérot* y *Fizeau*, que son base de esta Tesis, serán discutidas a partir del Capítulo 3.

2.1. Esquema básico

Por definición, los sensores con fibra óptica utilizan luz para medir una perturbación externa y fibra óptica para transmitirla desde la fuente hasta el detector.

La configuración general de un sensor de este tipo se muestra en la Fig. 2.1 y como puede observarse en el esquema, consta de una fuente de luz, un sistema de sensado y un detector óptico interconectados con fibra óptica.

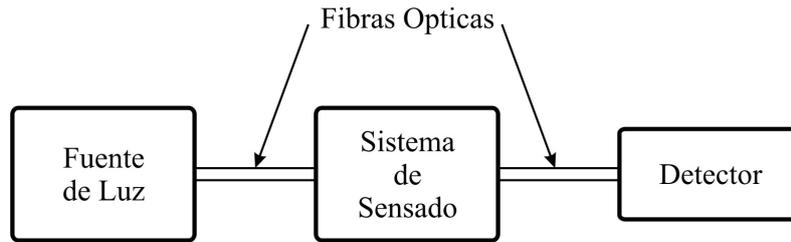


FIGURA 2.1. Esquema básico de un sensor de fibra óptica

En función de cómo se realice la medición de la perturbación externa se clasifican usualmente en dos grandes clases: extrínsecos e intrínsecos. En los esquemas de la Fig. 2.2 se muestran en forma simple su diferencia fundamental.

Sensores extrínsecos:

Comprende aquellas aplicaciones en las que la fibra actúa solamente como guía de onda llevando luz hasta una “caja negra”, que modula el haz en respuesta al parámetro que se pretende medir. Bajo este enfoque, se modula o imprime la información por algún método particular y la fibra sólo se utiliza para conducir la radiación desde la fuente hacia el dispositivo sensor. Esta información puede estar codificada en intensidad, fase, frecuencia, estado de polarización, contenido espectral, etc. (Fig. 2.2.a).

Sensores intrínsecos:

También llamados “*all-fiber sensors*”, utilizan la fibra óptica como guía de onda hasta el lugar donde la magnitud de interés se quiere medir, pero a diferencia del caso anterior, la perturbación externa actúa directamente sobre la fibra. La luz permanece dentro de la fibra en todo momento (Fig. 2.2.b).

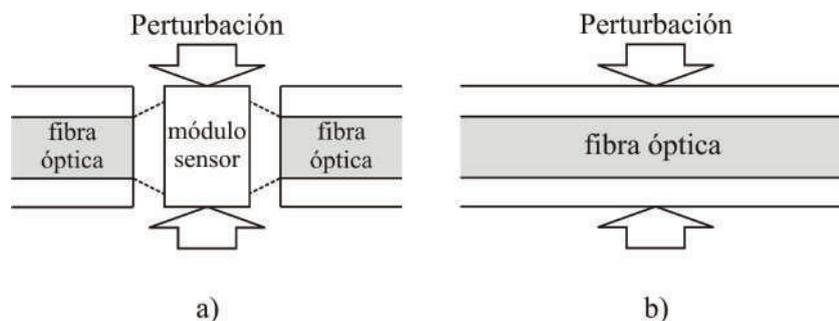


FIGURA 2.2. Tipos básicos de sensores de fibra óptica: a) extrínseco; b) intrínseco

Dado que la luz provee los medios para medir una perturbación externa en un sensor de fibra óptica, podrán tenerse tantos tipos de sensores como propiedades de la onda sean posibles modular.

2.2. Parámetros principales

La ecuación con la que se representa usualmente el vector campo eléctrico \vec{E} de una onda electromagnética, pone de manifiesto todas las propiedades que pueden ser moduladas por una perturbación externa:

$$\vec{E} = E_0 \text{sen}(\omega t - kx + \varphi) \quad (2.1)$$

donde: E_0 es la amplitud de la onda

ω es la frecuencia angular

k es el vector de onda

φ es la constante de fase

El tipo de sensor más simple que se puede construir es uno en el que la perturbación modifique directamente la amplitud de la luz, lo que resulta en un cambio de intensidad en el detector (relacionada con el cuadrado de ésta). El mayor desafío en este tipo de diseño y su mayor limitación, es separar la fluctuación en la intensidad debido a la perturbación externa de la generada por otras causas espurias (variación de la luz proveniente de la fuente, en la alimentación eléctrica, etc.).

Los sensores interferométricos en cambio, están desafectados de esta limitación pues la perturbación externa genera una diferencia de fase entre dos ondas luminosas. De esta forma la información codificada es insensible a variaciones de intensidad, siendo un ejemplo en el que se puede realizar una medición a partir de la modulación de fase. Los diseños son considerablemente más complejos, pero proveen resoluciones muy altas.

La frecuencia o longitud de onda de la luz tiene un rol decisivo en los casos anteriores. Para el caso de sensores de intensidad: siempre existe alguna relación funcional vinculada con la absorción y reflexión de luz, en tanto para los de tipo interferométricos influye en el cambio de fase.

La naturaleza vectorial de la luz se aprovecha muy eficientemente con sensores de tipo polarimétricos donde el estado de polarización de la onda se ve afectado por la perturbación externa.[3]

2.3. Sensores de intensidad

En algunos casos, el tipo de sensor más simple de construir es aquel basado en la modulación de intensidad. Se trata de sensores inherentemente sencillos, que requieren unos pocos elementos y componentes electrónicos.

En la Fig. 2.3 se muestra un sensor que consiste en dos fibras ópticas dispuestas muy cerca una de la otra, en este caso conforma un sensor de vibración. La luz que se propaga a lo largo de la fibra forma un cono de luz cuyo ángulo depende de la diferencia de los índices de refracción del núcleo y la cobertura o *cladding*.

La luz que pueda ser acoplada por el otro extremo de la fibra depende igualmente del ángulo de aceptación propio y de la distancia “d” de separación entre las dos fibras. Cuando esta distancia

cambia, ya sea por una vibración o un desplazamiento, la intensidad de luz varía en consecuencia. El agente externo modulante es bien representado por una intensidad de luz proporcional, en ciertos rangos fáciles de reconocer.

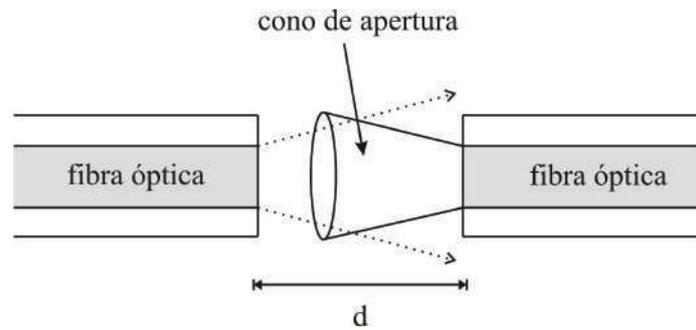


FIGURA 2.3. Sensor de fibra óptica de intensidad. La luz proveniente de la primera fibra es acoplada a la segunda a partir del cono de apertura característico de la segunda fibra.

A menudo, muchas aplicaciones no permiten una disposición como la mostrada, por ello una variación frecuentemente empleada se muestra a continuación en la Fig. 2.4.

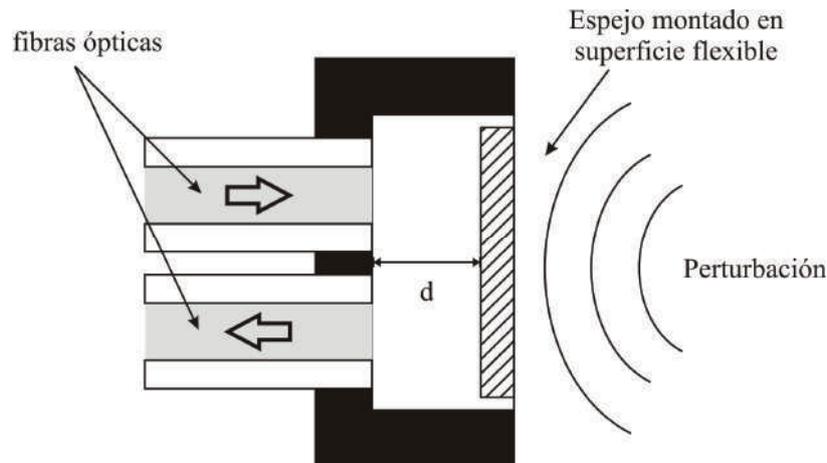


FIGURA 2.4. Alternativa de sensor de fibra óptica de intensidad utilizando un espejo flexible, o bien montado en una superficie sensible a la perturbación que se quiere medir.

En esta configuración se utiliza un espejo, o simplemente una superficie suficientemente espejada o pulida que pueda responder a una perturbación externa, como ejemplo la presión de una onda acústica. En este esquema la luz inyectada por una de las fibras se expande y refleja en el espejo para luego ser acoplada parcialmente por la segunda. El grado de acoplamiento dependerá de la distancia de separación entre las fibras y el espejo, y el ángulo de aceptación de la fibra de salida.

A medida que el espejo o reflector varía su posición relativa a causa de la perturbación, se modifica la separación efectiva, generando modulación de intensidad en la segunda fibra. Este tipo de sensores es especialmente útil en aplicaciones donde se desea conocer una información de tipo binaria (*on/off*, cerradura de puertas, *interlocks*, etc.). Sin embargo, dependiendo de la calidad del diseño mecánico, pueden utilizarse para mediciones análogas como detección de vibraciones y ondas de sonido, presión, desplazamientos y distancias.

En la Fig. 2.5 se muestra una aplicación realizada como parte de los primeros estudios en el tema. El esquema es prácticamente el mismo de la figura anterior, a diferencia que se utilizó una superficie reflectante solidaria a un parlante de audio. El tramo de fibra óptica, está constituido por un par de manojos de fibra óptica unidos en el extremo, formando una “Y”. Por un extremo se incide con la fuente, luz de un láser de HeNe en 632,8 nm @ 1 mW, y en el otro se mide la señal reflejada con un detector de potencia óptica (*Ophir PD200*).

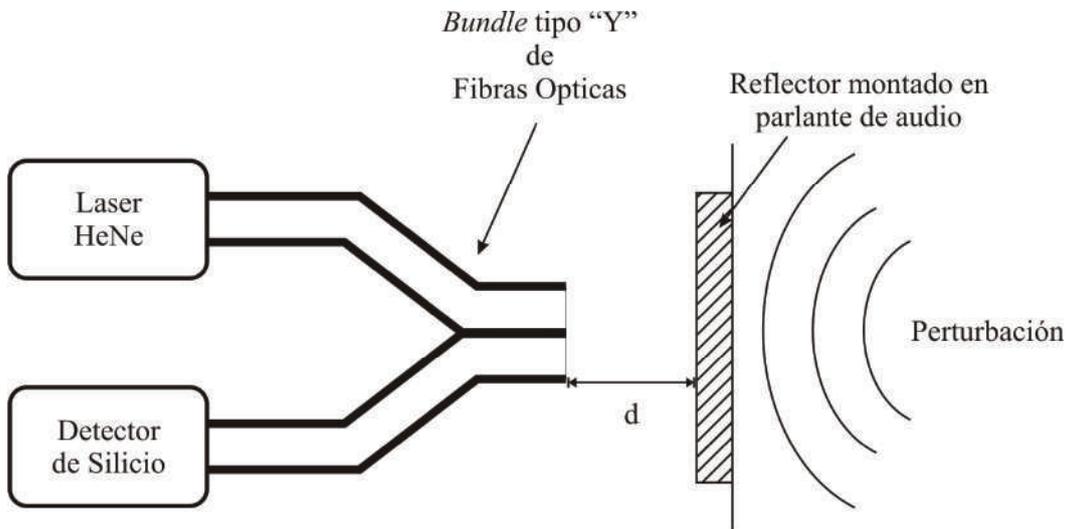


FIGURA 2.5. Sensor de distancia construido a partir de un manojos de fibras (*bundle*) en forma de “Y”

El rango útil de trabajo para esta configuración fue de aproximadamente 14 mm, presentando dos zonas de trabajo según se muestra en la calibración (Fig. 2.6), en función de las pendientes típicas que caracterizan estos dispositivos.

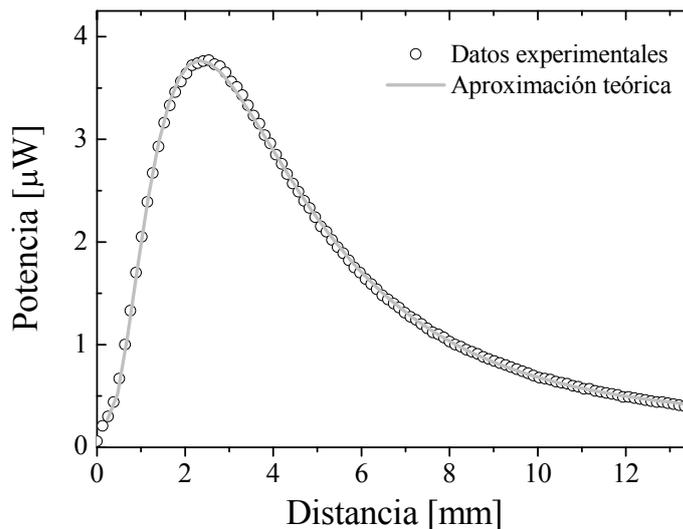


FIGURA 2.6. Curva de salida del medidor de distancia mostrado en la Fig. 2.5.

Inicialmente cuando la superficie reflectora se encuentra próxima al extremo del sensor, la luz no puede llegar a acoplarse a la segunda fibra, determinando una señal casi nula de salida. De igual manera, si la distancia de separación es lo suficientemente grande la luz proveniente de la

reflexión con la superficie a medir no puede acoplar luz. En el rango comprendido por estos dos extremos, la respuesta sigue una dinámica tipo de *Lorentz*, en donde se aprecian dos pendientes, la primera de corto alcance (apenas unos milímetros) pero de gran ganancia, mientras que la segunda es de mayor alcance pero de menor sensibilidad. El punto de máxima señal corresponde a la situación en donde la condición de acoplamiento es óptima.

Sensores de intensidad por reflexión interna total

Otra clase muy interesante de sensor de intensidad basado en fibra óptica se obtiene a partir del principio de reflexión interna total. El ejemplo de la Fig. 2.7 muestra este principio:

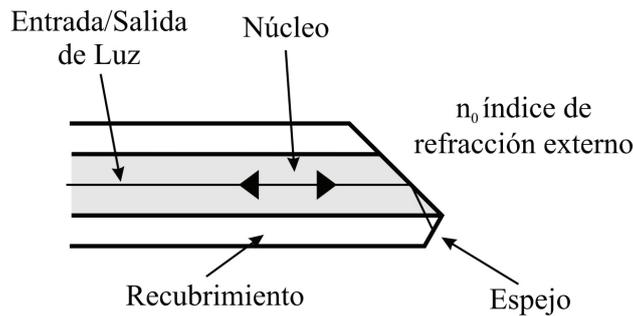


FIGURA 2.7. Sensor de Fibra óptica por reflexión interna total. Aplicación para medición de presión y cambio de índice de refracción.

La luz se propaga a través del núcleo de la fibra hasta que incide en el extremo clivado con un ángulo particular. Si el medio que rodea la fibra tiene un índice de refracción lo suficientemente menor al del núcleo, entonces la luz es virtualmente reflejada por la interfase que, para esta condición, se comporta como un espejo. Si las condiciones del medio varían y el índice de refracción se hace similar al de la fibra, entonces la luz se acopla en algún grado hacia el medio exterior verificándose una disminución de la luz que se refleja desde el extremo en dirección contraria. Una versión de construcción más simple puede obtenerse para ser utilizada como sensor de nivel de líquidos [4]. El esquema es el mostrado en la Fig. 2.8:

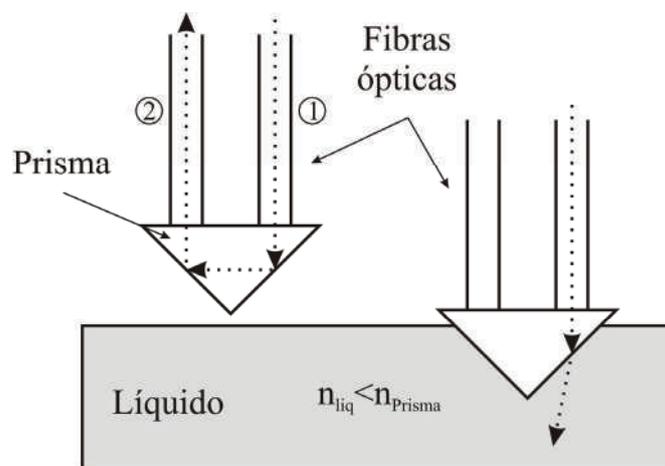


FIGURA 2.8. Sensor de fibra óptica extrínseco de nivel.

En esta versión, el prisma construido en un material específico y de acuerdo a la aplicación (e.g. acrílico), es iluminado por la fibra 1. Si no es puesto en contacto con el líquido, a causa de la diferencia de índices de refracción y los ángulos de las caras inferiores, las interfaces se comportan como espejos. En consecuencia la luz regresa por la fibra 2 luego de dos reflexiones internas totales.

Cuando el nivel del líquido llega a la cara de incidencia, a causa de su mayor índice de refracción $n_{liq} > 1$, modifica la interfase permitiendo la refracción del haz hacia el medio. En consecuencia no hay acoplamiento de luz hacia la fibra 2, lo que puede usarse como señal de detección del nivel en forma cuasi-binaria.

Sensores de intensidad por doblamiento

Una manera más compleja en la que la luz que atraviesa una fibra module su intensidad es mediante una disminución debido a pérdidas en el núcleo por doblamiento o “*bending*”. Si una fibra óptica es sometida a una curvatura mayor a la permitida (parámetro conocido como *bending radius*), se degrada la condición fundamental para la transmisión por reflexión interna total entre el núcleo y el recubrimiento, generando pérdidas de luz. Los mejores resultados prácticos se han logrado con micro-dobles, que generan en forma local una modulación conveniente y controlada útil para medición de presión, vibración y otros efectos ambientales [5-7].

La Fig. 2.9 muestra el esquema típico consistente en una fuente de luz, un tramo de fibra óptica con una sección dentro de un dispositivo con un perfil, tal que pueda modular convenientemente la perturbación externa a partir de micro curvaturas controladas para que no destruyan la fibra.

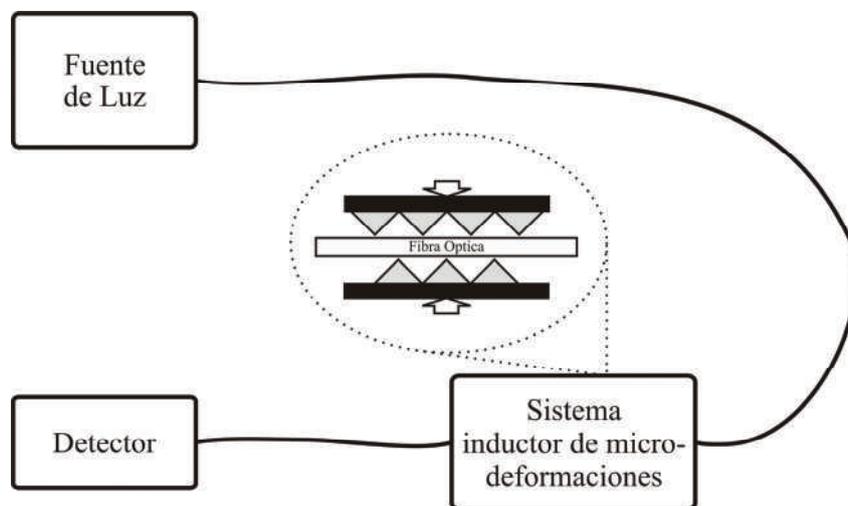


FIGURA 2.9. Sensor de fibra óptica modulado en intensidad por micro-dobles

Este es un ejemplo de sensor de fibra óptica intrínseco, debido a que es la fibra en si misma la que modifica la manera en que la luz es transmitida. Este tipo de sensores tienen un muy buen desempeño en la zona lineal (aquella en la que las curvaturas son aproximadas a lo largo del núcleo como una sinusoides). Deben tenerse especiales cuidados en el diseño para no generar daños irreversibles a la guía. *Corke et al.* [8] han hecho una revisión de esta técnica, mientras que *Giles et al.* [9, 10] reportaron una linealidad de 1 % y mejoras utilizando técnicas de *switching* óptico.

2.4. Sensores actuando en el dominio espectral

Los sensores de fibra óptica de intensidad tienen una serie de limitaciones impuestas por pérdidas variables en el sistema que no están relacionados con el efecto a ser medido. Existen varias fuentes de errores potenciales como pérdidas por conectores, curvatura excesiva de los cables, desalineaciones, ya sea mecánicas o en las fuentes y detectores.

Para reducir estos problemas, se han empleado esquemas de doble longitud de onda, en los que una de ellas es la referencia y se usa para calibración. Esto complica naturalmente los diseños y hace necesario un enfoque alternativo que sea inherentemente resistente a las mencionadas fluctuaciones. Los sensores de fibra óptica basados en el dominio espectral ofrecen una solución ya que dependen de un haz de luz modulado en longitud de onda por algún efecto o perturbación externa.

Algunos ejemplos que se comentarán brevemente a continuación incluyen sensores de radiación de cuerpo negro, de absorción, etalones y redes dispersivas, entre otros. Estos sensores de fibra óptica presentan una mayor complejidad en cuanto al instrumental necesario y el procesamiento posterior, pero no están afectados por las limitaciones de los anteriores.

Sensores de Cuerpo Negro

Dentro de los sensores espectrales se trata de uno de los métodos más simples, siendo su principal aplicación como sensor de temperatura. Su esquema cuenta con dos detectores con filtros angostos específicos, que miden la radiación emitida por una cavidad de cuerpo negro a través de un tramo de fibra óptica que se emplea como guía de onda (Fig. 2.10).

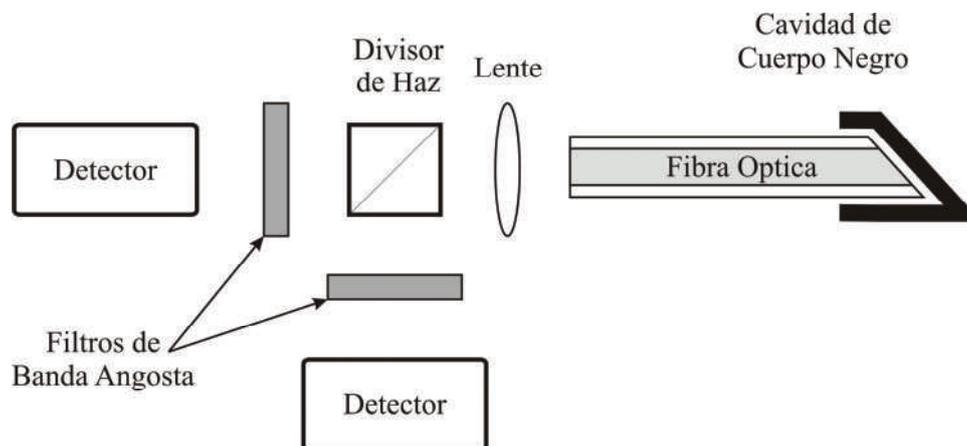


FIGURA 2.10. Sensor de fibra óptica por radiación de cuerpo negro.

Cuando la cavidad aumenta su temperatura comienza a brillar y en consecuencia se comporta como una fuente de luz. Determinando el perfil de esta emisión de cuerpo negro, puede conocerse su temperatura.

Este tipo de sensores se ha comercializado con éxito [11], y son especialmente útiles para medir temperaturas en lugares donde, por ejemplo, existen campos intensos de radio frecuencia. En cuanto a su funcionamiento y precisión, son mejores para temperaturas mayores a 300 °C, mientras

que para valores menores a 200 °C disminuyen la calidad debido a un empeoramiento de la relación señal-ruido. Además se debe asegurar que el punto más caliente en la cavidad de cuerpo negro no dañe la fibra óptica [12].

Otro tipo de sensor espectral de fibra óptica para medir temperaturas es mostrado en la Fig. 2.11. El dispositivo tiene como principal transductor un material, arseniuro de galio (GaAs) en este caso, cuyo perfil de absorción depende de la longitud de onda. Si este material se ilumina con una fuente de luz de banda ancha con tramos de entrada y salida en fibra óptica, como se observa, es posible utilizarse para determinar la temperatura [13].

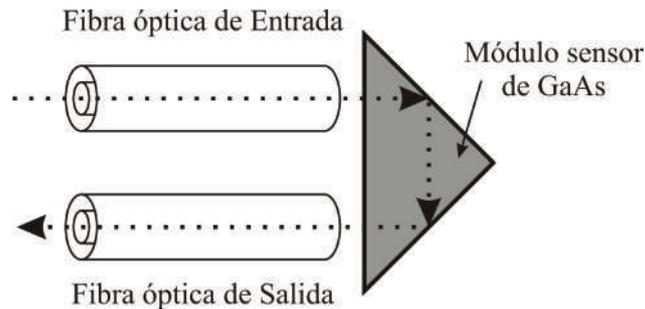


FIGURA 2.11. Sensor de fibra óptica utilizando un sensor construido en GaAs

En las dos aplicaciones la fibra transmite la radiación luminosa desde puntos de alta temperatura, protegiendo los sistemas de detección.

Sensores actuando por fluorescencia

Los sensores de fibra basados en fluorescencia están ampliamente difundidos, en especial para aplicaciones médicas y químicas, no obstante pueden ser usados para medición de parámetros físicos tales como temperatura, viscosidad y humedad. Las configuraciones son muy variadas, pero en la Fig. 2.12 se muestran las dos más utilizadas y que mejor representan el método.

En el primer caso (Fig. 2.12.a), la punta de prueba es el extremo de fibra óptica en el que se ha depositado un material fluorescente. La luz, generalmente azul-violeta, es inyectada hacia este extremo excitando el material, cuya respuesta dependerá de las condiciones del entorno. La señal resultante de fluorescencia puede entonces ser capturada y transmitida por la misma fibra en dirección contraria hacia un detector/demodulador.

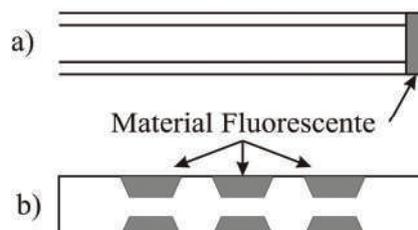


FIGURA 2.12. Distintas alternativas para la fabricación de sensores de fibra óptica por fluorescencia: a) por deposición en uno de sus extremos, b) tipo evanescente, mediante grabado del recubrimiento.

Si la irradiación de estas puntas de prueba es continua, pueden medirse viscosidad, vapor de agua disuelto, curado en compuestos termoplásticos y de fibra de carbono. En el caso de irradiación pulsada, la técnica se orienta a la medición de los tiempos de decaimiento dependientes de los pulsos luminosos.

La otra variante, una de las más difundidas y que cuenta con un reconocimiento propio es la de sensores de onda evanescente (Fig. 2.12.b). En lugar de depositar el material fluorescente en un extremo, se lo hace en determinadas zonas del *cladding*, en el que previamente se hace un devastado por métodos químicos/mecánicos. La excitación generada desde el núcleo permite acoplar parte de la respuesta hacia el detector, pudiéndose analizar la fluorescencia resultante de cada punto mediante multiplexado en el dominio del tiempo. También pueden introducirse dopantes fluorescentes en la fibra óptica en sí para que, mediante multiplexado por división de tiempo, sea utilizada en aplicaciones de sensado distribuido.

Existen varias implementaciones comerciales utilizando esta técnica, que se emplean en aplicaciones para detección de diversos gases, fundamentalmente oxígeno y monóxido de carbono [11, 14].

2.5. Sensores interferométricos de fibra óptica

Los sensores interferométricos ocupan gran parte de la atención de científicos e ingenieros desde hace varias décadas. Sus propiedades y gran versatilidad los han posicionado en un variado tipo de aplicaciones que van desde simples mediciones de temperatura, hasta el control inteligente de grandes estructuras como puentes y edificios y la industria aeroespacial.

En este tipo de sensores, la fibra está en íntima relación con el mecanismo de medición, puesto que la luz puede permanecer dentro del núcleo para interactuar con el campo a medir. La fase óptica de la luz que se propaga es modulada por el parámetro a ser detectado, siendo luego detectada interferométricamente por comparación con la fase de la luz de una referencia.

Además de las ventajas heredadas de la fibra óptica, tiene otras adicionales entre las que se destacan su versatilidad geométrica como elemento sensor, su gran rango dinámico, bajas pérdidas y su extremadamente alta sensibilidad.

La interferometría basada en fibras ópticas puede ser dividida en dos grandes categorías: aquellas en las que intervienen dos haces interferentes, como las configuraciones tipo *Michelson*, *Sagnac*, y *Mach-Zehnder*; y los interferómetros de múltiples haces, representados mayoritariamente por la cavidad tipo *Fabry-Pérot*.

En esta sección se hará una breve introducción a esta clase de sensores, mencionando sus principales características y aplicaciones. El tema central que condujo los estudios y desarrollo de esta tesis está basado en un caso especial de sensor de fibra óptica tipo *Fabry-Pérot*, en razón de ello se dejará para el Capítulo 3 un desarrollo completo de este dispositivo.

2.5.1. Sensores interferométricos Mach-Zehnder y Michelson

Los interferómetros de doble-haz permiten la medición de cambios en la diferencia de fase extremadamente pequeños generados por la perturbación. En una primera aproximación, el retraso de fase óptica que la luz sufre al pasar por una fibra óptica es

$$\Phi = nkL \quad (2.2)$$

donde n es el índice de refracción del núcleo de la fibra, k es el vector de onda en el vacío ($k=2\pi/\lambda$, λ siendo la longitud de onda), y L es el largo del tramo de fibra. La magnitud nL es, por lo tanto el “camino óptico”. Y nk es el coeficiente de propagación β en una fibra óptica.

La Fig. 2.13 muestra los elementos básicos que forman un Interferómetro *Mach-Zehnder*: una fuente de luz, usualmente un diodo láser aislado de longitud de coherencia suficientemente grande. Un primer acoplador direccional monomodo que divide la radiación incidente, generando dos haces de luz (en general de igual intensidad), que son acoplados a los dos brazos del sensor: uno de ellos constituye el elemento sensor, y el otro es empleado como referencia.

El transductor ubicado en el brazo de sentido, está convenientemente diseñado para medir un efecto del entorno aislando el brazo de referencia de la perturbación externa, generando en consecuencia una diferencia de camino óptico entre los dos haces.

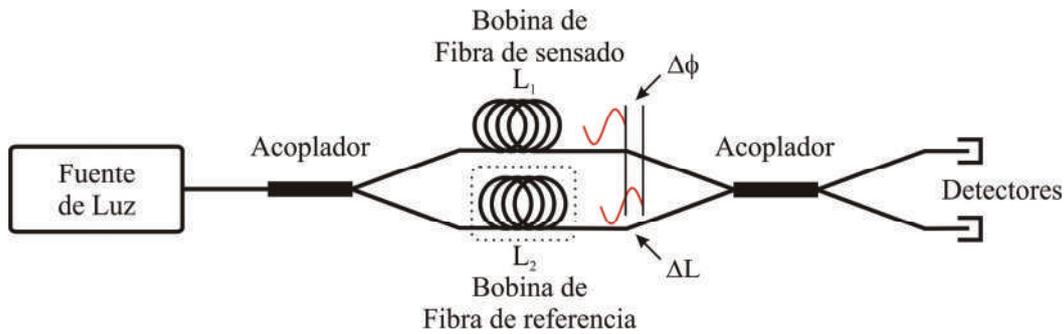


FIGURA 2.13. Interferómetro tipo *Mach-Zehnder*. $\Delta\phi$ es el cambio de camino óptico debido a la diferencia ΔL .

Estas dos señales, se recombinan por medio de un segundo acoplador, para formar una señal de interferencia que serán detectadas por sendos fotodiodos.

Asumiendo coeficientes de acoplamiento de los acopladores k_1 y k_2 , y pérdidas ópticas α_1 y α_2 en cada uno de los tramos de fibra, se pueden escribir las ecuaciones del campo eléctrico de cada brazo como:

$$\begin{aligned} E_1 &= E_0 \sqrt{\alpha_1 k_1 k_2} \cdot \cos(\omega_0 t + \phi_1) \\ E_2 &= E_0 \sqrt{\alpha_2 (1-k_1)(1-k_2)} \cdot \cos(\omega_0 t + \phi_2) \end{aligned} \quad (2.3)$$

Si se toma en cuenta que la intensidad óptica, promediada temporalmente para períodos muy mayores a $2\pi/\omega_0$, puede ser expresada como

$$I = \langle E_1^2 \rangle + \langle E_2^2 \rangle + 2 \langle E_1 \cdot E_2 \rangle \quad (2.4)$$

y además, que los coeficientes de acoplamiento conviene elegirlos de modo tal que sean $k_1 = k_2 = 0,5$, mientras que las pérdidas en la fibra pueden aproximarse como $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha$ [15], entonces la ec. (2.4) toma la siguiente expresión:

$$\begin{aligned} I &= \frac{I_0 \alpha}{2} \cdot [1 + \cos(\Delta\phi)] \\ I' &= \frac{I_0 \alpha}{2} \cdot [1 - \cos(\Delta\phi)] \end{aligned} \quad (2.5)$$

donde I e I' representan las salidas de ambos brazos del interferómetro, siendo I' la salida complementaria (reemplazando k_2 por $1-k_2$, y viceversa en (2.4)), I_0 es la intensidad promedio del haz de luz, y $\Delta\phi = \phi_1 - \phi_2$ es el retraso de fase sufrido entre los dos caminos.

Finalmente, si se considera que la variación de fase puede separarse en dos miembros, es decir:

$$\Delta\phi = \phi + d\phi = \phi_d + \phi_s \cdot \text{sen}(\omega t) \quad (2.6)$$

y se asume que el diferencial de cambio de fase $d\phi$ tiene cierta amplitud ϕ_s y frecuencia ω , mientras que ϕ_d representa un cambio cuya variación es lenta, entonces las ecs. (2.5) se pueden reescribir como:

$$\begin{aligned} I &= \frac{I_0 \alpha}{2} \cdot \{1 + \cos[\phi_d + \phi_s \cdot \text{sen}(\omega t)]\} \\ I' &= \frac{I_0 \alpha}{2} \cdot \{1 - \cos[\phi_d + \phi_s \cdot \text{sen}(\omega t)]\} \end{aligned} \quad (2.7)$$

Estas señales pueden ser convertidas a señales eléctricas mediante los fotodiodos de los detectores y combinadas con amplificadores diferenciales:

$$i = (I - I') = \varepsilon I_0 \alpha \cdot \cos[\phi_d + \phi_s \cdot \text{sen}(\omega t)] \quad (2.8)$$

donde ε es la responsividad de los fotodetectores. Mediante un tratamiento matemático simple, según se muestra en el Capítulo 10 de la referencia [1], se llega a:

$$di \approx \varepsilon \cdot I_0 \cdot \text{sen}(\phi_d) \cdot \phi_s \cdot \text{sen}(\omega t) \quad (2.9)$$

La ec. (2.9) es significativa y pone de manifiesto un factor limitante debido a que la amplitud depende de $\text{sen}(\phi_d)$. Ocurre que ϕ_d es dependiente de varios factores del entorno, por ejemplo la temperatura, si se aproxima a un múltiplo de π la señal tenderá a desvanecerse, mientras que para múltiplos impares de $\pi/2$ se hará máxima.

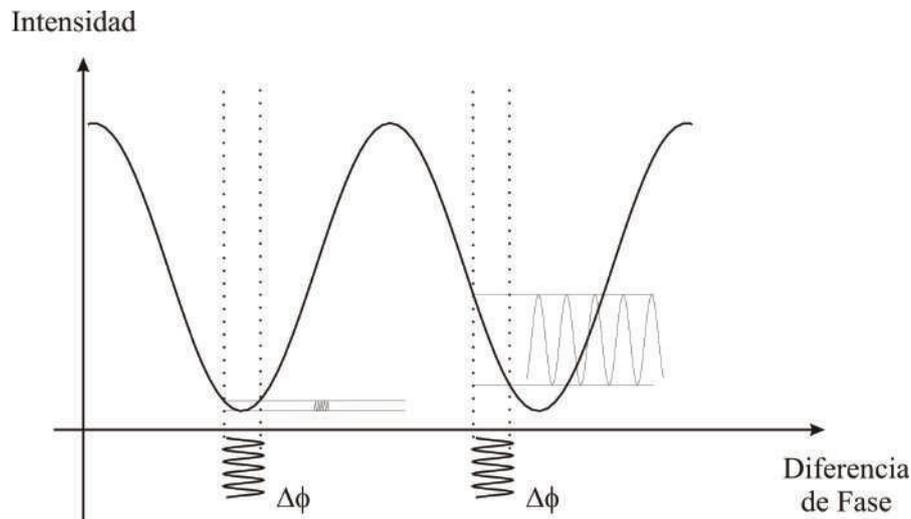


FIGURA 2.14. El problema de la variación de intensidad en los interferómetros en fibra.

La Fig. 2.14 explica en forma gráfica el problema, a partir de una curva de Intensidad en función de la fase relativa de los haces de luz en cada brazo del dispositivo. Se observa que para una misma diferencia de fase, la salida del dispositivo puede verse disminuida a causa de la degradación de sensibilidad ($\phi_d \rightarrow n\pi$, *fading effect*).

Una manera usual de superar este inconveniente, es introducir en uno de los brazos un dispositivo piezoeléctrico que estire la fibra, induciendo así un aumento del camino óptico que compense los efectos espurios de la medición.

Para la demodulación de las señales interferentes existen básicamente dos técnicas homodinas: activa y pasiva. En éstas la referencia es derivada de la misma fuente original antes de ser modulada, sin embargo se han utilizado numerosos esquemas en los que la técnica de demodulación es heterodina, pues hace un batido de la señal de prueba con otra propia conocida comúnmente como “local” [16].

DetECCIÓN HOMODINA ACTIVA:

Consiste en generar una compensación a las derivas para llevar los sistemas a la cuadratura antes de coleccionar los datos. En los primeros años de la interferometría con fibras, los investigadores agregaban compensadores construidos con bobinados de fibra en anillos piezoeléctricos, de forma tal que al aplicar una tensión, la fibra a su alrededor es sometida a un estiramiento aumentando el largo efectivo del brazo de referencia. En sus comienzos este control fue realizado en forma manual, para luego mejorarse por medio de un sistema de realimentación electrónico. Este enfoque fue luego complementado por otras vías, por ejemplo la variación de la corriente de alimentación del láser. Esto se debe a que en algunos casos estas fuentes de semiconductores con emisión en infrarrojo cercano, presentan una deriva de la longitud de onda central con respecto a la corriente de alimentación (apenas unos pocos GHz/mA) [17], que permite un variación ΔL de algunos centímetros.

Una mejora considerable de este método es que no hay simplificaciones ni aproximaciones, así la salida es lineal en fase, lo que brinda un mejor rango dinámico [18]. De todas maneras, la detección activa tiene dos grandes cuestionamientos que reducen su aplicación casi exclusivamente

al laboratorio: la limitación en el rango dinámico de los elementos de realimentación necesitan un reestablecimiento o “reset” que complica la capacidad del sistema para detección de cambios de fase en el orden del micro-radián.

La segunda razón es que el esquema dificulta la implementación en los sistemas multiplexados, pues la fuente solo puede mantener un interferómetro compensado, comprometiendo la estabilidad del resto. En razón de lo mencionado, es que la detección homodina pasiva, si bien recurre a ciertas simplificaciones y aproximaciones, tiene una mayor aplicación y aceptación.

Detección homodina pasiva:

La aproximación básica y una de las primeras empleadas, consiste en la generación de dos señales desfasadas ópticamente en 90° [19], de forma que ahora las señales sean:

$$\begin{aligned}
 i &= \frac{\varepsilon I_0 \alpha}{2} \cdot [1 + \cos(\Delta\phi)] \\
 i'' &= \frac{\varepsilon I_0 \alpha}{2} \cdot [1 + \text{sen}(\Delta\phi)]
 \end{aligned}
 \tag{2.10}$$

Y su respuesta a los pequeños cambios en la fase será, por lo tanto

$$\begin{aligned}
 di &= \frac{\varepsilon I_0 \alpha}{2} d\phi \cdot \text{sen}(\Delta\phi) \\
 di'' &= \frac{\varepsilon I_0 \alpha}{2} d\phi \cdot \cos(\Delta\phi)
 \end{aligned}
 \tag{2.11}$$

A partir de estas ecuaciones en la Fig. 2.15 puede verse que cuando una de las señales está en un mínimo, la complementaria es máxima y viceversa. El resultado empleando esta técnica lleva a una medición directa de la diferencia de fase.

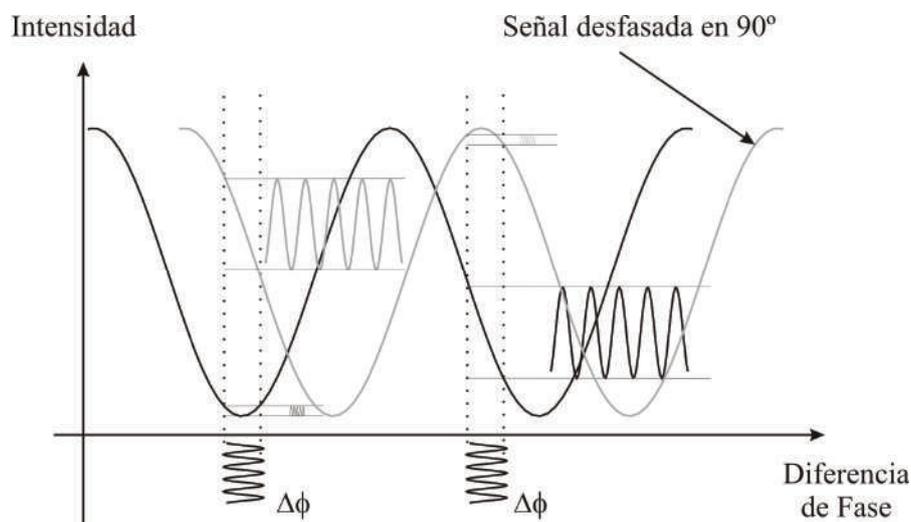


FIGURA 2.15. Dos señales generadas con una diferencia de 90° en fase, para detección en cuadratura.

Puede observarse como en cualquiera de las situaciones, siempre es posible rescatar una de las señales. Existen varias maneras de manipular estas dos salidas para evitar el problema del desvanecimiento, una de las primeras y simples consiste en sumar los diferenciales elevados al cuadrado y luego tomar la raíz cuadrada

$$\Delta i = \sqrt{di^2 + di'^2} = \frac{\varepsilon I_0 \alpha}{2} d\phi \quad (2.12)$$

Debe aclararse que en todos estos procedimientos se asume una $d\phi \ll 1$, para cualquier otra situación, el tratamiento se hace más complejo y queda excluido de esta introducción. Más información puede recabarse en las referencias [19-21].

El esquema de la Fig. 2.16 muestra otro de los interferómetros clásicos de doble haz, que puede ser implementado en fibra óptica. En este caso sólo hay un divisor de haz, utilizado tanto para dividir como para recombinar el haz. Al igual que en el caso anterior, la luz que se propaga desde la fuente se divide en dos brazos, la referencia y el sensor.

Una vez recorrido el largo de los brazos, la luz vuelve a retroalimentarse por espejos que están dispuestos al final de cada fibra. El mismo divisor de haz ahora recombina la señal y genera dos salidas complementarias: una directamente disponible desde el cuarto puerto del divisor donde se encuentra el fotodetector, y la otra reinyectada por el acoplador hacia la entrada donde se ubica la fuente [22].

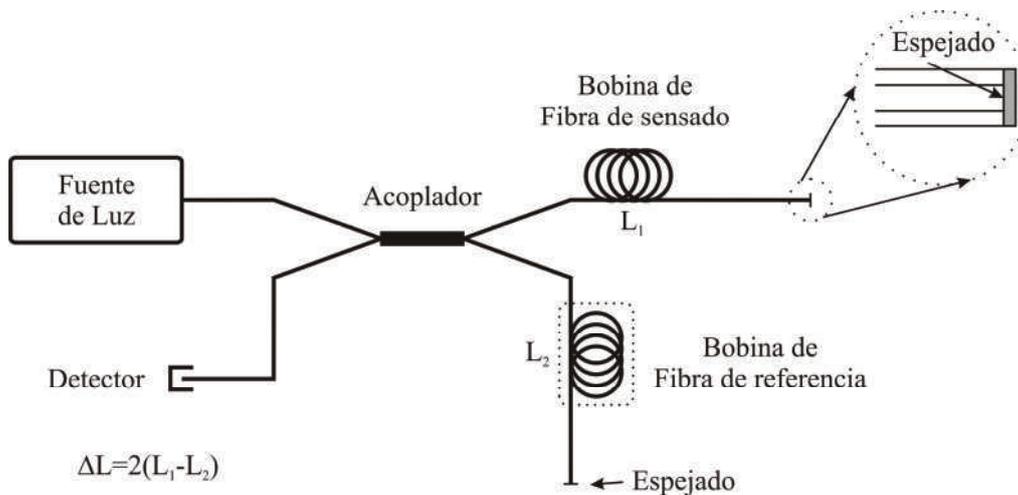


FIGURA 2.16. Configuración típica para un interferómetro de *Michelson* en fibra óptica

Este interferómetro recibe el nombre de *Michelson* y es considerado frecuentemente por muchos como un interferómetro *Mach-Zehnder* “plegado” por el centro. Desde este punto de vista, las pérdidas ópticas son similares y lo mismo ocurre con la señal de salida.

Las diferencias de la configuración *Michelson* son que requiere sólo un acoplador de fibra óptica, así como un solo detector óptico. A su vez, debido a que la distancia recorrida por la luz en ambos brazos es el doble, el cambio en la fase óptica por unidad de longitud de fibra óptica también se ve afectado de igual manera. Desde el punto de vista práctico, el interferómetro es más fácil de armar e implementar (aunque obviamente depende de la aplicación) [23, 24].

En cuanto a sus desventajas, podría mencionarse la necesidad de utilizar espejos, que en realidad son espejados formados en la cara transversal de la fibra, que no son fáciles de conseguir comercialmente. En contraposición, ambos se construyen con acopladores que son comunes y de gran disponibilidad.

El otro factor importante, que actualmente está solucionado con el desarrollo de fuentes acopladas a fibra, es la considerablemente mayor cantidad de luz necesaria para este esquema, fundamentalmente debido a la pérdida de luz en las interfaces con los reflectores.

2.5.2. Sensores interferométricos basados en el efecto Sagnac

Los sensores ópticos de rotación han realizado sustanciales progresos pues reemplazan los mecanismos convencionales de medición basados en el principio de inercia o de masas giratorias, por propuestas compactas basadas enteramente en tecnología de estado sólido. En particular para las aplicaciones de guiado inercial, existen dos clases básicas de sensores de rotación que han sido tradicionalmente utilizados:

- 1- Sensores cuya señal de salida es proporcional a la velocidad de rotación (tensión, frecuencia, etc.).
- 2- Sensores integradores de velocidad de rotación, en los que la información es dada en términos del ángulo girado.

Estos sensores, utilizados casi con exclusividad en el guiado remoto y en aplicaciones de control, están basados en el efecto *Sagnac* [25, 26]. A continuación, se hará una breve descripción de este efecto y los principales métodos para el desarrollo práctico. Finalmente se describirá uno de los sensores más utilizados basados en este efecto: el giroscopio de fibra óptica o comúnmente llamado *Fiber Optic Gyros* o FOG.

Efecto Sagnac:

En la Fig. 2.17. se muestra un caso de aplicación del efecto *Sagnac*, válido cuando el índice de refracción del medio óptico es unitario. El esquema está compuesto por un anillo de material óptico de dimensiones conocidas por el que circulan dos haces de luz coherente en direcciones opuestas, en sentido horario y antihorario.

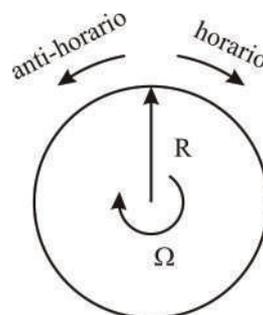


FIGURA 2.17. Efecto *Sagnac*.

Si el anillo se somete a una rotación con cierta velocidad Ω (para este ejemplo se asume sentido horario), y a su vez $\Delta t = L / c$ es el tiempo que le toma a la luz circular por el anillo de perímetro efectivo L , el haz que se propaga en el sentido horario recorre un camino igual a:

$$L_H = 2\pi R + \Omega R \Delta t \quad (2.13)$$

en tanto que el haz que se propaga en el sentido contrario al horario le corresponde:

$$L_{A-H} = 2\pi R - \Omega R \Delta t \quad (2.14)$$

La diferencia total de camino óptico generada entre los dos haces debido a la rotación del anillo es:

$$\Delta L = L_H - L_{A-H} = \frac{2\Omega RL}{c} \quad (2.15)$$

Como surge de la ec. (2.15), para lograr un sensor óptico eficiente de rotación basado en el efecto *Sagnac*, debe medirse con gran precisión la diferencia de camino óptico que es inducido por la rotación, garantizando a la vez que sea éste el único parámetro realmente medido. En resumen, el efecto *Sagnac* permite medir rotación angular a partir de la diferencia de camino óptico de dos haces contra-propagantes.

Giroscopios de Fibra Óptica (Fiber Optic Gyros)

En un sensor tipo FOG se mide el efecto *Sagnac* debido a cambios en el camino óptico en una bobina de fibra óptica con varias vueltas. En efecto, esto determina que el cambio neto entre los haces contra-propagantes esté afectado por un factor N , igual al número de vueltas del bobinado.

La diferencia total de camino óptico en este caso se puede determinar mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta L = \pm \frac{2A\Omega}{nc} \cdot 2N \quad (2.16)$$

siendo A el área encerrada por la bobina, Ω la velocidad de rotación, n el índice de refracción del núcleo de la fibra óptica y c la velocidad de propagación de la luz en el vacío.

El cambio neto de franjas de interferencia puede hallarse dividiendo ésta última ecuación (2.16) por la longitud de onda de la luz en el vacío, obteniendo entonces una expresión para el cambio de franjas que induce la rotación:

$$Z_R = \frac{4NA\Omega}{\lambda c} \quad (2.17)$$

En la Fig. 2.18, se muestra el arreglo típico de un FOG tal como se lo emplea en las aplicaciones mencionadas:

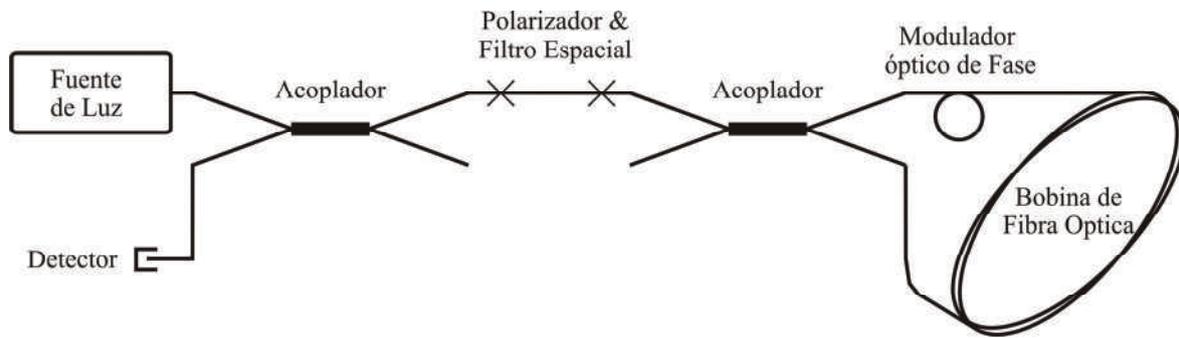


FIGURA 2.18. Configuración básica de un FOG.

La fuente de luz como en todos los casos anteriores, es inyectada mediante un acoplador direccional. Antes de ser dividido, el haz atraviesa un filtro espacial de fibra óptica monomodo junto con un polarizador para asegurar que luego, los haces atraviesen el mismo camino en el bobinado de fibra [27-30]. De esta manera, se genera la interferencia que posteriormente es llevada al detector donde se registra la intensidad debido a cambios de fase entre los haces inducidos por la rotación.

El modulador que figura en la entrada del anillo tiene como finalidad agregar un cambio de fase no recíproco a una frecuencia particular ω para obtener lecturas fuera de banda base, que puede ser realizado por ejemplo, introduciendo una modulación de fase oscilatoria.

2.6. Sensores polarimétricos

Toda radiación electromagnética puede ser dividida en componentes ortogonales con las que se define su estado de polarización, una de las propiedades más importantes de un haz de luz. Este estado de polarización puede verse afectado principalmente por esfuerzo, tensión mecánica, presión y temperatura actuante sobre cualquier material transparente como la fibra óptica.

En consecuencia, en los sensores de fibra óptica polarimétricos se observa un cambio de fase en las componentes ortogonales, que determina una modificación en el estado de polarización de la señal de salida. Estos sensores tienen aplicación en varios campos de la industria y la ingeniería civil. En general, se observa que preferentemente son utilizados para medición estática de esfuerzo, tensión y altas presiones, aunque hay trabajos que muestran, por ejemplo, medición dinámica de temperatura.

Los sensores polarimétricos pueden ser de dos tipos: intrínsecos y extrínsecos, según sea que la luz modifique su polarización dentro de la fibra o no. En cualquiera de los dos se trabaja mayoritariamente a partir del efecto fotoelástico y de láminas de retardo óptico.

En la referencia [2] puede encontrarse un desarrollo teórico si el lector quiere profundizar los conceptos que conducen las aplicaciones que se comentarán a continuación: un ejemplo de sensor extrínseco por efecto fotoelástico, y un sensor intrínseco de corriente eléctrica por efecto *Faraday*.

Sensores polarimétricos extrínsecos

En este caso, la luz incide en algún medio transparente que modifica el estado de polarización en función de la perturbación por efecto fotoelástico. Es decir, materiales cuyo índice de refracción puede ser modificado a través de la aplicación de un esfuerzo o deformación en su estructura. Se han construido varios sensores empleando este esquema: de presión, hidrófonos, de campo magnético, etc. [31].

Estos sensores suelen complementarse con fibras especiales que mantienen la polarización (*Polarization-maintaining Optical Fiber*), debido a que la fibra es una guía de onda que modifica permanentemente el estado de polarización en forma no predecible. Para ello, la fibra tiene un núcleo elíptico que genera una birrefringencia permanente, preservando así el estado de polarización de la luz incidente.

La Fig. 2.19 muestra el esquema básico de configuración de un sensor extrínseco por efecto fotoelástico. La luz es llevada hasta el módulo sensor mediante una fibra óptica, es colimada para compensar la apertura del haz y se incide en un polarizador ajustado a 45° con respecto al plano de referencia de un retardador. Al atravesar el medio sensor el haz es modulado, luego incide sobre un segundo polarizador a 45° (de forma que esté cruzado con el primero) y finalmente es enfocado sobre la fibra óptica que lo lleva al detector (que puede ser de intensidad o bien espectral).

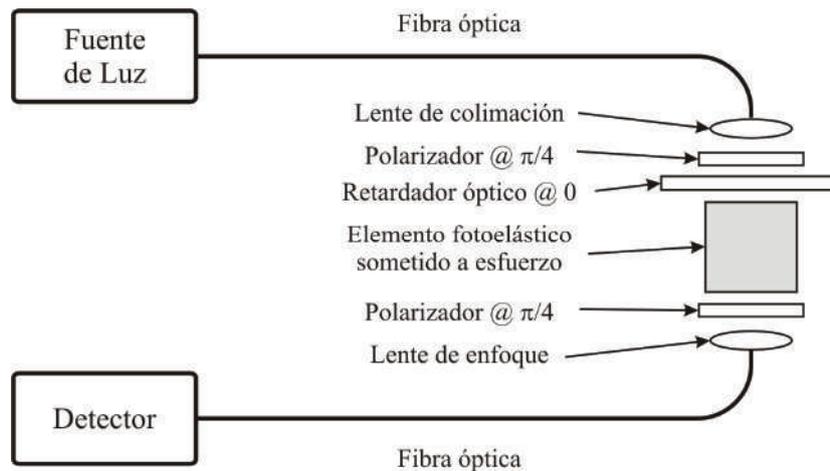


FIGURA 2.19. Configuración básica para un sensor por efecto fotoelástico

Para este caso de modulación de intensidad, se suele utilizar una fuente espectral de banda angosta que se puede detectar con un simple fotodiodo. La intensidad óptica obtenida está dada por:

$$I = \frac{I_0}{4} \left[1 + \cos \left(\frac{2\pi t}{f_\sigma} \sigma \right) \right] \tag{2.18}$$

A partir de la cual, puede determinarse el *stress* o esfuerzo aplicado que se pretende medir:

$$\sigma = \frac{f_\sigma}{2\pi t} \arccos \left[\frac{4I}{I_0} - 1 \right] \tag{2.19}$$

Si bien esta ecuación permite encontrar el parámetro a medir, complica el procesamiento posterior al aplicar una inversa de coseno de la salida óptica. Esta dificultad puede evitarse cambiando levemente el esquema anterior, en el que el retardador es ahora, una lámina de cuarto de onda para la longitud de onda central de trabajo. Esta introduce un retardo de 90° y modifica la ecuación (2.19), dando lugar a:

$$I = \frac{I_0}{4} \left[1 + \operatorname{sen} \left(\frac{2\pi t}{f_\sigma} \sigma \right) \right] \quad (2.20)$$

Si se asume que el argumento del seno es pequeño, lo cual suele aplicarse en el intervalo de trabajo, la ecuación puede simplificarse aún más, llegándose a la siguiente expresión:

$$\sigma = \frac{2f_\sigma}{\pi t I_0} I - \frac{f_\sigma}{2\pi t} \quad (2.21)$$

la que permite con electrónica simple combinada con el detector obtener lecturas directas de esfuerzo.

Sensores polarimétricos intrínsecos

En configuraciones intrínsecas, también llamadas *all-fiber*, se mejora la sensibilidad y precisión de las medidas. Como ejemplo emblemático de sensores polarimétricos intrínsecos, se puede mencionar el sensor de corriente eléctrica (*Optical Current Transducer - OCT*), que determina el flujo de corriente eléctrica de un conductor a partir de la densidad de flujo magnético en el entorno del mismo por efecto *Faraday*.

La densidad de flujo magnético induce en un dieléctrico una rotación en la polarización del haz de luz que se propaga a su través [32-34]. Este cambio en el estado de polarización es una función de la densidad de flujo magnético B [*Tesla*], el largo l [*m*], en el cual se produce la interacción y una constante de *Verdet* V [*rads/(T·m)*], propia del material.

Esta rotación en grados que experimenta la luz al pasar por el sensor está descrita por la siguiente ecuación:

$$\theta = VBl \quad (2.22)$$

Conceptualmente la luz polarizada incidente al medio sensible rotará su estado de polarización, que puede ser leído como una intensidad en un detector apropiado luego de pasar por un segundo polarizador analizador. La intensidad transmitida será entonces:

$$I = \frac{I_0}{2} (1 + \operatorname{sen}(2\theta)) \quad (2.23)$$

Esta medición es sensible al valor absoluto I_0 , pero puede eliminarse fácilmente si se normaliza la señal modulada con la componente espectral de continua.

Aunque este concepto parece simple y directo, su implementación práctica no lo es tanto. Se han hecho numerosos enfoques en este tema [35, 36] y el concepto básico se muestra en la Fig. 2.20.

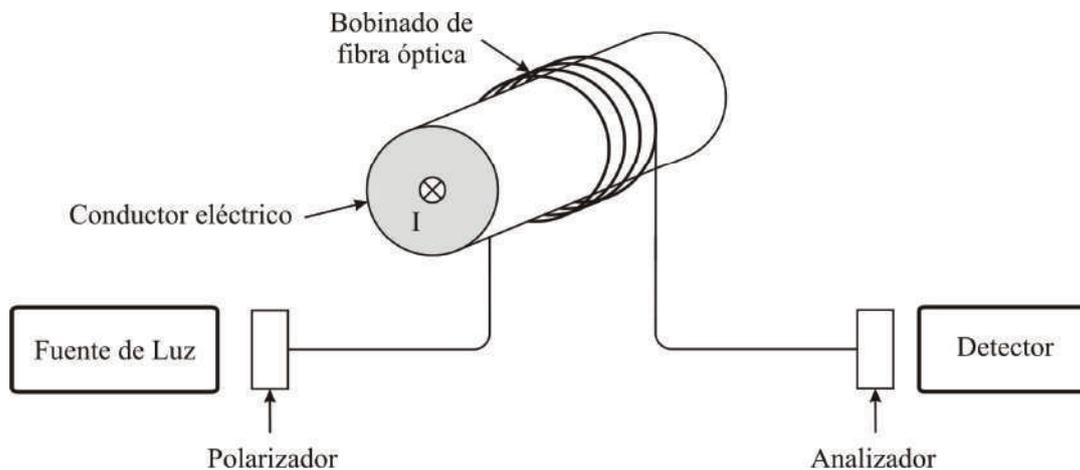


FIGURA 2.20. Esquema de un sensor de fibra óptica intrínseco de corriente eléctrica.

Como puede observarse, un bobinado de fibra óptica rodea el cable conductor de la corriente eléctrica con simetría radial y es iluminado con luz previamente polarizada. La geometría del arrollamiento de fibra óptica permite alinearla con las líneas de densidad de flujo magnético, con lo cual se optimiza el efecto *Faraday*.

La fibra en si misma es el transductor, si bien su constante de *Verdet* es de 8×10^{-6} rad/A, significativamente menor que la de cualquier otro medio utilizado en diseños extrínsecos, puede compensarse aumentando las vueltas de fibra del bobinado sensor. El arrollamiento de fibra puede generar efectos no deseados debido a la birrefringencia generada por el bobinado de la fibra en el conductor. Existen varios trabajos en los que se demuestra que puede reducirse notablemente este problema mediante un proceso de calentamiento y posterior enfriado lento (*annealing*) que disminuye las tensiones dentro del material [37-39].

2.7. Sensores basados en redes de Bragg grabadas en fibra óptica

Este tipo de sensores, si bien pueden ser clasificados como sensores espectrales, tienen características muy particulares que merecen un tratamiento particular. En estos dispositivos la fibra óptica tiene un papel central: no solo se comporta como guía de onda segura con bajas pérdidas, sino que su estructura en sí misma es utilizada para la codificación espectral del parámetro a medir.

El núcleo de la fibra óptica presenta una perturbación periódica (o aperiódica), del índice de refracción efectivo (Fig. 2.21). Esta perturbación suele extenderse longitudinalmente desde apenas unos milímetros hasta algunos centímetros, con períodos que van desde décimas de micrón a fracciones de milímetro para el caso de las redes de período largo.

La perturbación del núcleo provoca una reflexión de la luz en un rango muy pequeño de longitudes de onda, para las cuales se cumple la condición de *Bragg*, en tanto que las restantes no resultan prácticamente afectadas. La longitud de onda central de reflexión de una red de *Bragg* es

$$\lambda_B = 2 \cdot \Lambda_B \cdot n_{ef} \quad (2.24)$$

donde Λ_B es el período de la perturbación y n_{ef} el índice de refracción efectivo del núcleo de la fibra óptica. El ancho de banda de estas redes, típicamente menores al nanómetro, depende tanto del largo como del perfil de modulación del índice.

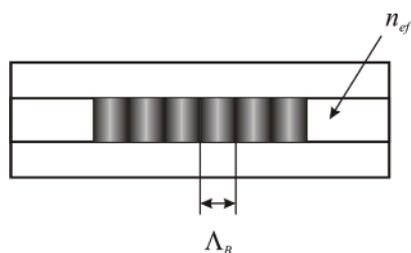


FIGURA 2.21. Vista longitudinal de una red de *Bragg*.

Para su fabricación, es preciso trabajar el núcleo para formar una estructura particular. La técnica básica, a grandes rasgos, es siempre la misma: se proyecta un patrón de interferencia de haces en el rango UV sobre una fibra óptica especial cuyo índice de refracción es fotosensible. Hay dos maneras de lograrlo: ya sea por interferencia de dos haces coherentes, o mediante una máscara de fase. Esta última se impuso por la simplicidad y robustez del esquema experimental, pero es más costosa que la primera y menos versátil, pues una máscara sirve para un solo tipo de red, y requiere un láser de corta longitud de onda (244 nm), con pulsos cortos y de gran energía.

En la actualidad las redes grabadas en fibra están muy difundidas y numerosas empresas las comercializan, en tanto que muchos laboratorios de óptica están en condiciones de construirlas para su propio uso y aplicaciones. Además tienen un papel importante en el diseño de los sistemas de comunicación por fibra óptica, donde se pueden usar como filtros en multiplexores, demultiplexores, filtros de *Add-Drop* [40-43], con sensibilidades comparables y aún mejores a los convencionales “*strain-gauges*”.

Dado que la longitud de onda de mayor reflectividad depende además de la temperatura y la deformación mecánica (propiedades foto-elásticas de la fibra) [44], las redes de *Bragg* son también ampliamente usadas para la fabricación de sensores de temperatura y deformación. Por ejemplo el esfuerzo aplicado en forma transversal, induce birrefringencia y así longitudes de onda de *Bragg* dependientes de la polarización [45, 46]. Para redes de *Bragg* centradas en 1300 nm, se pueden lograr sensibilidades de hasta 1 pm por cada 1 $\mu\epsilon$ y/o 0,1 °C [47], lo que requiere de técnicas de demodulación especiales, entre las que se cuentan aquellas que emplean etalones e interferómetros [48, 49], entre otros.

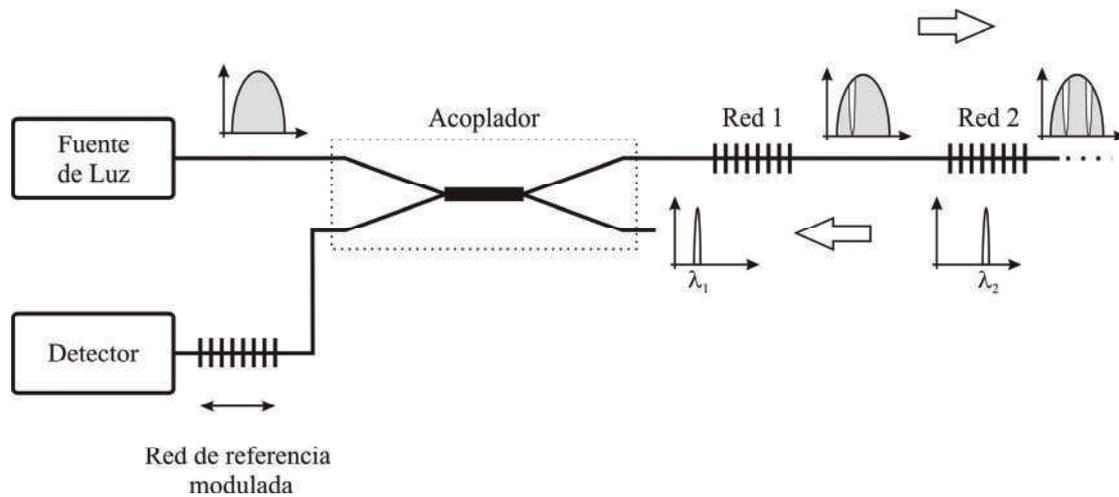


FIGURA 2.22. Esquema de un sistema de medición con redes de *Bragg* en fibra óptica.

La Fig. 2.22 ilustra un esquema usual muy conocido, en el que se emplean varias redes actuado como sensores independientes cada uno con una longitud de onda de *Bragg* diferente, en tanto que se dispone otra red de *Bragg* de referencia ubicada entre la salida del acoplador y la entrada del detector. La fuente de banda ancha es aplicada a todos los sensores que actúan con reflectores para cada una de las longitudes de onda respectivas. La respuesta de cada uno de los sensores depende de las condiciones a las que estén sujetos individualmente.

Cada red reflejará esta longitud de onda y sus correspondientes variaciones. Se puede observar de una manera sencilla como se modifica el espectro inicial de la fuente, conforme se propaga en cada red. Lo interesante de este diseño, es que cada reflexión en su contra-propagación puede atravesar las redes anteriores sin sufrir pérdidas considerables.

De esta forma, en la salida del acoplador están presentes todas las longitudes de onda correspondientes a cada sensor. Para acceder a la información de todas y cada una de ellas, puede recurrirse a un espectrómetro, en cuyo caso es posible conocer el estado de los “n” puntos de medición en simultáneo.

Esta técnica, aunque muy conveniente, no siempre es posible debido el costo elevado del instrumental. No obstante, existe otra manera de detección más ingeniosa que implica un barrido en longitud de onda dentro de la ventana de trabajo del sistema. Exige algunas consideraciones adicionales, pero es una solución mucho más económica.

Para el caso de la figura, se emplea otra red de *Bragg* como referencia que puede ser usada como sintonizador, ajustando su respuesta mediante métodos mecánicos como actuadores piezoeléctricos, tornillos micrométricos, etc. Varios trabajos e implementaciones prácticas se han logrado con esta técnica, llegando a construirse sistemas precisos de demodulación a lazo cerrado [43, 48]. A continuación se brindan dos ejemplos mostrando la versatilidad que brindan dichas redes.

a) Sensor de esfuerzo

Observando la ec. (2.24) puede comprenderse que cualquier efecto exterior sobre la red que genere un cambio en alguno de sus parámetros modifica el espectro reflejado. En razón de esto,

pueden emplearse efectivamente como sensores puntuales de esfuerzo, temperatura y presión [44, 45, 50, 51], así como filtro selectivo en longitud de onda en comunicaciones ópticas.

Este comportamiento brinda a la red de *Bragg* una gran versatilidad, permitiendo una miríada de aplicaciones. En este caso particular, en condiciones de temperatura constante, cuando es sometida a esfuerzos laterales se produce birrefringencia por efecto fotoelástico vinculada a la diferencia de los índices de refracción entre los ejes correspondientes a la dirección de aplicación del esfuerzo y su correspondiente dirección perpendicular. La separación en longitud de onda de ambas reflexiones polarizadas respecto de la posición no perturbada, es proporcional al esfuerzo aplicado.

Como ejemplo, en la Fig. 2.23 se puede observar este efecto para una red de *Bragg* sometida a esfuerzo lateral. Los valores se obtuvieron analizando la respuesta a cada perturbación en los ejes paralelo y perpendicular al esfuerzo aplicado. Los resultados están en concordancia con lo comentado en la bibliografía especializada [44], mostrando una dependencia lineal de la variación con el esfuerzo aplicado en ambas direcciones de polarización. Se observa como el eje en el que el índice de refracción disminuye es el que presenta un mayor corrimiento espectral, mientras que en el de mayor compresión es menos sensible.

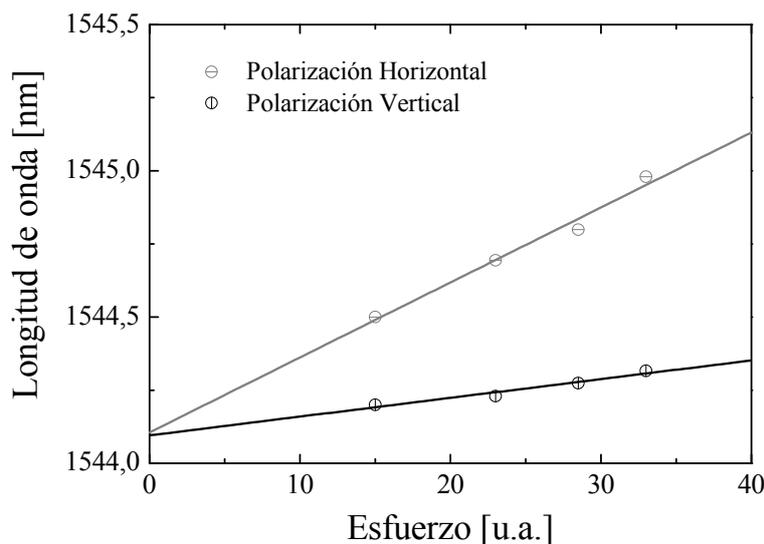


FIGURA 2.23. Corrimiento de λ_x y λ_y en una red de *Bragg* sometida a esfuerzo lateral.

Este comportamiento se puede emplear en sensores de presión en aplicaciones industriales, instrumentos meteorológicos, aviónica y comunicaciones, entre los destacados. A continuación se muestra una aplicación en la que se la utiliza como espejo para dos longitudes muy próximas y con planos de polarización ortogonales entre sí.

b) Desarrollo de un Láser de fibra sintonizable con modos polarizados

Si se dispone un medio de ganancia en conjunto con una red de *Bragg* sometida a esfuerzo lateral y otro espejo capaz de realimentar picos espectralmente separados de manera similar, puede darse lugar a una emisión láser doble manteniendo la polarización ortogonal de cada modo debido a la birrefringencia antes comentada.

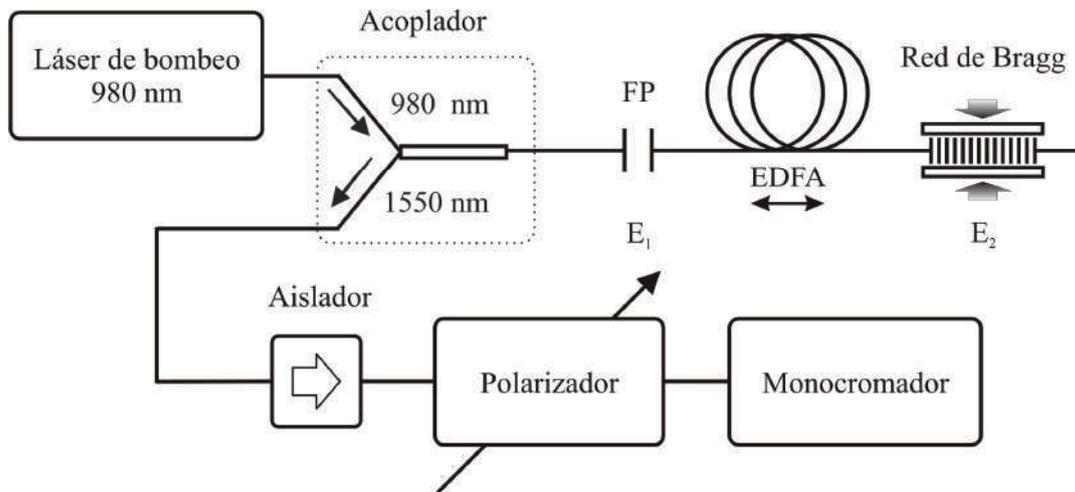


FIGURA 2.24. Esquema experimental del láser de fibra.

El esquema experimental se muestra en la Fig. 2.24. En éste caso se forma la cavidad resonante con un medio de ganancia activo entre dos espejos E_1 y E_2 que representan un interferómetro de *Fabry-Pérot* y la red de *Bragg* sometida a un esfuerzo lateral, respectivamente. El interferómetro de *Fabry-Pérot* es generado mediante dos conectores de fibra óptica con separación controlable, permitiendo ajustar así su respuesta espectral [52]. En la salida, se encuentran un polarizador, un aislador y un monocromador que constituyen el sistema de adquisición y análisis.

Con la sintonización adecuada de ambos espejos, mediante el esfuerzo aplicado a la red y la separación entre los conectores que forman el interferómetro, se logra una emisión láser que presenta dos componentes separadas con polarización ortogonal, que son discriminadas con un polarizador y analizadas seguidamente en un monocromador controlado desde una PC.

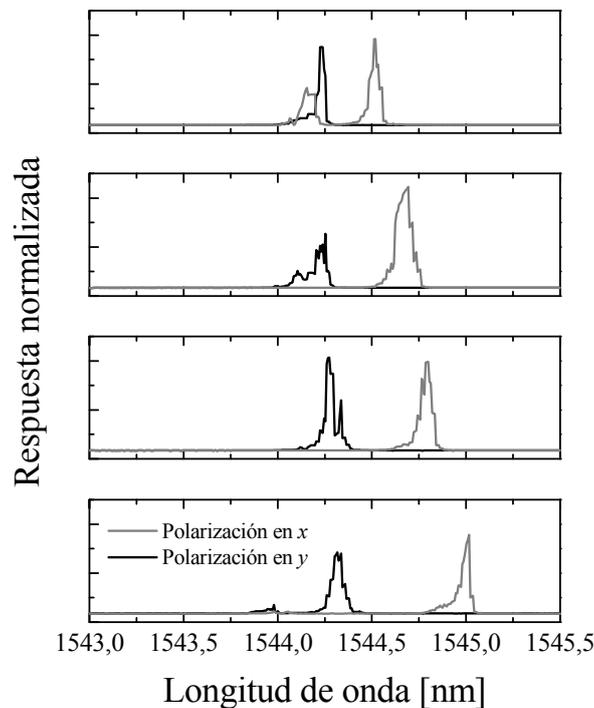


FIGURA 2.25. Emisiones láser obtenidas para valores crecientes de esfuerzo aplicado. En gris se muestran las líneas con polarización horizontal y en negro las correspondientes a la polarización vertical.

En la Fig. 2.25 se muestran las emisiones obtenidas para varias condiciones de esfuerzo aplicado, en donde se puede comprobar la doble emisión láser y los modos ortogonales de polarización. Las longitudes de onda de estas emisiones se controlan a través del esfuerzo aplicado en E2 y la distancia de separación en E1. Para cada condición de resonancia se tomaron los espectros correspondientes a los dos planos de polarización principales.

En este caso, la sintonía da lugar a una emisión estimulada que mantiene los estados de polarización impuestos por la red. A mayor presión aplicada, mayor el corrimiento de ambos modos y a su vez mayor es la separación que los vincula. Se destaca la sensibilidad del eje x , mientras que el modo correspondiente al eje transversal presenta un cambio menor para las mismas condiciones.

2.8. Comentarios del Capítulo

Como se aprecia a partir de esta resumida introducción, se disponen de muchas maneras de implementar un sensor de fibra óptica, siendo algunas mejores que otras para determinadas situaciones. Las ventajas de esta metodología son heredadas de la fibra óptica: inmunidad electromagnética, de operación segura, bajo peso, versatilidad, entre los más destacados.

En particular, y a los efectos de esta tesis, se desarrollará en el siguiente Capítulo el sensor de fibra interferométrico tipo *Fabry-Pèrot* cuya implementación en sistemas de resinas dentales constituye una de las más afianzadas técnicas logradas como fruto de este estudio.

2.9. Referencias

1. Udd E., ed. *Fiber Optics Sensors – An introduction for Engineers and Scientists*. 1991, John Wiley & Sons: USA.
2. Yu F. T. S. and Yin S., eds. *Fiber Optic Sensors*. 2002, CRC Press: USA.
3. Udd E., ed. *Fiber Optic Sensors*. SPIE. Vol. CR44. 1992: Boston, USA.
4. Snow J. W. *A fiber optic fluid level sensor: Practical considerations*. in *SPIE*. 1983.
5. Miers D. R., Raj D., and Berthold J. W., *Design and characterization of fiber optic accelerometers*. Proc. SPIE, 1987. **838**: p. 314-317.
6. Berthold J. W., Ghering W. L., and Varshneya D., *Design and characterization of a high temperature, fiber optic pressure transducer*. IEEE J. Lightwave Tech., 1987. **LT-5**: p. 1-6.
7. Rui H., Shenfang Y., Yun J., and Baoqi T., *Intrinsic microbend fiber optic sensors*, in *SPIE, The International Society for Optical Engineering*. 2002. p. 148-153
8. Corke M., Gillham F, Hu A., Stowe D.W., and Sawyer L. *Fiber optic Pressure Sensors Employing Reflective Diaphragm Techniques*. in *Fiber optic and laser sensors VI*. 1988. Boston, USA.
9. Giles I. P., Uttam D., McNeill S., and Culshaw B., *Self-Compensating Technique for Remote Optic Intensity Modulated Transducers*. SPIE Fibre Optics' 85 (Sira), 1985. **522**: p. 233-239.
10. Giles I. P., McNeill S., and Culshaw B., *A Stable Remote Intensity Based Optical Fibre Sensor*. J. Phys. E (GB), 1985. **18**(6): p. 502-504.
11. www.oceanoptics.com/products/sensors.asp, *Ocean Optics Optical Sensors*.
12. Berthold III J. W., *Industrial Applications of Fiber Optic Sensors*, Udd E., Editor. 1991. p. 414.
13. Christensen D. A. and Ives J. T. *Fiber optic temperature probe using a semiconductor sensor*. in *NATO Advanced Studies Institute*. 1987. Dordrecht, The Netherlands.

14. Woerdeman D. L. and Parnas R. S., *Model of a Fiber-Optic Evanescent-Wave Fluorescence Sensor*. Appl. Spectrosc., 2001. **55**(3): p. 331-337.
15. Udd E., *Fiber Optics Sensors – An introduction for Engineers and Scientists*. 1991, John Wiley & Sons: USA. p. 274-277.
16. Dandridge A., *Fiber optic sensors based on the Mach-Zehnder and Michelson interferometers*, in *Fiber Optic Sensors: An Introduction for Engineers and Scientists*, Udd E., Editor. 1991, John Wiley & Sons: USA.
17. Dandridge A. and Goldberg L., *Current-induced frequency modulation in diode lasers*. Electron. Lett., 1982. **18**(7): p. 302-304.
18. Marfal L. A. P., Leao J. V. F., Nader G., Silva E. C. N., Higuti R. T., and Kitano C., *Analysis of Linearity and Frequency Response of a New Piezoelectric Flexensional Actuator Using a Homodyne Interferometer and the J1-J4 Method*, in *Instrumentation and Measurement Technology Conference, Proceedings of the IEEE*. 2005. p. 1048 - 1053.
19. Sheem S. K., Giallorenzi T. G., and Koo K., *Optical techniques to solve the signal fading problem in fiber interferometers*. Appl. Opt., 1982. **21**(4): p. 689-693.
20. Dandridge A. and Tveten A., *Thermal phase compensation in fiber-optic interferometers*. J. Lightwave Tech., 1984. **2**(2): p. 73- 75.
21. Cole J., Danver B., and Bucaro J., *Synthetic-heterodyne interferometric demodulation*. IEEE J. Quantum Electron., 1982. **18**(4): p. 694-697.
22. Corke M., Kersey A. D., and Jackson D. A., *All Fibre Michelson Thermometer*. Electron. Lett., 1983. **19**(13): p. 471-473.
23. Tsuda H., Koo J. H., and Kishi T., *Detection of simulated acoustic emission with Michelson interferometric fiber-optic sensors*. J. Mater. Sci. Lett., 2001. **20**(1): p. 55-56.
24. Yuan L., Yang J., Liu Z., and Sun J., *In-fiber integrated Michelson interferometer*. Opt. Lett., 2006. **31**(18): p. 2692-2694.
25. Post E. J., *Sagnac Effect*. Rev. Mod. Phys., 1967. **39**: p. 475.
26. Arditty H. J. and Lefevre H. C., *Sagnac Effect in Fiber optic Gyroscopes*. Opt. Lett., 1981. **6**(8): p. 401-403.
27. Ulrich R. and Johnson M., *Fiber-ring interferometer: polarization analysis*. Opt. Lett., 1979. **4**(5): p. 152-154.
28. Ulrich R., *Fiber-optic rotation sensing with low drift*. Opt. Lett., 1980. **5**(5): p. 173-175.
29. Kintner E. C., *Polarization control in optical-fiber gyroscopes*. Opt. Lett., 1981. **6**(3): p. 154-156.
30. Fredricks R. J. and Ulrich R., *Phase error bounds of fibre gyro with imperfect polariser/depolariser*. Electron. Lett., 1984. **20**(8): p. 330-332.
31. Peng G. D. and Chu P. L., *Optical Fiber Hydrophone Systems*, in *Fiber Optic Sensors*, Yu F. T. S. and Yin S., Editors. 2002, Marcel Dekker, Inc.: USA. p. 417-447.
32. Day G. W., Rochford K. B., and Rose A. H. *Fundamentals and problems of fiber current sensors*. in *Intl. Conf. Optical Fiber Sensors*. 1996. Sapporo, Japan.
33. Ning Y. N., Liu T. Y., and Jackson D. A., *Two low-cost robust electro-optic hybrid current sensors capable of operation at extremely high potential*. Rev. Sci. Instrument., 1992. **63**(12): p. 5771-5773.
34. Ning Y. N., Wang Z. P., Palmer A. W., Grattan K. T. V., and Jackson D. A., *Recent progress in optical current sensing techniques*. Rev. Sci. Instrument., 1995. **66**(5): p. 3097-3111.
35. Blake J. N. and Rose A. H. *Fiber-Optic Current Transducer Optimized for Power Metering Applications*. in *IEEE T&D meeting*. 2003. Dallas, USA.
36. Bohnert K. M., Gabus P., and Brändle H., *Highly accurate fiber optic dc current sensor with flexible large-diameter sensing coil*, in *Conf. on Lasers and Electro-Optics/International Quantum Electronics Conference and Photonic Applications Systems Technologies*. 2004.
37. Bohnert K. M., Brändle H., and Frosio G. *Field test of interferometric optical fiber high voltage and current sensors*. in *10th Int. Conf. Optical Fiber Sensors*. 1994. Glasgow, United Kingdom.

38. Terai K., Ikuta S., Mizutani Y., Takahashi M., and Noda H. *Practical optical current transformer for gas insulated switchgear using silica optical fiber*. in *12th Intl. Conf. Optical Fiber Sensors*. 1997. Williamsburg, VA.
39. Takahashi M., Noda H., Terai K., Ikuta S., and Mizutani Y., *Optical current sensor for gas insulated switchgear using silica optical fiber*. *IEEE Trans. Power Delivery*, 1997. **2**(4): p. 1422–1428.
40. Ball G. A., Meltz G., and Morey W. W., *Polarimetric heterodyning Bragg–grating fiber laser*. *Optics Lett.*, 1993. **18**: p. 1976.
41. Dunphy J. R., Meltz G., Lamm F. P., and Morey W. W. *Multifunction, distributed optical fiber sensor for composite cure and response monitoring*. in *Fiber optic smart structures and skins III*. 1990. San Jose, USA.
42. Morey W. W. *Distributed fiber grating sensors*. in *7th Intl Conf. Optical Fiber Sensor 1990*. Sydney, Australia.
43. Morey W. W., Meltz G., and Glenn W. H. *Bragg-grating temperature and strain sensors*. in *6th Intl. Conf. Optical Fiber Sensors 1989*. Paris, France: Springer-Verlag.
44. Gafsi R. and El-Sherif M.A., *Analysis of Induced-Birefringence Effects on Fiber Bragg Gratings*. *Optical Fiber Technology*, 2000. **6**(3): p. 299-323.
45. Zhang A. P., Guan B. O., Tao X. M., and Tam H. Y., *Experimental and theoretical analysis of fiber Bragg gratings under lateral compression*. *Opt. Comm.*, 2002. **206**(1): p. 81-87.
46. Noriega S., Arenas G., and Duchowicz R., *Efectos de polarización en redes de Bragg de fibra óptica sometidas a esfuerzo lateral*. *An. AFA*, 2005. **17**: p. 123-126.
47. Kersey A. D., Davis M. A., Patrick H. J., LeBlanc M., Koo K. P., Askins C. G., Putnam M. A., and Friebele E. J., *Fiber Grating Sensors*. *J. Lightwave Tech.*, 1997. **15**(8): p. 1442 - 1463.
48. Kersey A. D., Berkoff T. A., and Morey W. W. *Fiber-grating based strain sensor with phase sensitive detection*. in *European Conference on Smart Structures and Materials*. 1992. Glasgow, United Kingdom.
49. Jackson D. A., Lobo Ribeiro A. B., Reekie L., and Archambault J. L., *Simple multiplexing scheme for a fiber optic grating sensor network*. *Opt. Lett.*, 1993. **18**: p. 1192.
50. Duchowicz R., Russo N. A., Sicre E., and Andres M. V., *Q-switching of an erbium-doped fibre laser modulated by a Bragg grating fixed to a piezoelectric*. *J. of Opt. A: Pure & Appl. Opt.*, 2003. **5**: p. S216-S220.
51. Zhao Y. and Ansari F., *Quasi-distributed fiber-optic strain sensor: principle and experiment*. *Appl. Opt.*, 2001. **40**(19): p. 3176-3181.
52. Arenas G., Noriega S., Russo N., and Duchowicz R., *Estudio de las propiedades de un sensor de fibra óptica tipo Fabry-Pèrot*. *An. AFA*, 2004. **16**: p. 78-81.

CAPITULO 3

Sensores Interferométricos: *Fabry-Pèrot* y *Fizeau*

En el Capítulo anterior, se hizo una introducción a distintos tipos de sensores basados en fibra óptica y algunos de sus diseños y aplicaciones. En general, los sensores de fibra han generado un alto interés en diversos campos en virtud de sus numerosas ventajas. Así por ejemplo, son utilizados en refinerías, plantas químicas, de generación de energía y en otros ambientes peligrosos, dado que no ofrecen riesgos aún operando en áreas donde puedan existir agentes tóxicos o explosivos. Pueden operar en condiciones de temperaturas extremas y dada su inmunidad a interferencias electromagnéticas, son apropiados para utilizarse cerca de fuentes de alta tensión.

El carácter dieléctrico de la fibra hace que estos sensores eliminen los problemas derivados de la puesta a tierra o descargas eléctricas. Asimismo toleran altas concentraciones de hidrógeno y ambientes corrosivos, soportan fuertes vibraciones, son extremadamente sensibles y de gran ancho de banda.

Dado que estos dispositivos son livianos y de pequeño tamaño, su aplicación resulta apropiada en áreas como la industria aeroespacial o la automotriz [1-3]. Además, es posible multiplexar las mediciones de un gran número de sensores para realizar control de procesos industriales.

El potencial del interferómetro de *Fabry-Pèrot* (*F-P*) en fibra óptica es ampliamente conocido por la precisión sub-micrométrica que brinda en operación, en aplicaciones como medición de temperaturas [4], de presión, desplazamiento o vibraciones [5-8]. Su uso está muy difundido en aplicaciones tales como micrófonos ópticos [9], filtros [10], medición de espesores [11], y aquellas más complejas como fuentes láser sintonizables [12].

Cuando la fineza de una cavidad *Fabry-Pèrot* elaborada con componentes de fibra óptica es baja (normalmente menor que 5), o la longitud de la cavidad formada por las superficies de los elementos reflectantes (superficie espejada, cara cribada de fibra, etc.) es mucho mayor que el diámetro del núcleo de la fibra utilizada (de manera que solo el primer orden del haz reflejado por el final de la fibra y una pequeña parte del haz de primer orden transmitido que es retro-reflejado por el segundo elemento reflectante acoplado nuevamente en la fibra, contribuyen a generar la señal de interferencia), el dispositivo puede ser apropiadamente denominado Interferómetro *Fizeau* extrínseco.

Debido a la simpleza de este interferómetro, numerosas aplicaciones fueron concebidas a lo largo de los años, tanto para la industria como para el área biomédica [13-15].

Nos centraremos en dos versiones generadas en fibra de este interferómetro de tipo extrínseco funcionando en reflexión, discutiendo resultados y medidas concretas realizadas en forma experimental a lo largo del desarrollo de estos estudios.

3.1. Modelo Teórico

Un dispositivo *Fabry-Pèrot* puede ser considerado como un filtro que opera por interferencia de múltiples haces reflejados y transmitidos por un par de superficies reflectantes. A diferencia de otros interferómetros, como el de *Michelson* o *Mach-Zehnder*, no requiere de haces de referencia específicos.

La Fig. 3.1 presenta en forma esquemática una cavidad genérica de longitud d , formada entre dos interfases con coeficientes de reflexión r_1 y r_2 , y coeficientes de transmisión t_1 , para las ondas que se transmiten al segundo medio y t'_1 , para el caso opuesto (dado que solamente lo estudiamos en reflexión no es necesario considerar la transmisión de la segunda interfase). En este caso el índice de refracción n_1 es mayor a $n_0 \approx 1$, suponiendo que el medio que llena la cavidad es aire.

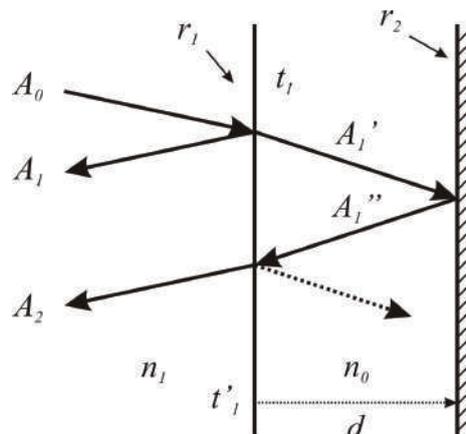


FIGURA 3.1. Esquema para la deducción teórica de una cavidad de interferencia de múltiples haces entre dos superficies genéricas con coeficientes de reflexión y transmisión r_1 , r_2 y t_1 , respectivamente.

Sea una onda incidente A_0 que incide en la cavidad en forma prácticamente normal a la superficie generando una sucesión de haces reflejados y transmitidos, de los cuales se consideran solamente A_1 y A_2 , tal como se muestra en la Fig. 3.1.

Inicialmente, asumiendo que no hay absorción, el haz incidente A_0 es en parte reflejado (A_1) por el final de la fibra, y en parte transmitido a la interfase de aire (A_1') según

$$\begin{aligned} A_1 &= r_1 A_0 \\ A_1' &= t_1 A_0 \end{aligned} \tag{3.1}$$

Dicho haz se propaga difractándose hasta ser reflejado por el segundo espejo y acoplado nuevamente a la fibra de origen

$$A_2 = r_2 t_1 t'_1 A_0 \sqrt{\beta} \cdot e^{i\varphi} \quad (3.2)$$

El argumento φ de esta modulación tiene en cuenta el desfase producido por la diferencia de camino recorrido por los diferentes haces y se define como

$$\varphi = \frac{4\pi n_0 d}{\lambda} \quad (3.3)$$

donde n_0 es el índice de refracción del medio en la cavidad (por ser aire, en general $n_0 \approx 1$), λ es la longitud de onda de trabajo y d la distancia entre las superficies de la cavidad. El parámetro β , conocido como eficiencia del acople óptico, es igual a [16]:

$$\beta = \frac{1}{1 + \left(\frac{d}{k\omega^2}\right)^2} \quad \text{con} \quad \begin{cases} \omega = \frac{a}{\ln(v)} \\ k = \frac{2\pi n}{\lambda} \end{cases} \quad (3.4)$$

dependiendo de la distancia de la cavidad d , del radio del núcleo de la fibra óptica a , de la longitud de onda λ y de la frecuencia normalizada v .

En este caso, donde se emplea fibra monomodo, puede aceptarse como válida la suposición de propagación *gaussiana* dentro del núcleo, de forma que ω sea la cintura del haz coincidente con el radio de la fibra a [17]. La Fig. 3.2 muestra gráficamente este significado.

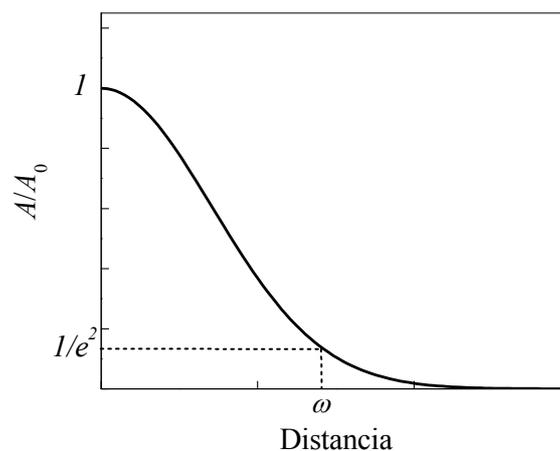


FIGURA 3.2. Cintura de un haz con perfil *gaussiano* que se propaga dentro de una fibra monomodo. Corresponde con una distancia radial para la cual el valor de la amplitud decae a e^{-1} .

En base a las condiciones del caso, basta considerar la contribución de los dos primeros términos, es decir

$$A_R = A_1 + A_2 + \dots \approx \sqrt{R_1} A_0 + \sqrt{R_2} (1 - R_1) \sqrt{\beta} A_0 \cdot e^{i\varphi} \quad (3.5)$$

en las que se ha considerado que

$$\begin{aligned} r_1^2 &= R_1 \\ r_2^2 &= R_2 \\ t_1 t_1' &= 1 - r_1^2 = 1 - R_1 \end{aligned} \quad (3.6)$$

Tomando en cuenta la intensidad I_R como la parte real de la siguiente expresión

$$I_R = A_R \cdot A_R^* \quad (3.7)$$

se llega a

$$I_R = I_0 \left[R_1 + R_2 (1 - R_1)^2 \beta + 2\sqrt{R_1 R_2 \beta} (1 - R_1) \cos\varphi \right] \quad (3.8)$$

que puede expresarse más simplemente como

$$I_R = I_0 [a + b \cos\varphi] \quad (3.9)$$

con a y b siendo

$$\begin{aligned} a &= R_1 + R_2 (1 - R_1)^2 \beta \\ b &= 2\sqrt{R_1 R_2 \beta} (1 - R_1) \end{aligned} \quad (3.10)$$

A fin de llegar a una expresión normalizada de la transferencia se puede plantear la siguiente relación

$$\frac{I_R}{I_{medio}} = \frac{I_0 [a + b \cos\varphi]}{I_0 [a + b]} = \frac{a}{a + b} + \frac{b}{a + b} \cos\varphi$$

donde el valor medio de la ec. (3.9) es

$$I_{medio} = I_0 [a + b] \quad (3.11)$$

$$\frac{I_R}{I_{medio}} = \frac{a}{a + b} \left[1 + \frac{b}{a} \cos\varphi \right] \Rightarrow \frac{I_R}{I_N} = \frac{I_R}{I_{medio} \left(\frac{a}{a + b} \right)} = 1 + \frac{b}{a} \cos\varphi \quad (3.12)$$

y recuperando los valores de a y b (ec. (3.10)), se tiene:

$$\frac{I_R}{I_N} = 1 + \frac{2\sqrt{R_1 R_2 \beta} (1 - R_1)}{R_1 + (1 - R_1)^2 R_2 \beta} \cos \varphi \quad (3.13)$$

El contraste de la señal obtenida con este interferómetro, está dado por un parámetro conocido como *visibilidad*, que describe la calidad de las franjas producidas por el sistema, siendo definida inicialmente por *Michelson*, como:

$$V = \frac{I_{m\acute{a}x} - I_{m\acute{i}n}}{I_{m\acute{a}x} + I_{m\acute{i}n}} \quad (3.14)$$

donde $I_{m\acute{a}x}$ e $I_{m\acute{i}n}$ son los valores de la intensidad máximo y mínimo contiguos de las franjas. En este caso:

$$V = \frac{2\sqrt{R_1 R_2 \beta} (1 - R_1)}{R_1 + (1 - R_1)^2 R_2 \beta} \quad (3.15)$$

La Fig. 3.3 muestra un sistema de franjas de interferencia típico de estos dispositivos, en el que se señalan estos valores de a pares y con un tono distinto.

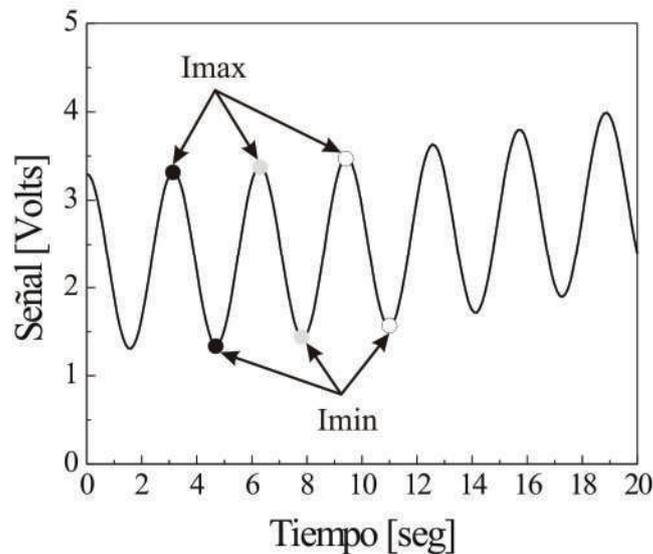


FIGURA 3.3. Puntos para el cálculo de la *Visibilidad* a partir de la ec. (3.14).

3.2. Interferómetro de Fizeau: calibración de un sistema de desplazamiento micrométrico

Como hemos mencionado, un interferómetro de *Fizeau* que actúa por reflexión, puede ser generado utilizando los haces generados en el extremo de una fibra óptica y una superficie reflectante que cierra la cavidad. Dicho instrumento presenta tres características muy atractivas:

- ❶ En comparación con un F-P, es un sensor fácil de multiplexar junto a otros similares [18].
- ❷ La cavidad interferente es extrínseca, y se genera acercando el extremo del conector a la superficie de interés. En esta configuración el sensor en sí, es extremadamente simple y fácil de implementar en prácticamente cualquier situación. No obstante, deben tenerse los recaudos necesarios para proteger la calidad óptica del conector, que puede verse atacada por las particularidades del entorno.
- ❸ Otros parámetros (relacionados más bien con la fuente de luz), son su potencia óptica y longitud de coherencia, que definen el rango de trabajo total del dispositivo, pues: a mayor nivel de potencia de entrada, mayor rango útil de trabajo y sensibilidad y a mayor longitud de coherencia, mayor distancia pueden recorrer los haces sin perder su nivel interferente.

En la mayoría de los casos (estudio de la contracción de polímeros), la cavidad se generó enfrentando un conector de fibra óptica ($R_I \cong 0,04$) contra un material de elevada reflectividad (aproximadamente igual a $R_2 = 1$). Por ello, la ecuaciones (3.13) y (3.15) se reducen a

$$\frac{I}{I_i} = 1 + \frac{2 \cdot \sqrt{R_I \beta} (1 - R_I)}{[R_I + \beta]} \cos(\varphi) \quad (3.16)$$

$$V = \frac{2 \cdot \sqrt{R_I \beta} (1 - R_I)}{[R_I + \beta]} \quad (3.17)$$

En este caso particular, si $R_I = \beta$, V es máxima ($V \approx 1$). Podemos representar la *visibilidad* considerando que $R_I = 0,04$ cumpliéndose la reflexión de *Fresnel* (ver ec. (3.30)), y el parámetro β según la ec. (3.4) con $\omega = 5,68 \times 10^{-6}$ m y $k = 4,79 \times 10^6$ 1/m (correspondiente a un valor $\lambda = 1,31$ μ m y núcleo de $a = 5$ μ m).

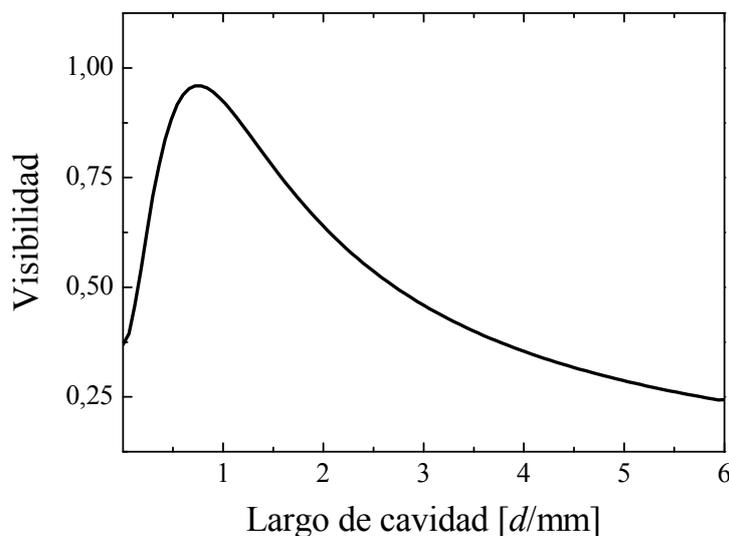


FIGURA 3.4. Visibilidad teórica con $R_I = 0,04$, considerando un núcleo $a = 5$ μ m y $\lambda = 1,31$ μ m.

Esta curva, explica mejor las zonas donde el sensor presenta un rendimiento óptimo:

- Inicialmente, en ausencia de cavidad, apenas se observa una señal debido a la reflexión de las dos interfases.
- Con el aumento de la distancia se presenta una zona de corto alcance con muy buena sensibilidad hasta donde se registra el máximo ($d < 1,00$ mm), y otra de mayor rango de trabajo pero donde la sensibilidad es algo menor ($1,00$ mm $< d < 2,5$ mm).
- La última zona presenta mayor linealidad ($d > 4$ mm), pero con *visibilidad* reducida, lo que degrada la relación señal a ruido.

En definitiva, la precisión y la amplitud de la señal necesarias para una medida particular, serán los criterios comúnmente empleados para la elección de la zona de trabajo, esto es: la distancia aproximada de alejamiento a la que debe hacerse la medida.

3.2.1. Descripción del sistema

En esta sección se muestra el sensor desarrollado con sus partes constitutivas fundamentales, algunas señales típicas y una aplicación muy simple realizada para contrastar su propiedad de auto-calibración. En este trabajo, se posiciona el extremo de fibra frente a una superficie reflectante constitutiva de un módulo desplazador micrométrico, marcado en el gráfico como base móvil.

El esquema experimental básico se muestra en la Fig. 3.5 y puede apreciarse la cavidad de interferencia, que es formada entre el conector mismo y la superficie a medir. Se observa también, en forma cualitativa el efecto de la apertura numérica de la fibra óptica.

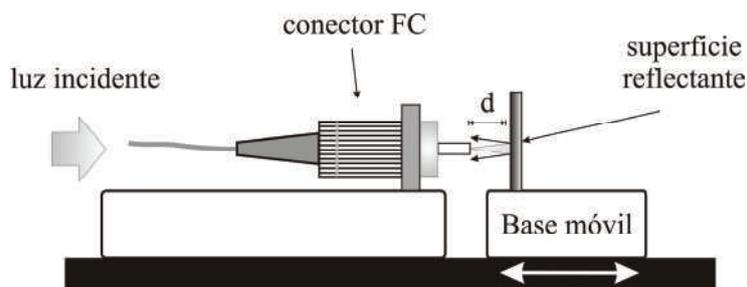


FIGURA 3.5. Detalle de construcción de la cavidad interferente *Fizeau*.

La alineación relativa con respecto a la superficie reflectante es un parámetro decisivo, ya que fuera de cierto rango muy acotado, la señal interferente se debilita notablemente [19].

En la Fig. 3.6 se muestra el esquema experimental simplificado:

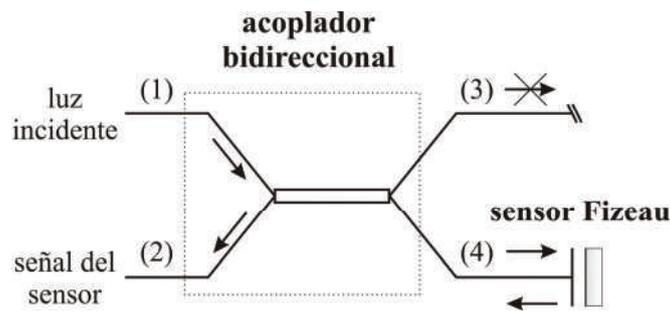


FIGURA 3.6. Diagrama esquemático del Fizeau

La luz es aplicada a uno de los brazos de entrada (1) de un acoplador direccional (*Thorlabs* 10202-50). Este dispositivo de cuatro brazos, puede trabajar tanto en 1310 como en 1550 nm con una ventana de +/-40 nm. La fuente utilizada es un láser de semiconductor en 1310 nm (*Mitsubishi* 725B8F), convenientemente alimentado con una fuente LD2000, colimado y enfocado mediante un sistema óptico (*Thorlabs* KT112).

El acoplador divide la señal ingresada por el brazo (1) al 50 % por cada uno de los brazos (3) y (4). Una parte de la radiación que incide en el *Interferómetro Fizeau* retorna, debido a la reflexión con la superficie a medir, hasta el acoplador continuando solamente por el brazo (2). A fin de evitar reflexiones espurias, la radiación del brazo (3) es enviada a un adaptador de índice de refracción.

La señal interferente comprendida entre el interferómetro y el detector de InGaAs (*Thorlabs* DET410), es pequeña por lo que debe ser acondicionada y amplificada convenientemente para llevarla a un rango de tensiones razonable para la adquisición. (Para más precisiones, puede consultarse el Apéndice 2).

En esta configuración, el interferograma típico es una curva con máximos y mínimos en función del tiempo, que deben ser procesados posteriormente (como se indica en la sección teórica), para obtener la variación de posición relativa, a través de la variación de la cavidad interferente.

3.2.2. Resultados experimentales

La Fig. 3.7 muestra el esquema real utilizado en esta aplicación del sensor.

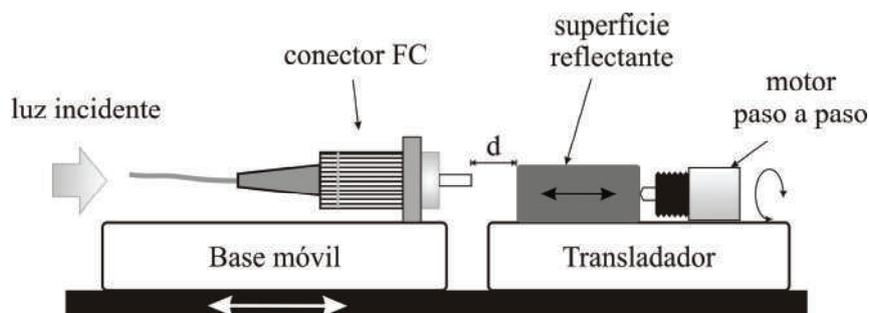


FIGURA 3.7. Diagrama esquemático del Fizeau utilizado para controlar la base de translación del Newport/Klinger UTM50PP Linear Motorized Stage.

El objetivo principal de esta medición fue calibrar un desplazador micrométrico de precisión (*Newport/Klinger UTM50PP Linear Motorized Stage*), para la determinación del paso mínimo. Este equipamiento de laboratorio controla unos desplazadores actuados con motores paso a paso, que pueden ser controlados mediante la programación del número de pasos y la velocidad con que éstos se efectúan. La especificación referida al mínimo desplazamiento no se disponía de entre las especificaciones técnicas del fabricante, por lo que utilizamos el sensor de *Fizeau*, para su calibración.

Calibración y principio de medición

En todos los casos, se emplazó el sensor enfrentado a una superficie de acero inoxidable solidaria con uno de los módulos de translación del equipo (podría tratarse de alguna parte suficientemente reflectiva de la base del trasladador en sí).

El procedimiento de preparación de la medición puede resumirse de la siguiente manera:

- ❶ Colocando el desplazador en su posición inicial, se hace un acercamiento manual del sensor, para formar la cavidad interferente todo lo que sea posible visualmente.
- ❷ Ubicación, mediante el tornillo micrométrico del sensor de *Fizeau*, para lograr un ajuste fino en el mejor rango de visibilidad.

El principio de medición, que se encuentra detallado en el Capítulo 4, se puede resumir en las siguientes ideas: la separación temporal entre dos máximos sucesivos de la señal entregada por el sensor, se corresponde con el tiempo para el cual se produce una variación de la cavidad en una distancia equivalente a $\lambda/2$ de la radiación láser empleada, es decir $0,655 \mu\text{m}$. A los fines de esta aplicación preliminar, se logró determinar el menor de los desplazamientos observable con la suficiente precisión, que generó dos máximos consecutivos.

Dicha variación correspondió a una distancia de translación generada por 13 pasos programados en la unidad de control. Posteriormente se programaron desplazamientos del doble y del triple mencionado, es decir 26 y 39 pasos respectivamente, a fin de tener una mejor estimación de la resolución espacial. La Fig. 3.8 muestra esos resultados junto con el procesamiento realizado siguiendo los lineamientos explicados más arriba.

Resultados

Recordando que para este sensor la longitud de onda empleada fue de $1,31 \mu\text{m}$, el tiempo transcurrido entre el primer y segundo máximo (podrían ser mínimos consecutivos, pero se citan estos por simplicidad visual) corresponde al tiempo en el que varía la separación entre el sensor y el trasladador una distancia de $0,655 \mu\text{m}$ (marcado en forma esquemática en cada gráfico).

Los siguientes tramos de la señal se deben procesar con cuidado para determinar con exactitud la distancia a considerar. Por ejemplo, entre un máximo y mínimo consecutivos, la distancia en la que varía la cavidad es de $\lambda/4$, es decir de $0,3275 \mu\text{m}$. Siguiendo este procedimiento, se determinó que para el primer caso (13 pasos), el desplazamiento total fue de $1,18 \mu\text{m}$.

Para el segundo y tercer caso los resultados fueron $2,62 \mu\text{m}$ y $3,78 \mu\text{m}$ respectivamente. La Tabla 3.1 detalla esta información para los tres casos.

A partir de la representación gráfica del avance en función del tiempo, se pueden hacer algunos comentarios (gráficos de la derecha de la Fig. 3.8):

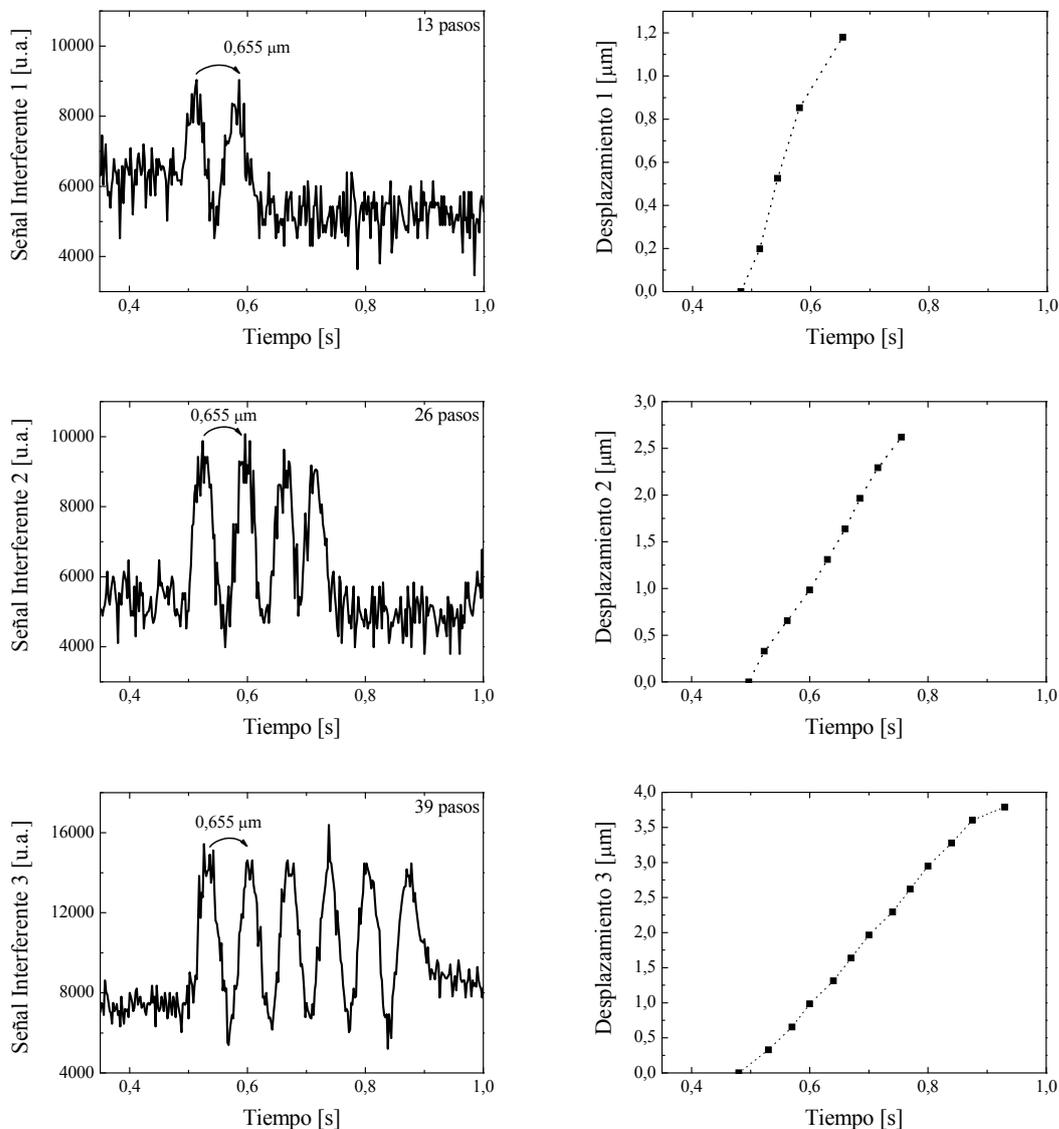


FIGURA 3.8. Interferogramas para desplazamientos de 13, 26 y 39 pasos respectivamente. Cada señal es procesada y mostrada a su derecha.

- *Perfil del avance:* El desplazamiento luce aproximadamente lineal, al menos en el rango central. Sin embargo, si nos guiamos por la recta que une cada punto, se percibe en rigor un perfil levemente sinusoidal. Esto es razonable, teniendo en cuenta que, ya sea en el comienzo del movimiento como en la detención, los mecanismos deben vencer la inercia de la base y demás resistencias accesorias.

- *Velocidad de avance:* A partir de la duración del interferograma útil, junto con el número de pasos se puede contrastar y validar la velocidad del avance. Para estas medidas ese parámetro fue programado y establecido en 100 pasos/segundo. En los valores que se consignan más abajo (ver

Tabla 3.1.), se observa que el intervalo comprendido entre el comienzo y fin de la señal interferente de la medida “1” es

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 0,621 - 0,487 = 0,134 \text{ s} \quad (3.18)$$

lo que significa una

$$velocidad \ de \ avance = \frac{n^\circ \ pasos}{\Delta t} = \frac{13 \ pasos}{0,134 \ s} = 97 \frac{\text{pasos}}{s} \quad (3.19)$$

- *Avance mínimo*: Sabiendo el número de pasos realizados y correlacionando éstos con la información disponible, se puede estimar un valor mínimo de avance. Tomando como ejemplo la señal “1”, se tiene:

$$Avance \ mínimo = \frac{\Delta x}{n^\circ \ pasos} = \frac{1,18 \mu m}{13} = 0,091 \frac{\mu m}{paso} \quad (3.20)$$

es decir que:

el avance mínimo del equipamiento es aproximadamente igual a una décima de micrón

La Fig. 3.9 muestra de un modo más resumido todas las mediciones de calibración explicadas, en un mismo gráfico. Puede observarse como la pendiente es prácticamente la misma para todos, lo que demuestra que el equipo tiene un buen rendimiento sin importar los rangos de excursión particulares. A su vez, en los rangos en que coinciden sus desplazamientos se observa buena correlación.

A fin de tener una mejor estimación del paso mínimo se pueden tomar las tres medidas y calcular el avance mínimo. La Tabla 3.1 muestra los resultados junto con un promedio.

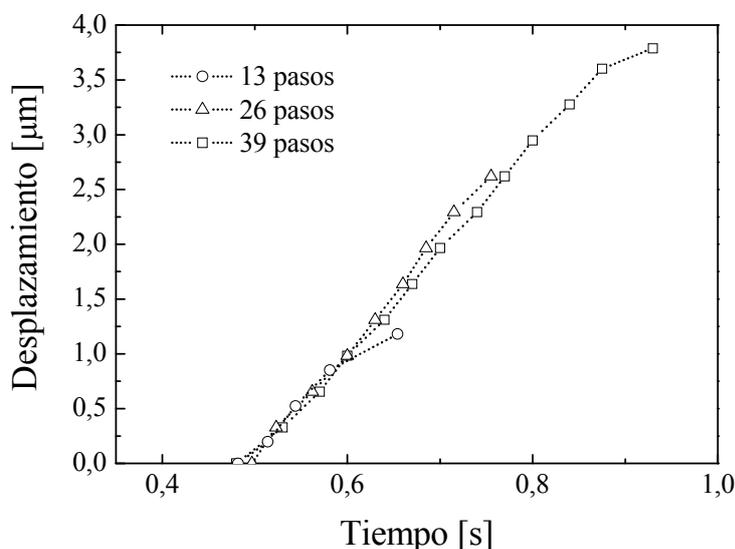


FIGURA 3.9. Superposición de las mediciones para los tres desplazamientos.

Medida	Desplazamiento Medido [μm]	Pasos	Avance [$\mu\text{m}/\text{paso}$]
1	1,18	13	0,091
2	2,62	26	0,101
3	3,78	39	0,097
Avance Promedio			0,096

TABLA 3.1. Resultados del procesamiento de las curvas de la Fig. 3.9.

3.2.3. Conclusiones

Se demuestra en forma fácil y rápida un método de calibración no invasivo, práctico y exacto. Al ser no invasivo permite una libre evolución del módulo traslacional. Su practicidad queda explicitada observando la simpleza de la medida, la cual consiste sólo en el acercamiento a alguna parte móvil con suficiente reflectividad y dentro del rango útil del sensor. La exactitud está probada, con sólo conocer la característica del láser emisor es suficiente, en nuestro caso, es posible llegar a resoluciones del orden de la décima de micrón con facilidad.

Se realizaron distintos desplazamientos, siempre en la misma dirección, ya sea en avance como en retroceso, y se correlacionaron luego con sus respectivos interferogramas grabados. En todos los casos se pudo comprobar coherencia en los valores. Adicionalmente, una vez calibrado el equipamiento, se pudo establecer el rango útil de trabajo real del sensor, impuesto por los elementos con los que se construyó, (esencialmente: el láser, el fotodetector y el sistema de amplificación asociado). Para el presente caso de estudio este rango útil se aseguró en no menor a 300 μm .

Este dispositivo podría constituir, con poco esfuerzo computacional, un controlador y compensador del equipo, o cualquier sistema de traslación de similar precisión. Esta medición es de suma importancia, y a causa de su exactitud, podría eventualmente procesarse junto a otros parámetros para determinar velocidad y aceleración de avance del módulo.

3.3. Desarrollo de un sensor Interferométrico Fabry-Pèrot de baja reflectividad pasivo

Por otro lado se utilizó un interferómetro F-P de baja reflectividad cuyas superficies reflectantes fueron las caras de dos conectores de fibra óptica, de idénticas reflectividades ($R_1 = R_2 \cong 0,04$). En la Fig. 3.10 se muestra el diseño del interferómetro construido con dos conectores de fibra óptica montados sobre dos bases móviles.

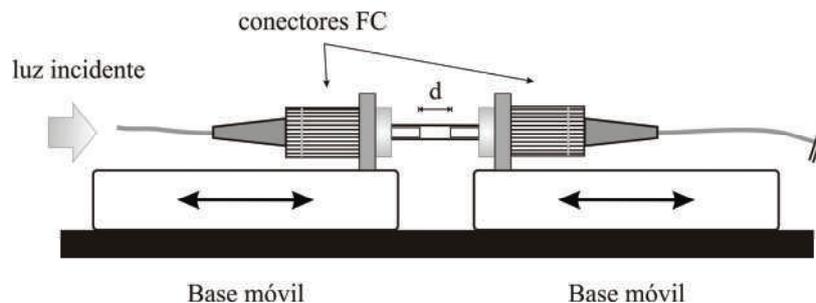


FIGURA 3.10. Detalle de construcción de la cavidad interferente *Fabry-Pèrot* extrínseca.

En este caso la cavidad está formada por un espacio entre las caras de los conectores de fibra óptica. Además están alineados de manera precisa mediante un tubo acrílico (utilizado en los acopladores mecánicos de fibra óptica), y con la posibilidad de modificar la cavidad interferente en forma mecánica mediante las bases accionadas por tornillos micrométricos, según se puede observar en la Fig. 3.11.

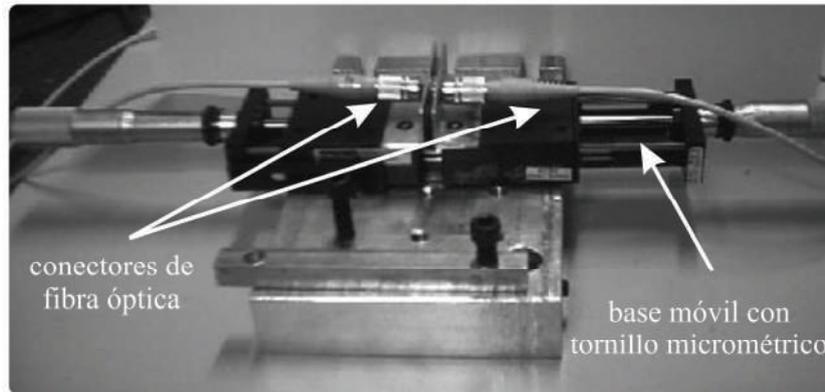


FIGURA 3.11. Sensor *Fabry-Pérot*, detalles del esquema experimental.

La intensidad reflejada por un *Fabry-Pérot* de caras reflectantes paralelas está dada en forma general por la siguiente expresión:

$$\frac{I_r}{I_i} = \frac{F \cdot \text{sen}^2\left(\frac{\delta}{2}\right)}{1 + F \cdot \text{sen}^2\left(\frac{\delta}{2}\right)} \quad (3.21)$$

esta es una expresión muy conocida en óptica: la *función de Airy* [20]. En esta ecuación δ representa la diferencia de fase de las ondas que interfieren y F es el *coeficiente de fuerza* o de *Airy* y depende de la reflectividad R de las caras:

$$F = \frac{4R}{(1-R)^2} \quad (3.22)$$

Para valores mayores de R , más agudos son los máximos espectrales. El parámetro δ en este interferómetro se calcula como

$$\delta = 2kl \cos(\theta) \quad (3.23)$$

En razón de la geometría propia para este caso, en que la incidencia del haz es perpendicular a las caras, se tiene que $\theta \approx 0^\circ$, l es el camino recorrido o distancia de la cavidad y $k = 2\pi/\lambda$ es el vector de onda. Notar que este parámetro es en definitiva, el descrito por la ec. (3.3), con índice de refracción de medio en la cavidad unitario.

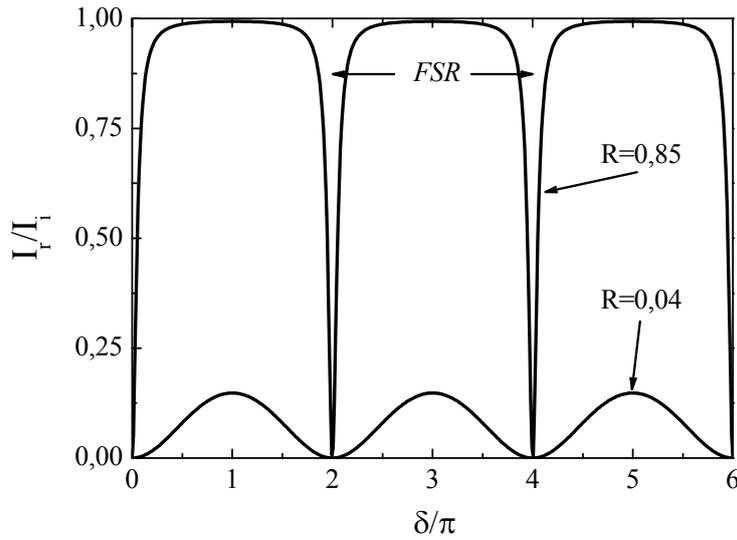


FIGURA 3.12. Función de Airy para dos reflectividades diferentes.

Como surge de la Fig. 3.12, la función presenta máximos en el espectro cuya forma y espaciamiento dependen de la reflectividad R de las caras que forman la cavidad resonante, la longitud de onda de la luz y la separación de la cavidad. De modo que una vez impuestos R y λ , la transferencia sólo depende de la separación de las caras (longitud de la cavidad) [21]. La función asume los mismos valores cada vez que el argumento $\delta/2$ cambia en un factor “ $m\pi$ ”, por lo que su respuesta en frecuencia será periódica en ese valor. Puede plantearse entonces, la siguiente relación:

$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = \frac{\delta}{\Delta\delta} \quad (3.24)$$

en donde, para una variación en δ de 2π , teniendo en cuenta la ec. (3.23), se tiene que

$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = \frac{4\pi d}{\lambda \cdot 2\pi} = \frac{2d}{\lambda} \quad (3.25)$$

donde $\Delta\lambda$ representa ahora la separación de los picos espectrales o rango espectral libre (*Free Spectral Range*), parámetro típico de estos interferómetros:

$$FSR = \Delta\lambda = \frac{\lambda^2}{2d} \quad (3.26)$$

La ec. (3.26) describe la relación entre el *FSR* y la distancia de la cavidad. En otras palabras, la medida del *FSR* o distancia entre picos espectrales permite calcular el espaciado entre las dos fibras ópticas. Despejando d es posible obtener la relación funcional con la distancia de la cavidad:

$$d = \frac{\lambda^2}{2 \cdot \Delta\lambda} \quad (3.27)$$

Esta ecuación puede ser empleada para determinar distancias, a partir del espectro generado por el sensor. Suponiendo que la incidencia es normal, despreciando efectos de absorción ($R + T = 1$) y debido a la baja reflectividad de las caras de las fibras, el comportamiento de este sensor sigue gobernado por la ec. (3.13), manteniéndose validas las ecuaciones (3.26) y (3.27).

Otros parámetros de interés, asimilados del caso clásico, son el ancho de banda a 3 dB o *FWHM* (*Full Width Half Maximum*), y su fineza \mathcal{F} , ambos tienen una expresión a partir de F (ec. (3.22)), dada por:

$$FWHM = \frac{4}{\sqrt{F}} \quad (3.28)$$

$$\mathcal{F} = \frac{2\pi}{FWHM} = \frac{2\pi}{4} \sqrt{F} = \frac{\pi}{2} \sqrt{F} \quad (3.29)$$

3.3.1. Descripción del sistema experimental

Según se muestra en el apartado anterior, para este caso, la modulación es pequeña, debido a la baja reflectividad de las caras de la fibra óptica. Siguiendo con la tendencia general, el dispositivo es operado por reflexión, de manera tal que puede ser interrogado siguiendo un esquema como el indicado en la Fig. 3.13, en el que la luz se inyecta a un acoplador por (1), para ser conducida al sensor. La suma de las amplitudes reflejadas, generadas por las caras de ambas fibras, interfieren modulando la intensidad resultante transmitida a uno de los brazos de salida (2), para su procesamiento y eventual transmisión a un lugar remoto.

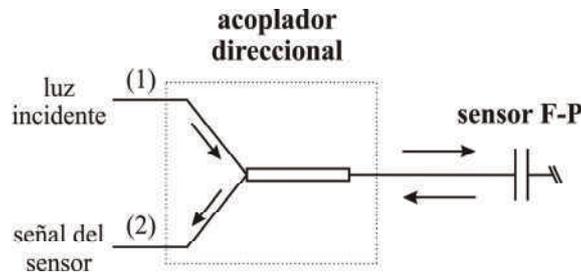


FIGURA 3.13. Disposición comúnmente empleada para interrogar al sensor *F-P*.

En particular, para esta implementación, la reflectividad en cada interfase fibra-aire y aire-fibra es $\sim 1,5$ y considerando incidencia normal la reflexión de *Fresnel* en la interfase resulta:

$$R = \left(\frac{n_t - n_i}{n_t + n_i} \right)^2 = \left(\frac{1 - 1,5}{1 + 1,5} \right)^2 = 0,04 \quad (3.30)$$

Si bien el índice de refracción del núcleo de la fibra óptica en promedio es levemente menor a 1,5, puede aproximarse sin problemas como de 4 %. O sea que las caras de fibra óptica que generan la cavidad interferente para este caso, son consideradas como espejos de muy baja reflectividad. Con este valor de R , quedan definidos los parámetros del interferómetro real:

$$F = 0,1736 \quad FWHM = 9,6 \quad \mathcal{F} = 0,654$$

3.3.2. Resultados

La Fig. 3.14 es una gráfica de la respuesta espectral del sensor descrito en la Fig. 3.12, para $d \approx 1,3$ mm, donde se observa la señal experimental, junto con una simulación teórica.

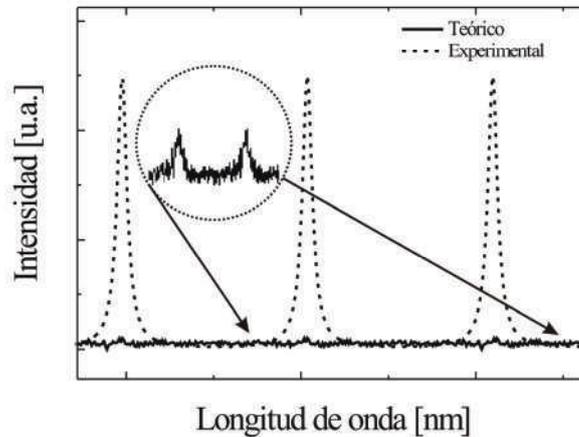


FIGURA 3.14. Respuesta espectral experimental de la cavidad lograda.

Debido a la baja reflectividad de las caras, la respuesta se ve muy empobrecida y con una mala relación señal/ruido. Una forma de mejorar el funcionamiento del sistema es mediante la inclusión apropiada de un medio de ganancia óptica, de manera de amplificar dicha señal y obteniéndose un sensor activo. A continuación se muestran los detalles de implementación, resultados y fundamentos de su funcionamiento.

3.4. Desarrollo de un sensor activo

Debido a que la modulación de la configuración descrita es muy débil para los valores de F , se agregó en el diseño una fibra dopada con Erblio (*EDFA*), que constituye un amplificador óptico con una función doble:

- generar una fuente de banda ancha para el análisis del *FP* (la cual podría observarse por transmisión).
- amplificar la radiación reflejada por el mismo para mejorar la señal.

3.4.1. Características y propiedades del sistema

Cuando el Erblio se agrega en la matriz de vidrio se ioniza triplemente (Er^{3+}) y, debido a la naturaleza amorfa del silicio, expande los niveles de energía a bandas. La ganancia es posible solo si se tienen más iones excitados que en estado cero $^4I_{15/2}$. Tal inversión de población se logra bombeando la fibra con un láser continuo a una longitud de onda adecuada. Hay más de una banda en la que este bombeo puede ser realizado, pero la más usual es la correspondiente al estado excitado $^4I_{15/2}$ a $^4I_{11/2}$ en la zona de 980 nm. En concreto se emplea un láser de semiconductor en 980 nm, desde el que puede amplificar luz en la región espectral de 1550 nm mediante una emisión

estimulada. Un detalle mayor de este mecanismo se muestra a la izquierda en la Fig. 3.15. La conversión hacia el nivel $^4I_{9/2}$ previo a la emisión se trata de una transición rápida multi-fonónica cuya duración es de apenas microsegundos, en contraste con 8 a 10 ms que dura la de emisión.

El perfil de ganancia del Erblio depende tanto del de vidrio que lo mantiene como del nivel de excitación debido a que presenta una transición de cuasi tres niveles. En la zona de 1535 nm presenta un fuerte comportamiento de 3 niveles donde precisamente exhibe pérdidas considerables (en ausencia de bombeo), pero la gran emisión para excitaciones altas permite finalmente una amplificación importante.

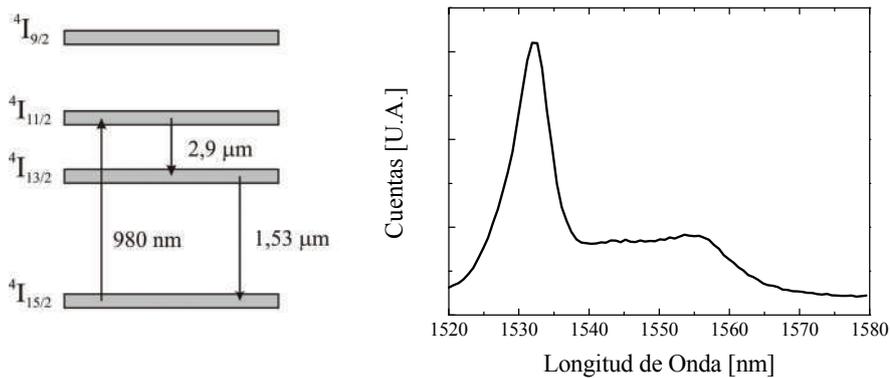


FIGURA 3.15. Algunos niveles de energía del Er^{3+} y una curva de ASE del Amplificador de Fibra dopada con Erblio.

La máxima ganancia ocurre típicamente en la región comprendida entre 1530 - 1560 nm, con un pico pronunciado en 1530 nm para niveles altos de bombeo. El nivel promedio de excitación sobre toda la fibra dopada depende finalmente del bombeo y potencia de la señal, aunque también de la extensión del tramo y la concentración del dopante. La emisión fluorescente generada en el medio también se amplifica produciendo ASE (emisión espontánea amplificada), la cual depende de los parámetros mencionados y compite en la despoblación del medio con la señal insertada.

Estos amplificadores son ampliamente utilizados en los enlaces por fibra óptica y presenta numeras ventajas frente a sus equivalentes de semiconductores. Una de sus características sobresalientes es que se trata de un amplificador totalmente óptico, que se agregar en serie con el circuito en el que se quiere generar ganancia, siendo independiente del formato de transmisión. En el área de los sensores con fibra tiene un papel vital en el desarrollo de láser en fibra, actuando como medio de ganancia [22].

Los *EDFA* como fibras en sí mismos presentan grandes pérdidas, por eso en el diseño debe llegarse a una relación de compromiso en los metros de fibra dopada a emplear, interviniendo para ello la concentración y el nivel de bombeo. La Fig. 3.15 muestra una curva de ASE del *EDFA* empleado en el sensor para mejorar la señal.

Este espectro se obtuvo bombeando el tramo con un láser en 980 nm. Se destaca el pico de ganancia máxima en 1530 nm con un ancho de banda aproximado a una decena de nm. Debe notarse también la ganancia plana que exhibe la región entre 1540 nm y 1560 nm. Un aumento en la potencia de excitación de la fibra dopada genera un aumento en la relación entre este pico y el resto de la región de ganancia a la vez que el pico se estrecha lo cual produce como consecuencia una reducción del rango de utilidad del dispositivo.

La combinación del *FP* con un *EDFA* genera un dispositivo de alta sensibilidad y precisión. Debido a la alta ganancia del medio, se produce una emisión superradiante caracterizada por una

distribución espectral de gran intensidad prácticamente discreta, por lo que la posición de los picos se halla muy bien definida.

El esquema del arreglo experimental utilizado se observa a continuación en la Fig. 3.16.

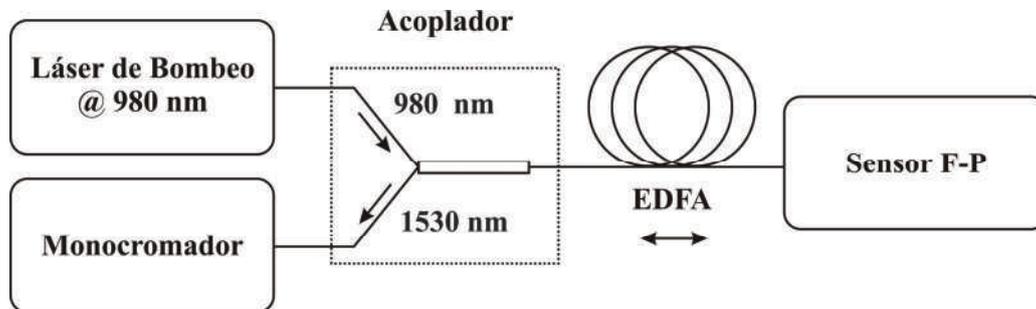


FIGURA 3.16. Arreglo experimental del sensor activo *Fabry-Pérot*.

Un láser de bombeo con emisión en 980 nm (*980 Laser Module SDLO-2564-125*) con una potencia máxima de 125 mW, se utiliza para excitar una fibra dopada con erbio de 9 metros de longitud y una concentración de 790 p.p.m. por intermedio de un acoplador WDM (980/1550).

Este dispositivo de fibra óptica permite incidir en una longitud de onda por uno de sus brazos y ser transmitido a la salida para bombear el amplificador dopado. Parte de la radiación emitida por el Erblio incide en el *FP* produciendo un patrón de interferencia (en este caso por reflexión), que retorna al acoplador luego de atravesar nuevamente el medio de ganancia.

El contenido espectral reflejado por el sensor y amplificado por el *EDFA* se encuentra alrededor de 1530 nm debido a la emisión estimulada generada en dicho pasaje (y dado el ensanchamiento homogéneo del ión en el rango espectral utilizado), modificando la distribución espectral original proveniente del *FP* y manteniendo la posición de sus máximos.

La radiación generada se analiza posteriormente mediante un monocromador CVI K-480 y un detector de Ge, controlando el barrido del mismo y la adquisición de datos desde una PC a través de un controlador GPIB.

3.4.2. Procedimiento de trabajo

Los dos conectores de fibra óptica enfrentados entre sí formando una cavidad, fueron montados sobre una base firme de manera que uno de ellos quedara fijo y el otro móvil (Fig. 3.10). La plataforma móvil fue desplazada con suficiente precisión con un paso mínimo observable de 25,4 μm , mediante un tornillo micrométrico solidario.

El procedimiento para el ajuste consta, al igual que en el caso anterior (*Fizeau*) de dos maniobras:

- 1 Un ajuste grueso de acercamiento de los conectores para anular la distancia de la cavidad. En esta etapa, una de las bases quedará fija.

- ② Asumiendo que la primera base móvil se coloca previamente con una referencia a cero, la segunda maniobra es de ajuste fino para lograr la sintonización de la cavidad. Este proceso se realiza recorriendo todo el rango útil, sirve para generar la curva de calibración e implica alejar el conector montado sobre la segunda base móvil.

En la Fig. 3.17 se muestra la respuesta de este sensor, se observan en forma conjunta los valores de calibración para distancias crecientes de la cavidad, esto es: $\Delta d = d_{final} - d_{inicial} > 0$, y algunos de los valores para los cuales $\Delta d < 0$, que fueron medidos posteriormente en retroceso, es decir disminuyendo progresivamente la cavidad.

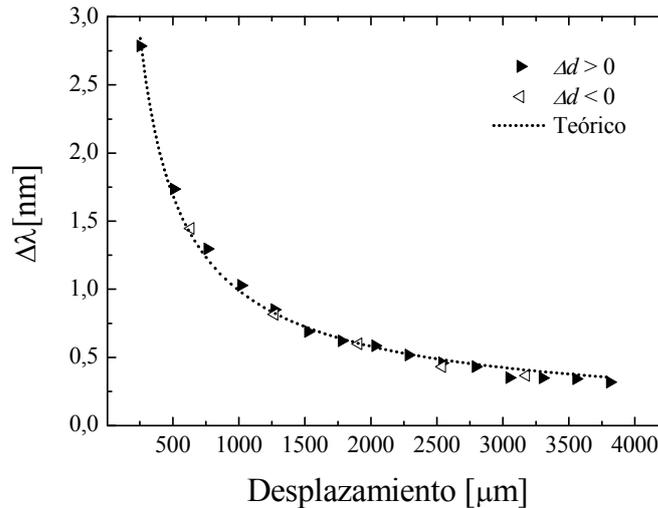


FIGURA 3.17. Comportamiento del sensor *Fabry-Pèrot* en función de la distancia d . Se muestran en detalle los valores para calibrado en avance (triángulos llenos a derechas) y en retroceso de la cavidad (triángulos vacíos a izquierdas). La línea de puntos es el ajuste teórico de acuerdo a la ec.

~~Error! No se encuentra el origen de la referencia.~~

A partir de una inspección visual, pueden señalarse algunos aspectos muy interesantes de este sensor, entre los más importantes, se pueden mencionar:

- Repetitibilidad: se observa una buena correlación entre los valores procesados y las distancias de la cavidad. Ya sea en diferentes mediciones, o mejor aún en los ciclos de ampliación como reducción de la cavidad. Esto último lo posiciona como un método confiable en la estimación de vibraciones y demás movimientos que registren variación en ambos sentidos. Al margen del eventual sistema mecánico en el que se vea implementado, el dispositivo *per se* no tiene problemas de histéresis tal como ocurre con los diferentes métodos clásicos de micro-traslación (piezoeléctricos, motores paso a paso, etc.), por lo que también constituiría un buen sensor para el control de movimientos de precisión.

- Sensibilidad: De modo particular, para este diseño, para separaciones entre 300 y 500 µm presenta una sensibilidad mejor a 0,004 nm/µm. Entre 500 y 1000 µm, la sensibilidad disminuye levemente a 0,0014 nm/µm. El tercer rango, superior a 1000 µm se observa una linealidad bien definida, aproximadamente 0,00015 nm/µm, es la zona con menor sensibilidad pero en la que puede acoplarse más simplemente a un método de conversión de unidades. (i. e.: sería una tarea simple procesar esta señal en tiempo real mediante un microprocesador y electrónica básica a partir de la medida del *FSR*). Este comportamiento está modulado por la ley dada en la ecuación (3.26), mientras que para el tramo inicial de los primeros 300 µm, el espaciado de máximos (*FSR*) se hace mayor al ancho de banda del amplificador óptico (no mayor a 10~15 nm).

- Rangos de linealidad: En concordancia con lo mencionado acerca de la sensibilidad, pueden definirse claramente tres zonas en donde es posible realizar una linealización local sin cometer gran error. Desde este punto de vista, el dispositivo es muy sensible para un primer rango de trabajo más bien acotado comprendido entre 300 y 700 μm . La segunda parte se podría establecer entre 700 y 1500 μm , de mayor extensión pero sensibilidad menor. La tercera parte comprende el mayor rango desde los 1500 a 4000 μm con la menor sensibilidad, y aceptable linealidad.

Este enfoque permite una versión elemental de sensor de desplazamiento muy atractiva, en la que debe medirse la separación de dos máximos consecutivos e ingresarlo a un procesador que calcula en función del tramo, el dato estimado.

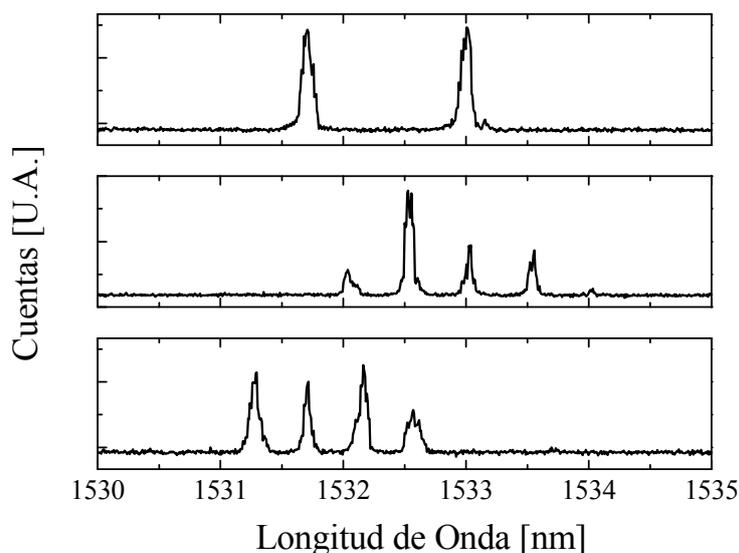


FIGURA 3.18. Curvas espectrales del sensor activo *FP*: funcionamiento para distancias de cavidades de 920 μm , 2,444 mm y 2,77 mm respectivamente (de arriba hacia abajo).

A partir de la curva de calibración, el sensor fue empleado para medir distancias de separación entre los conectores midiendo la separación de máximos sucesivos. En las curvas de la Fig. 3.18 se muestran tres mediciones de distribuciones espectrales para los casos en que la separación entre caras de los conectores fue de 920 μm , 2,444 mm y 2,77 mm respectivamente.

Los máximos espectrales producidos por el sensor resultaron de ancho de banda reducido y de alto contraste. El nivel de ruido fue despreciable de modo que no afectó los resultados de las mediciones. Además, se tomaron recaudos especiales con el objeto de minimizar efectos térmicos o vibraciones que podrían haber ensanchado los picos de la distribución. Se observa también que la región espectral de la emisión coincide con la de mayor ganancia del amplificador de fibra (véase Fig. 3.15 derecha).

3.4.3. Conclusiones

Se desarrolló un sensor activo de desplazamiento con resolución micrométrica, basado en un interferómetro *Fabry-Pèrot* de baja reflectividad y un amplificador de fibra dopada con erbio [23].

El dispositivo, de diseño simple, produjo picos de emisión superradiante cuyas longitudes de onda son dependientes de la separación del *FP*. El ancho espectral de los picos fue del orden de la décima de nanómetro. La distancia espectral entre ellos, determinada mediante un analizador de espectros ópticos, fue correlacionada con la separación real del *FP* y la simulación realizada concuerda con los resultados experimentales obtenidos.

El rango de operación quedó determinado por la región de ganancia utilizada. La separación espectral máxima de los picos correspondió a una cavidad mínima de 0,25 mm, extendiéndose a 3,5 mm, para el caso en que se verificó un solapamiento de éstos.

El esquema utilizado es válido para el desarrollo de sensores de vibraciones y esfuerzos. En función de las propiedades materiales de la cavidad podría funcionar como transductor de temperatura y presión. Incluso se podría desarrollar un micrófono óptico y hasta un sensor de campo magnético [8, 24].

Como emisor es también apropiado en el desarrollo de técnicas para *Wavelength Division Multiplexing* (WDM), de aplicación en redes de Comunicaciones de alta capacidad de transmisión de datos, donde se requiere la respuesta de un sistema a canales espectralmente cercanos. Junto a una red de *Bragg* de ancho de banda apropiado, puede generar un láser diseñado totalmente en fibra (*all-in-fiber laser*) [22].

Si se manipula la ganancia del EDFA agregando un filtro que aplane su curva de ganancia en la zona de 1530 nm, pueden obtenerse más modos resonantes y así una extensión en el rango de trabajo. La utilización de recubrimientos reflectantes sobre las caras de las fibras generaría emisiones más estrechas, obteniéndose mayor resolución en la determinación de las variaciones de posición.

3.5. Comentarios del Capítulo

Las técnicas interferométricas son muy conocidas en óptica por la precisión de sus medidas. Su desventaja generalmente radica en que su implementación, realizada con elementos “*bulk*” o discretos, presenta alta sensibilidad a variaciones espurias generadas por el medio ambiente que desalinean el sistema o generan ruido (vibraciones, variaciones térmicas, etc.).

El guiado de la luz por medio de fibras ópticas limita el efecto de agentes externos a la vez que posibilita el desarrollo de instrumentos compactos [16]. En particular, en muchas aplicaciones la simple utilización de una pequeña cabeza sensora constituida de un *Fabry-Pèrot* de baja fineza cuyo desarrollo basado en la tecnología de fibras ópticas es muy atractivo [14]. Posee la ventaja de ser simple, compacto, de bajo costo, con mínima influencia de cambios térmicos y de alta sensibilidad. Además está libre de problemas vinculados con la polarización.

En la actualidad varias empresas en el mundo están desarrollando sensores interferométricos en fibra óptica. Se puede mencionar el caso de FISO, una empresa canadiense que está dedicada al desarrollo de sensores de presión, temperatura, desplazamiento y hasta índice de refracción, basando sus diseños exclusivamente en el interferómetro de *Fabry-Pèrot* [25], en la bibliografía se puede consultar por otras empresas fabricantes de éste y otros tipos de sensores [26-28].

En los capítulos siguientes, se mostrarán más resultados obtenidos exclusivamente con el sensor interferométrico de *Fizeau* discutido inicialmente. Además se presentará un método para

tratar el problema de ambigüedad en el sentido de movimiento del sensor de *Fizeau*. En efecto, tal y como está presentado aquí, el dispositivo no detecta sentido de movimiento por lo tanto, si se desconoce el fenómeno a medir, no es posible asegurar si la medida constituye un acercamiento o alejamiento de la superficie externa respecto del sensor.

3.6. Referencias

1. Udd E., ed. *Fiber Optics Sensors – An introduction for Engineers and Scientists*. 1991, John Wiley & Sons: USA.
2. Wang G. Z., Wang A. B., Murphy K. A., and Vengsarkar A. M., *Two-mode Fabry-Perot optical fibre sensors for strain and temperature measurement*. *Electron. Lett.*, 1991. **27**(20): p. 1843-1845.
3. Dakin J. P. and Culshaw B., eds. *Optical Fiber Sensors – Applications, Analysis and Future Trends*. Vol. 4. 1997, Artech House (April 1997).
4. Sawatari T. and Tuma M., *Fabry-Perot Fiber-Optic Temperature Sensor*. NASA Tech. Brief., 1999. **23**(1): p. 34-36.
5. Yoshino T., Kurosawa K., Itoh K., and Ose T., *Fiber-Optic Fabry-Perot Interferometer and its Sensor Applications*. *IEEE J. Quantum Electron.*, 1982. **QE-18**(10): p. 1624-1633.
6. Yu F. T. S. and Yin S., eds. *Fiber Optic Sensors*. 2002, CRC Press: USA.
7. Totsu K., Haga Y., and Esashi M. *Vacuum sealed ultra miniature fiber-optic pressure sensor using white light interferometry*. in *12th Intl. Conf. Transducers, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems*. 2003.
8. Fürstenau N. and Schmidt M., *Fiber-Optic Extrinsic Fabry-Perot Interferometer vibration sensor with two-wavelength passive quadrature readout*. *IEEE Trans. Inst. & Meas.*, 1998. **47**(1): p. 143-147.
9. Fürstenau N., Horack H., and Schmidt W. *Extrinsic Fabry-Perot interferometer fiber-optic microphone*. in *IMTC/97 Instrumentation and Measurement Technology Conf.* . 1997. Ottawa, Canadá.
10. Craig D. W. and Staromlynska J., *Comparison of variable birefringence devices and Fabry-Perotetalons for use as tunable filters*. *IEEE J. Quantum Electron.*, 1990. **26**(8): p. 1440-1446.
11. Riza N. A., Sheikh M., and Perez F., *Optical substrate thickness measurement system using hybrid fiber-freespace optics and selective wavelength interferometry*. *Opt. Comm.*, 2007. **269**(1): p. 24-29.
12. Zhou J., Xia L., Dong X., and Shum P., *Discretely tunable single- and dual-wavelength fiber ring laser using a fiber Bragg gratings based Fabry-Perot filter*. *Microw. Opt. Tech. Lett.*, 2008. **50**(8): p. 2170-2173.
13. Rao Y. J. and Jackson D. A., *Prototype fibre-optic-based ultrahigh pressure remote sensor using dual-wavelength coherence reading*. *Electron. Lett.*, 1993. **29**(24): p. 2142 - 2143.
14. Rao Y. J., Jackson D. A., Jones R., and Shannon C., *Development of prototype fiber-optic-based Fizeau pressure sensors with temperature compensation and signal recovery by coherence reading*. *J. Lightwave Tech.*, 1994. **12**(9): p. 1685-1695.
15. Rao Y. J., Cooper M. R., Jackson D. A., Pannell C. N., and Reekie L., *Simultaneous measurement of displacement and temperature using in-fibre-Bragg-grating-based extrinsic Fizeau sensor*. *Electron. Lett.*, 2000. **36**(19): p. 1610-1612.
16. Grattan K. T. V. and Meggitt B. T., eds. *Optical Fiber Sensor Technology Fundamentals*. 2000, Kluwer Academic Publishers: USA.
17. Cibula E. and Donlagic D., *In-line short cavity Fabry-Perot strain sensor for quasi distributed measurement utilizing standard OTDR*. *Opt. Express*, 2007. **15**(14): p. 8719-8730.

18. Rao Y. J., Wang X. J., Zhu T., and Zhou X., *Demodulation algorithm for spatial-frequency-division-multiplexed fiber-optic Fizeau strain sensor networks*. Opt. Lett., 2006. **31**(6): p. 700–702.
19. Andres M. V., Tudor M. J., and Foulds K. W. H., *Analysis of an Interferometric optical fibre detection technique applied to silicon vibrating sensors*. Electron. Lett., 1987. **23**(15): p. 774–775.
20. Born M. and Wolf E., *Principles of Optics*. 7th ed. Cambridge University Press. 1999, United Kindom.
21. Childress M. J., *The Fabry-Perot Interferometer*. MIT Department of Physics, 2004.
22. Noriega S., Arenas G., and Duchowicz R., *Efectos de polarización en redes de Bragg de fibra óptica sometidas a esfuerzo lateral*. An. AFA, 2005. **17**: p. 123-126.
23. Arenas G., Noriega S., Russo N., and Duchowicz R., *Estudio de las propiedades de un sensor de fibra óptica tipo Fabry-Pèrot*. An. AFA, 2004. **16**: p. 78-81.
24. Oh K. D., *Optical Fiber Fabry-Perot Interferometer based Sensor Instrumentation System for Low Magnetic Field Measurement*, in *Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University*. 1997.
25. www.fiso.com.
26. www.smartec.ch.
27. www.omnisens.ch.
28. www.rjcenterprises.net.

CAPITULO 4

Aplicación del Interferómetro *Fizeau* al análisis de procesos de contracción en polímeros

En este capítulo, se abordará una de las principales aplicaciones que dan basamento al desarrollo de esta Tesis Doctoral: la medición de la contracción de resinas poliméricas. Se estudió la contracción de resinas de fotocurado, las cuales son ampliamente usadas en odontología como materiales de obturación.

Cabe destacar que la principal desventaja de las resinas de fotocurado en comparación con las amalgamas tradicionales, es la alta contracción que experimentan las primeras durante la polimerización. Esto se traduce en la formación de microgrietas y tensiones residuales en la interfaz resina/pieza dental [1-3], lo que da lugar a la formación de caries reincidentes. Esto ha dado lugar a una investigación continua en el campo de los materiales tendiente a encontrar formulaciones con niveles de contracción inferiores a los de las resinas disponibles en la actualidad.

En general, la reacción de polimerización es de naturaleza exotérmica, originando un aumento en la temperatura del material durante el curado. Por lo tanto, la contracción que tiene lugar debido a la reacción de polimerización se superpone a una expansión o contracción volumétrica debida a los cambios térmicos de calentamiento y enfriamiento que experimenta el material. En las resinas compuestas, con 50 - 70 % en volumen de partículas de relleno (fundamentalmente cuarzo), los efectos del aumento de temperatura son parcialmente atenuados. Sin embargo, en los estudios de caracterización de nuevas formulaciones de monómeros, la contracción se mide en la resina sin refuerzo. En estos casos particulares, la contracción asociada a efectos térmicos de calentamiento y enfriamiento deben tenerse en cuenta durante el curado.

Como se ha mencionado en Capítulos precedentes, las ventajas de un sensor de fibra tipo *Fizeau* están constituidas por su pequeño tamaño, simplicidad y robustez, bajo costo, mínima sensibilidad por entrecruzamiento a la temperatura y, dentro del grupo de los interferómetros que elimina mayormente los problemas de polarización que poseen los demás [4, 5]. En razón de esto, se planteará la aplicación del sensor de fibra óptica tipo *Fizeau* en la medición y análisis de las contracciones y de los procesos térmicos que tienen lugar en materiales fotopolimerizables durante el curado.

Los resultados que se mostrarán incluyen primero los de materiales de restauración dental de tipo comercial, con los que fue posible un contraste y evaluación de la técnica a partir de resultados probados y conocidos por otras vías. Posteriormente se presentarán los resultados correspondientes a las medidas de contracción polimérica en resinas BIS-GMA en etapa de diseño en laboratorio y, adicionalmente un método para la estimación del coeficiente de expansión térmica,

brindando información relevante para entender mejor la cinética que se genera detrás de estos complejos procesos.

En todos los casos, las técnicas convencionales disponibles no proveían suficiente precisión en la estimación de estos parámetros. Además, esta técnica posee una excelente resolución intrínseca, y provee información continua en el tiempo.

4.1. Contracción polimérica - Mecanismo de fotopolimerización en cadena

El término “Fotopolimerización o Fotocurado” involucra los procesos a través de los cuales, una resina de bajo peso molecular (monómero), se transforma por acción de la luz en un material sólido (polímero) (Fig. 4.1).

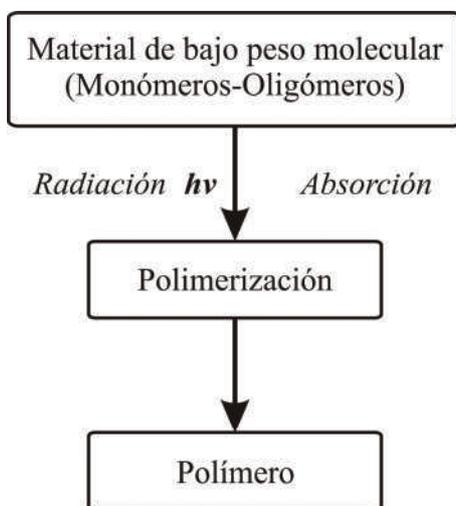
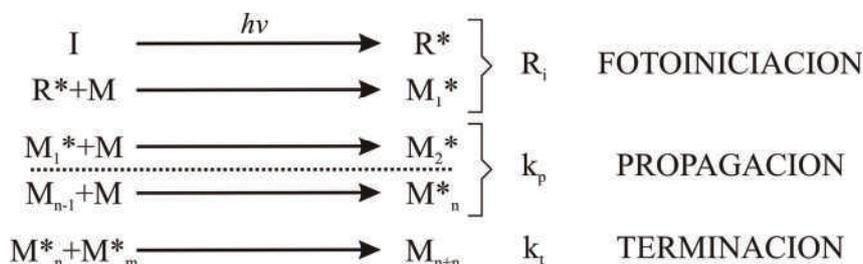


FIGURA 4.1. Esquema del proceso de fotopolimerización.

El mecanismo de polimerización de los monómeros estudiados en la presente Tesis se esquematiza a continuación:



En donde M representa una molécula de monómero, I es el iniciador y R* el correspondiente radical libre iniciador. La velocidad de iniciación está representada por R_i, en tanto que k_p y k_t son las constantes de propagación y terminación respectivamente.

La resina a polimerizar contiene un compuesto fotoiniciador, el cual absorbe radiación y pasa a un estado excitado dando lugar a la formación de radicales libres R^* . Estos radicales atacan al doble enlace olefínico iniciando el proceso de propagación en el cual las moléculas de monómero M se adicionan a cadenas M^*_n . Eventualmente, cadenas conteniendo n y m unidades de monómero terminan dando lugar a una cadena de $n+m$ unidades de monómero. En el proceso de polimerización se produce una reducción de 10-15 % en volumen por cada molécula de monómero que se adiciona a las cadenas de polímero. Este valor depende del tipo de monómero en particular.

Las resinas compuestas de fotocurado se presentan como un único componente que consiste en una mezcla de monómeros y un sistema fotoiniciador. El monómero más utilizado en la preparación de resinas de uso dental es el (2,2-bis(p-(2-hidroxi,3-metacriloxipropoxi)fenil)propano). Debido a su elevada viscosidad, se usa en combinación con monómeros diluyentes como el trietilenglicoldimetacrilato (TEGDMA), con el fin de lograr una adecuada fluidez del material en las aplicaciones prácticas.

El fotoiniciador más ampliamente utilizado es la Camforquinona (CQ) que exhibe un espectro de absorción con longitud de onda predominante en 467 nm; de esta manera, la reacción de polimerización se inicia mediante la exposición de las resinas a la luz azul (en la banda de los 440 nm a 470 nm). La CQ se usa en combinación con una amina terciaria (co-iniciador) de manera que la irradiación del sistema CQ/amina conduce a la formación de amino-radicales, los cuales inician el proceso de polimerización del material. En esta parte del trabajo, se utilizaron dos co-iniciadores de diferente reactividad: Dimetil-aminoetil-metacrilato (DMAEMA), y 4-Etil-Dimetil Aminobenzoato (EDMAB). En el Apéndice 3, se cuenta con una descripción de todos estos componentes.

La fuente de curado, se seleccionó de manera de obtener el mayor solapamiento posible entre el espectro de adsorción del iniciador con el espectro de emisión de la lámpara. Existen muchas alternativas comerciales, pero las más eficientes y modernas son aquellas en las que se emplean uno o más LED visibles, cuyo espectro de emisión obtiene el máximo de superposición con el de distribución del absorción de la CQ. En la Fig. 4.2 se muestran los espectros de absorción de CQ y de emisión de los Led empleados en estos trabajos.

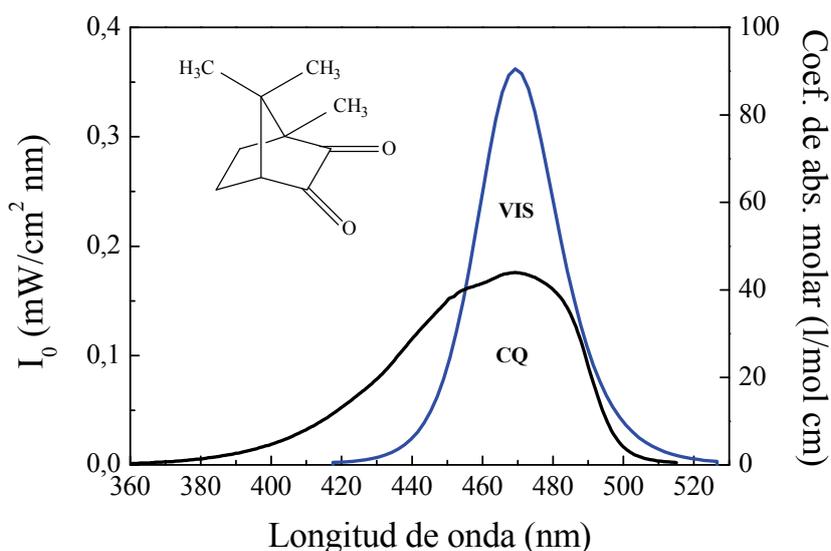


FIGURA 4.2. Irradiancia de la luz de la Unidad Led Visible, y coeficiente de extinción molar de la CQ. El valor. El valor de ϵ para la CQ es de $42 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. En el borde superior izquierdo: molécula de CQ.

4.2. Técnicas utilizadas en la medición de contracción de materiales fotopolimerizables

Varias técnicas han sido aplicadas para la caracterización de la contracción [6-8], basados en general en dos enfoques: dilatometría volumétrica y no volumétrica. Por otro lado, el cambio en la densidad y volumen del compuesto han sido evaluados por dilatometría [9-11] o picnometría gaseosa [12].

El uso de dilatómetros de mercurio es empleado para todo el proceso de la reacción de curado, se trata de un dispositivo de vidrio constituido por un bulbo lleno de mercurio donde se coloca la muestra, conectado a un capilar calibrado. De esta forma, los cambios de volumen del sistema se registran midiendo la altura del líquido en el capilar. Requiere una compensación térmica para evitar mediciones erróneas debido a la expansión/contracción del propio líquido del dispositivo.

Las mediciones de variaciones en el volumen de la resina mediante transductores tipo *strain-gauge* son también muy usadas pero solamente se pueden registrar los cambios en el material luego que este ha alcanzado el estado sólido y la técnica no brinda información durante la etapa inicial de la polimerización [13, 14].

Las mediciones dilatométricas no volumétricas, son usualmente unidimensionales y emplean transductores que en algunos casos requieren contacto directo con la muestra. Entre ellos se incluyen el linómetro, un arreglo en el que la muestra se coloca entre dos discos de vidrio, se aplica la irradiación a través de uno de ellos, en tanto que la contracción se evalúa midiendo el desplazamiento del otro disco libre [1, 15]. Asimismo, la técnica de “*bonded-disk*” es similar a la anterior, excepto que el disco libre es flexible, deformándose y generando un desplazamiento proporcional a la contracción que puede ser monitoreado por distintos métodos.

En estos dos ejemplos es muy común el uso de *Linear variable differential transformers* (LVDT), que requieren un contacto físico con el material para efectuar la medición [14]. A su vez, deben tenerse los recaudos necesarios para elegir una muestra de diámetro y espesor adecuados para garantizar los resultados.

Las principales desventajas de los métodos descriptos se deben a que no siempre brindan información para todo tiempo, son de naturaleza invasiva, sensibles a los efectos térmicos y en muchos casos son costosos.

Las técnicas ópticas con elementos discretos, tales como la de “*laser beam scanning*”, ya han sido empleadas [2, 16-18], plantean mejor resolución y parecen ser más adecuadas para el monitoreo de la contracción por polimerización. Las técnicas interferométricas, ya sea a través de óptica discreta o bien por fibra óptica monomodo, son bien conocidas por su precisión [19]. La principal ventaja provista por estos sistemas esta dada por su auto-calibración intrínseca, que provee un medio muy sensible para seguir desplazamientos del orden de una fracción de la longitud de onda de la fuente usada como prueba.

Experiencias de interferometría láser han sido recientemente empleadas para medir la variación del espesor de compuestos durante la polimerización [20], pero han sido implementadas con elementos de óptica discreta muy sensibles a variaciones térmicas del ambiente, así como a vibraciones del entorno.

En esta línea de trabajo, hemos implementado la aplicación del sensor interferométrico de *Fizeau* en fibra óptica, para caracterización de la contracción polimérica de resinas comerciales y de

diseño en laboratorio. Este sensor fue presentado en el Capítulo anterior, por lo que ahora se discutirán aplicaciones particulares de esta técnica para determinar cambios volumétricos y térmicos que ocurren durante los procesos de foto-polimerización, más en concreto: el porcentaje de contracción lineal de diferentes compuestos utilizados en la odontología medido en función de la irradiación de la muestra y de su espesor.

4.3. Metodología propuesta

La técnica básica consiste en formar la cavidad de interferencia entre el conector de fibra óptica y la superficie libre de la resina dispuesta en unos moldes o probetas especialmente diseñados para este fin. En primer lugar se hará una breve presentación del sensor en lo referente a como se implementó para estas mediciones.

Con este esquema en claro, se mostrarán las señales de interferencia típicas del sensor, así como se hará una descripción de los pasos fundamentales para su interpretación en la estimación de la contracción polimérica.

En la Fig. 4.3 se muestra un diagrama en bloques del dispositivo experimental utilizado para todas las aplicaciones de este Capítulo. La radiación incidente en (1) es dividida en una proporción 50/50 hacia los brazos de salida (3) y (4). La salida (3) no se utiliza por lo que se la sumerge en un gel adaptador de índice para eliminar la reflexión en la interfase.

La reflexión desde el brazo restante (4) es guiada parcialmente hacia el brazo (2), donde se detecta la señal modulada proveniente del interferómetro para luego amplificarla, acondicionarla y adquirirla para su procesamiento.

En el Apéndice 2 se cuenta con detalles y especificaciones todo el sistema así como detalles de su funcionamiento.

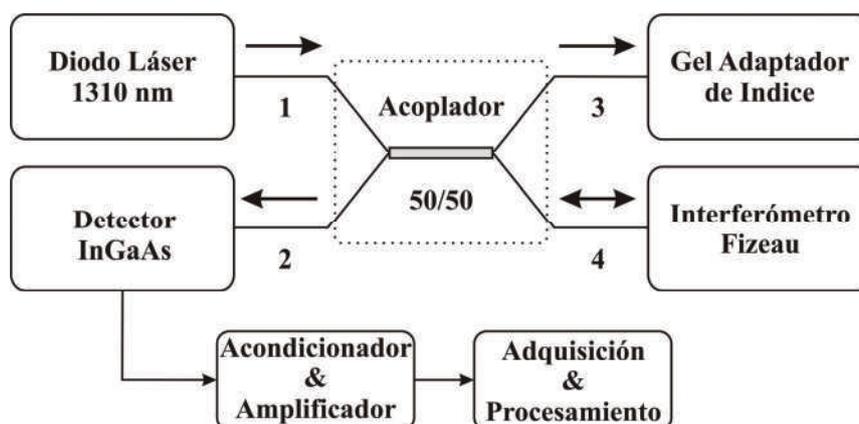


FIGURA 4.3. Diagrama en bloques del sistema de medición.

4.3.1. Esquema experimental

En todas las medidas realizadas se empleó un esquema que varía considerablemente del presentado en el Capítulo 3, debido a las características del material que se quiere caracterizar. Sin embargo el principio de funcionamiento y su procesamiento son los mismos. La Fig. 4.4 muestra en detalle el posicionamiento vertical del sensor por sobre un molde o probeta que contiene las resinas.

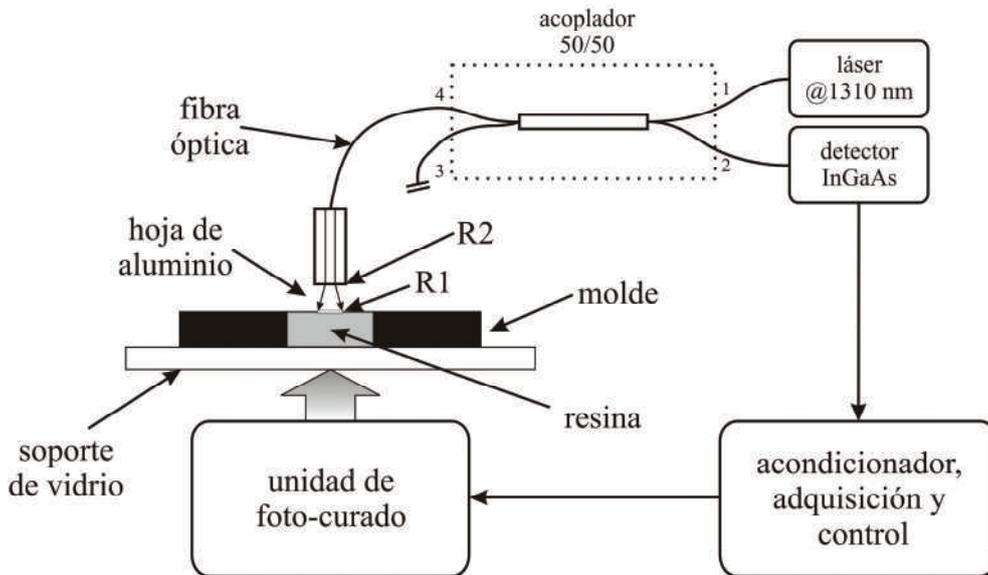


FIGURA 4.4. Detalle experimental para mediciones de contracción en resinas de fotocurado

Los moldes o probetas hechas de anillos de aluminio (o goma, según se aclare posteriormente en cada caso), son adheridos sobre placas de vidrio dispuestas en una base horizontal, cuyo plano es regulable por medio de dos tornillos micrométricos. Además, esta base tiene la característica de tener una sección circular calada en su centro, permitiendo el paso de la luz desde la parte inferior (Fig. 4.5.a).

De esta forma, el fotocurado se realizó incidiendo por la parte inferior del arreglo experimental mostrado, con una fuente formada por LEDs con una longitud de onda central en 465 nm de potencia y tiempo de irradiación regulables. Todo el control de la irradiación y adquisición se hizo en forma remota mediante una PC y *software* desarrollado en *Qbasic* (códigos disponibles en el Apéndice 2).

El espesor de la muestra fue fácilmente determinado, en primera aproximación, por los anillos empleados contra los que se enrasó el material luego de su aplicación previa al fotocurado. Y una vez curado, mediante micrómetros de laboratorio.

Este dispositivo, como todos los de tipo interferométrico, es muy sensible al entorno razón por la cual todo el esquema debe ser montado en una mesa aislada de vibraciones, o comúnmente llamada mesa de holografía.

Para una mejor calidad de señal, se dispuso una delgada lámina de aluminio sobre la superficie de la resina sin polimerizar. El agregado de este elemento no alteró las mediciones, sin embargo, una vez emplazado sobre la superficie, fue necesario esperar un tiempo prudencial para

dejar que se acomode en el material, aún en estado viscoso. Una vez comprobada la estabilidad, observando un nivel de señal continua en el tiempo, se iniciaron las mediciones.

La Fig. 4.5.b es una fotografía del dispositivo antes de realizar una medida de contracción. Se puede apreciar la “*punta de prueba sensora*” que es simplemente, como se mencionaba anteriormente, el conector de fibra proveniente del acoplador montado en una base desplazable con un tornillo micrométrico para una aproximación fina y precisa, que en este caso se ubica en la parte superior del montaje.

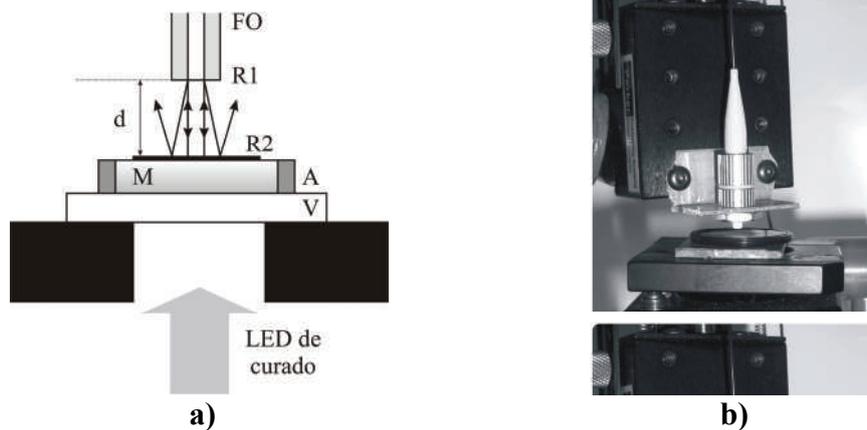


FIGURA 4.5. a) Vista en detalle del sensor y la muestra. **FO:** fibra óptica monomodo; **R₁:** reflexión desde el extremo de la fibra; **R₂:** reflexión desde la lámina de Aluminio; **M:** muestra del polímero; **d:** separación del interferómetro; **V:** sustrato de vidrio; **A:** molde de contención. b) fotografía del esquema real.

Con esta disposición, puede determinarse la evolución de contracción debido a que conforme la resina polimeriza, se contrae y con ello aumenta la cavidad interferente. A continuación se explica el tipo de señales de estas mediciones y como deben interpretarse para deducir los perfiles de contracción.

4.3.2. Metodología de cálculo, procesamiento de las señales

En la Fig. 4.6 se muestra un típico interferograma tal como se lo adquiere desde el sensor. Para este caso, corresponde al fotocurado de una resina comercial muy conocida (3M Filtek - Z250), en una probeta de 0,6 mm de espesor a partir de $t=20$ s con una potencia óptica de 7 mW y longitud de onda central de emisión en 465 nm. La flecha indica el momento en que se comenzó a iluminar la muestra. La irradiación por parte del LED no presentó transiciones ni demoras con respecto a la señal de alimentación.

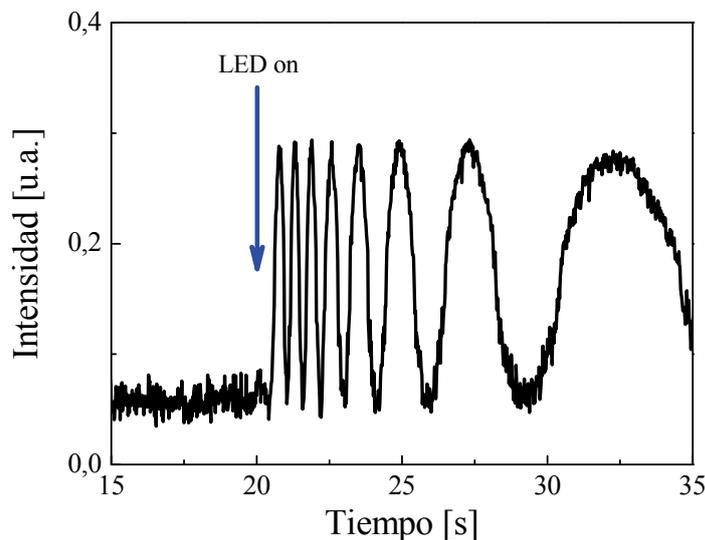


FIGURA 4.6. Señal interferométrica obtenida del fotocurado de Z250 en una probeta de 0,6 mm en función del tiempo.

Como puede observarse, el interferograma presenta una serie de máximos y mínimos sobre un nivel de intensidad continua. Algunos detalles resultan de sumo interés:

- ❶ En primer lugar la ausencia de señal alterna previo al inicio del curado. Eso demuestra que la superficie de la resina se encontraba en reposo y sin movimiento alguno.
- ❷ En segundo lugar, debido a que la señal no variaba previo al curado, puede verse una demora entre el momento que se enciende la lámpara y el inicio de la contracción (aproximadamente 0,5 s después de iniciado el curado para este caso). El fundamento principal es que las resinas contienen un compuesto inhibidor que impide la polimerización durante el almacenamiento. Por este motivo, la polimerización no comienza inmediatamente luego de la exposición a la luz sino luego que todo el inhibidor se ha consumido. El tiempo que transcurre entre la irradiación de la muestra y el comienzo de la polimerización se conoce como tiempo de inducción y depende de la reactividad del sistema fotoiniciador y del volumen de la muestra.
- ❸ En tercer lugar, se destaca la variación en el período de la señal detectada, lo cual brinda una idea acerca de la velocidad de polimerización. A partir de que la excitación del LED es establecida, la modulación de la señal se observa con una demora de hasta 3 s, dependiendo de la muestra utilizada.

Este ejemplo es representativo de la totalidad de las mediciones realizadas. Es importante destacar que, para las constantes de tiempos de todos los procesos, no se registra prácticamente retardo desde el momento de encendido del LED hasta que alcanza su nivel máximo de potencia correspondiente a la corriente de operación.

En ciertas ocasiones, se obtuvo una leve variación (en más o menos) del valor de señal continua. Este fenómeno es debido a que en el proceso de polimerización la cavidad formada por el material y la fibra puede desalinearse dinámicamente, afectando así la cantidad de luz que se acopla efectivamente. Este desajuste es muy difícil de prever, esencialmente porque es consecuencia de la polimerización. Sin embargo los puntos clave de la señal usualmente siguen siendo identificables, permitiendo procesar sin mayores problemas las curvas de contracción. La curva obtenida en la adquisición debe ser procesada para obtener la información de la contracción temporal de las probetas.

En la Fig. 4.7 se sintetizan las ideas básicas que guiarán los resultados subsiguientes. Para ejemplificar los lineamientos del procesamiento, se muestra un intervalo comprendido entre $t = 19$ s y $t = 22$ s del interferograma de la Fig. 4.6. Como se desprende del Capítulo 3, la señal de salida del sensor varía su intensidad entre dos puntos homólogos (i.e.: entre dos máximos consecutivos, o dos mínimos consecutivos), siempre que la distancia entre la resina y el extremo de la fibra varíe en una distancia igual a $\lambda/2$.

No obstante, también es válido considerar que la intensidad variará entre un máximo y un mínimo consecutivos (flechas de trazo punteado), y se correlacionan con un incremento de $\lambda/4$ que se debe acumular en forma progresiva. Los valores exactos que dan lugar a la curva de contracción pueden consultarse en la Tabla 4.1, vale recordar que para nuestra aplicación, la longitud de onda coherente empleada es de $1,31 \mu\text{m}$, por lo que $\lambda/4 = 0,3275 \mu\text{m}$.

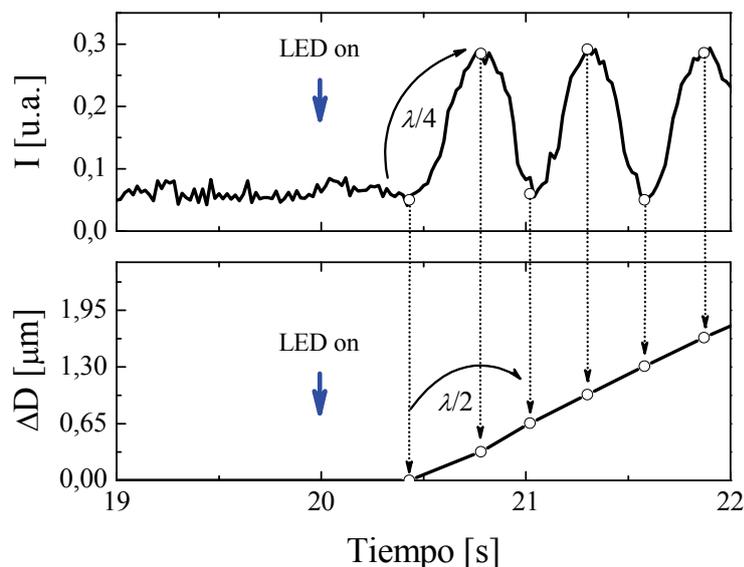


FIGURA 4.7. Detalle del procesamiento para el intervalo de inicio del fotocurado de resina Z250 (mostrado en forma completa en la Fig. 4.8).

t [s]	ΔD [μm]
20,43	0,0000
20,78	0,3275
21,02	0,6550
21,3	0,9825
21,58	1,3100
21,87	1,6375

TABLA 4.1. Puntos extraídos del interferograma de la Fig. 4.6 para el cálculo de contracción absoluta.

Según el interferograma, no se registran variaciones en la cavidad, sino hasta $t = 20,43$ s. La experiencia indica que en este punto clave, donde comienza la medición, la señal puede aumentar o disminuir yendo hacia un máximo o mínimo de interferencia. En ciertos casos como el presentado, antes de comenzar la contracción la señal coincide con un mínimo de interferencia. Sin embargo pueden registrarse algunas diferencias de una medición a otra, debido a que este nivel de señal permanente dependerá de la distancia relativa de la cavidad, de modo que la señal inicial puede tomar cualquier valor comprendido entre el mínimo y máximo de interferencia en cada caso.

Dado que la señal inicial coincide con un mínimo, se facilitan notablemente los cálculos pues a partir de este punto cada extremo marca una variación de la cavidad de $0,3275 \mu\text{m}$. De igual modo, para un cálculo más aproximado y simple, entre puntos homólogos, este cambio se corresponde con $0,655 \mu\text{m}$ y así sucesivamente. Para aquellas situaciones en las que el valor inicial de señal corresponda a algún valor intermedio, puede computarse el valor real desde el inicio del movimiento hasta el primer punto extremo. Esto puede realizarse por inspección visual de la ubicación relativa, o simplemente en forma proporcional como un submúltiplo a determinar de la longitud de onda.

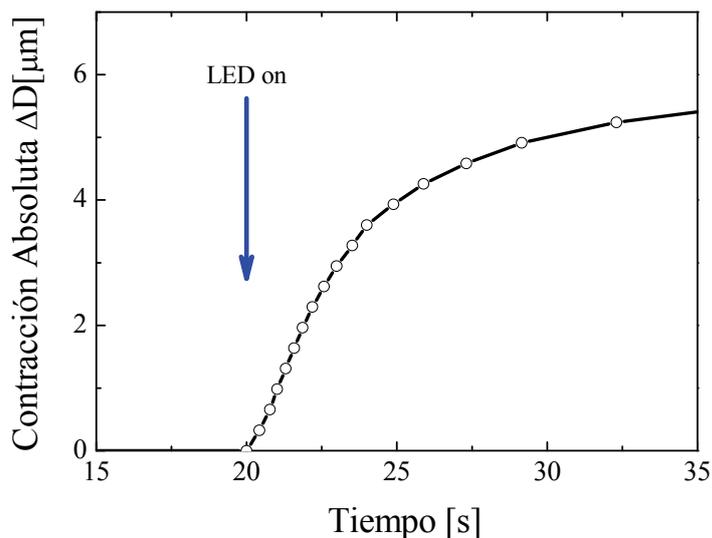


FIGURA 4.8. Contracción de resina Z250, obtenida a partir de la señal interferométrica de la Fig. 4.6.

La Fig. 4.8 muestra el resultado final del procesamiento de la señal interferente. Es una curva típica de contracción polimérica en la que existen dos pendientes diferentes. Inicialmente hay una demora relacionada con el inicio del proceso de polimerización. Posteriormente se observa un

tramo en el que la contracción tiene máxima pendiente, correspondiente a la máxima velocidad de polimerización y consecuente contracción polimérica. Finalmente la evolución de la contracción comienza a disminuir debido a que la matriz vitrifica, dificultando el encuentro de las diferentes cadenas de polímeros en formación (ver Capítulo 5).

En base al esquema empleado y el tipo de molde, puede representarse la contracción de una manera cualitativa, a partir de la geometría indicada en la Fig. 4.9.

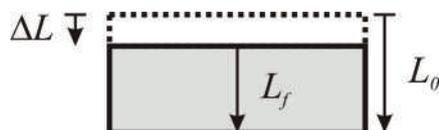


FIGURA 4.9. Esquema de probeta, con sus dimensiones relevantes, antes y después de la fotopolimerización.

En donde el espesor inicial L_0 , se calcula como el espesor final L_f , medido con un micrómetro de laboratorio ($\pm 2\%$) luego de la polimerización, más la contracción absoluta calculada en el procesamiento ΔL . En muchos casos, interesa conocer la contracción porcentual o relativa en lugar de la contracción absoluta. En éstos, debido a la geometría de la probeta, la contracción puede aproximarse como

$$\text{Contracción [\%]} = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100\% \quad (4.1)$$

Esta forma de determinar la contracción porcentual, es empleada en las medidas que se presentan a continuación.

4.4. Resultados de las medidas de contracción

En esta sección se presentan los resultados procesados como se describe en el punto anterior. Las mediciones se realizaron con dos tipos de resinas de fotocurado diferentes: unas comerciales de comportamiento conocido y otras nuevas de diseño en laboratorio. Necesariamente se comenzó a estudiar todo el sistema con las comerciales, tradicionales y bien caracterizadas. La intención fue contrastar los resultados del sensor con los ya aceptados mundialmente, obtenidos mediante otras técnicas mencionadas (ver introducción).

Posteriormente se abordó el estudio de nuevas resinas desarrolladas en laboratorio, las cuales no podían ser evaluadas con los métodos convencionales. Los resultados sobre estos materiales son más interesantes y brindan una clara justificación de la utilización del sensor interferométrico de *Fizeau*.

Ambas presentan un elemento en común: el foto-iniciador (CQ), pero las resinas de laboratorio tienen formulación conocida, mientras que las comerciales tienen lo que comúnmente se llama “carga” de materiales micro y nanométricos (tamaño promedio de partícula de aproximadamente $0,6\ \mu\text{m}$), que le confieren mayor dureza, menores efectos de contracción y calentamiento durante el curado. Además permiten controlar las diversas tonalidades propias de cada esmalte dental.

Para el fotocurado se emplearon fuentes de dos tipos diferentes de lámparas: para las medidas de resinas comerciales, una lámpara similar a las de uso odontológico (LED Ultralume 2, Ultradent USA, 410 - 490 nm, 400 mW/cm²), con la opción de controlar el tiempo de irradiación en intervalos de 10, 20 y 40 s y con menor potencia de trabajo. En tanto que para las resinas de laboratorio, a fin de tener una mayor versatilidad en las mediciones, se diseñó una fuente con un LED de alta potencia centrado en 465 nm, de forma tal que pudiera controlarse la potencia y el tiempo de exposición. Además, por razones prácticas, esta fuente puede ser disparada en forma remota, para evitar vibraciones y ruidos espurios en su activación manual, que afectarían al interferómetro durante la medición.

Las resinas empleadas en este caso fueron las FILTEK™ 3M Z250 y P60, ambas de amplio uso en odontología y cuyas características están bien definidas y contrastadas por otros métodos [3, 20, 21]. Z250 es un restaurador universal, en tanto que P60 está indicada para la parte posterior de la boca. La consistencia de estas resinas es similar a la de una masilla y para su aplicación en la probeta se emplea una espátula, procurando un cuidadoso relleno del volumen a curar. Según especificaciones del fabricante, la fotopolimerización debe realizarse en capas no mayores a dos milímetros para que resulte eficiente.

La apariencia final es muy semejante a la de una pieza dental. En rigor, uno de los objetivos a lograr por estas empresas es el diseño de un material de fácil aplicación y modelado, atóxico, de rápido endurecimiento y que en su estado final tenga las mismas propiedades mecánicas y térmicas para evitar problemas de sensibilidad y roturas prematuras.

4.4.1. Análisis de resinas comerciales P60 y Z250

Para este caso, fueron fotopolimerizadas muestras en probetas con espesores comprendidos entre 0,25 y 2,0 mm. El tiempo de curado estimado por el fabricante es de 20 s (sin superar capas de 2 mm de espesor), sin embargo se tomaron adquisiciones de 60 s para observar la cinética de polimerización con mayor detalle y asegurar resultados ostensibles, debido a que la potencia óptica empleada en la fuente de curado fue considerablemente menor a la que se utiliza en un tratamiento odontológico normal y además,. Hechas estas consideraciones, se muestra a continuación (Fig. 4.10.a) el resultado de mediciones realizadas con P60, en probetas con espesores entre 0,25 mm y 2,0 mm.

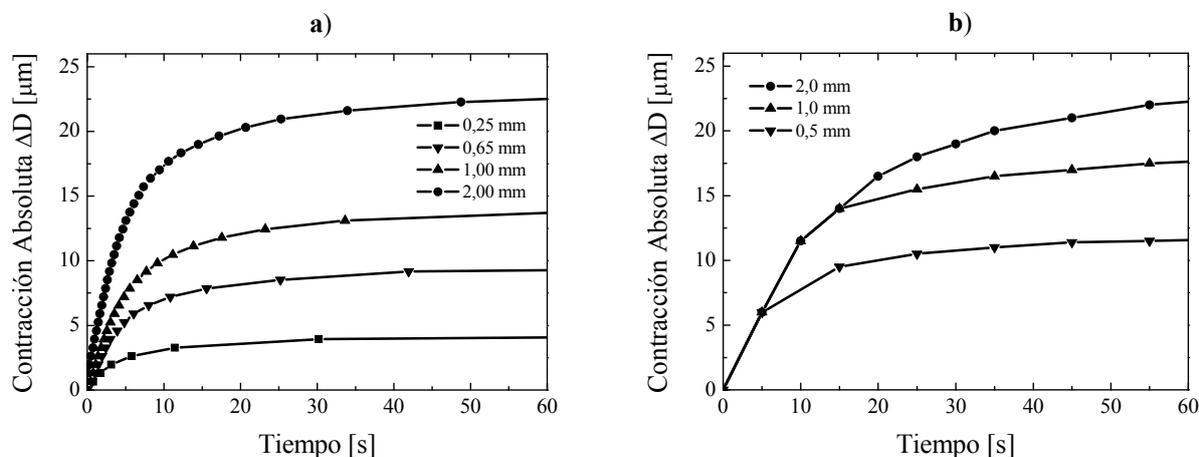


FIGURA 4.10. a) Señal obtenida luego de iluminar muestras de diferentes espesores en función del tiempo para P60. b) Curvas de contracción equivalentes para la misma resina, obtenidas por otra técnica [22].

La Fig. 4.10.b muestra resultados de contracción equivalentes realizados con una técnica mecánica en la que se emplea una celda de carga junto con un transductor tipo *LVDT* para evaluar los desplazamientos [22]. La resina utilizada es la misma que en nuestro trabajo, para espesores de 2 mm, 1 mm y 0,5 mm según se reporta.

Se pueden apreciar algunas similitudes en cuanto al valor promedio de contracción alcanzada y al perfil en su desarrollo. Sin embargo, no hay una precisión mayor acerca de la potencia de la fuente de curado empleada, lo que puede modificar ligeramente la dinámica en el comienzo de la contracción y su consecuente evolución.

La potencia de la fuente de curado (7 mW), así como el tiempo de irradiación fueron los mismos en todos los casos. Los resultados están de acuerdo con los reportados en la bibliografía especializada [3, 7, 12] y se muestran en la Fig. 4.11 expresados según la ec. (4.1), donde se observa una inversión en las curvas en función del espesor de la muestra.

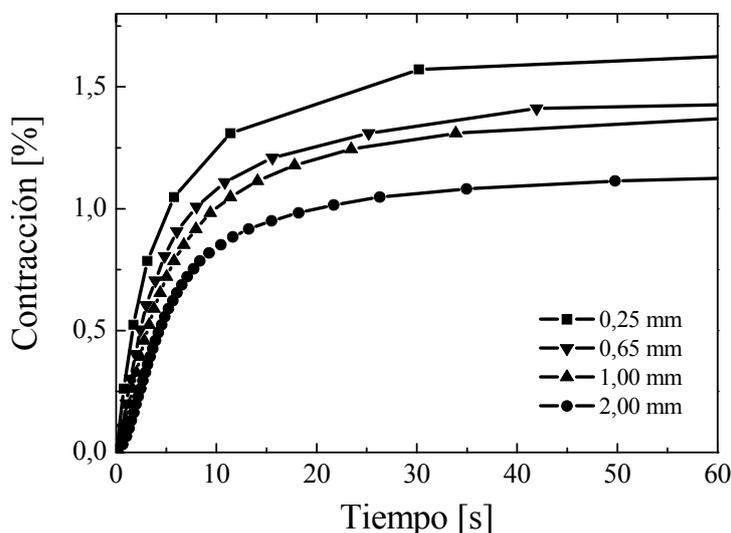


FIGURA 4.11. Curvas de contracción relativa de P60 correspondientes a las mostradas en la Fig. 4.10.a.

Esto se debe a que las muestras con menor espesor, son irradiadas con luz que es menos atenuada en el volumen, por lo que hay una mayor tasa de polimerización y contracción consecuente. Por el contrario, las muestras de mayor espesor, si bien presentan una mayor contracción absoluta, tienen en realidad una contracción relativa menor ya que sus últimas capas reciben menor intensidad luminosa que las primeras.

Para comprobar y demostrar la repetibilidad del sistema se realizaron más de una medición en idénticas condiciones para comparar los resultados.

La Fig. 4.12 muestra estos resultados para dos curvas procesadas en estas condiciones. Las mismas corresponden a polimerización de P60 en probeta de 0,65 mm, con una potencia de curado de 7 mW durante el mismo tiempo de irradiación y tipo de disparo (controlado por el *software* de adquisición).

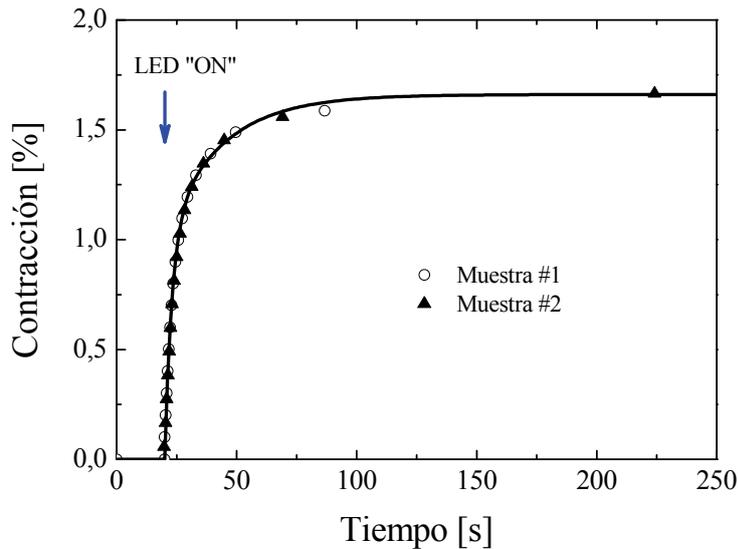


FIGURA 4.12. Curvas de contracción obtenidas para dos muestras idénticas de P60, con espesor de 0,65 mm y fotopolimerizadas bajo las mismas condiciones.

Los interferogramas fueron procesados por separado y luego ambas curvas graficadas. La coincidencia en la casi totalidad de puntos es notable, aún cuando cada curva presenta valores en diferentes tiempos. Esta gráfica fue importante para asegurar el comportamiento del sistema en su totalidad.

La Fig. 4.13 muestra los resultados de contracción relativa para Z250 en las mismas condiciones de la resina anterior. En este caso hay una medida adicional de una probeta de 5 mm, que pone de manifiesto el efecto de un espesor de probeta excesivo. En este caso particular, la fotopolimerización es incompleta, por lo que las últimas capas no llegan a reaccionar eficientemente y en consecuencia también presenta la menor de las cinéticas de polimerización. La resina Z250 es una resina de uso universal, que tiene prácticamente el mismo perfil de contracción que P60.

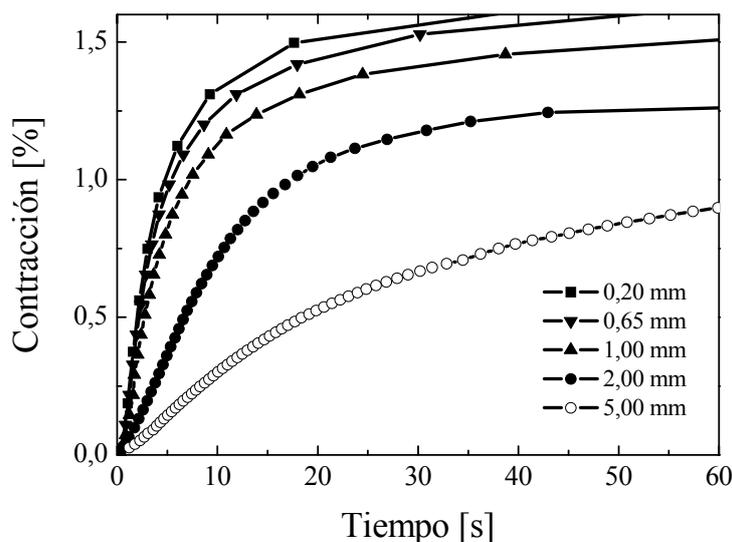


FIGURA 4.13. Curvas de contracción relativa correspondientes a Z250, con una misma potencia de curado en función de diferentes espesores de probeta.

Finalizando esta serie de mediciones, se muestran en la Fig. 4.14 los resultados para un mismo espesor pero con potencia variable, para el caso de Z250.

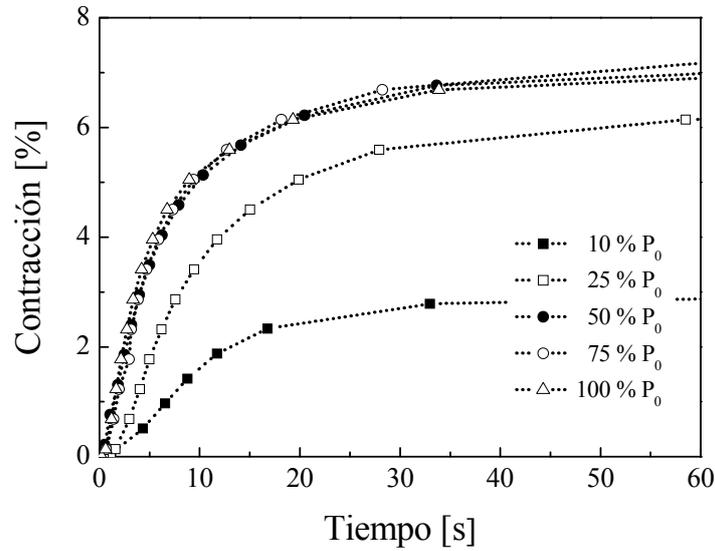


FIGURA 4.14. Contracción de Z250 para diferentes niveles de potencia de curado. ($P_0 = 7 \text{ mW}$, espesor = 0,6 mm)

Estas curvas aportan nuevos datos relevantes, en particular se destaca el comportamiento a baja potencia, ya que la contracción es notablemente más lenta registrando una reducción de la contracción máxima mayor al 50 %. Por otro lado se observa una aparente saturación para los casos de 50 %, 75 % y 100 % de potencia de curado.

A partir de estas curvas, se puede inferir otra de gran interés y que está relacionada con la tasa de polimerización (o de reacción de fotoiniciador), representada por la pendiente de la contracción. El resultado se muestra en la Fig. 4.15 y toma como referencia las correspondientes gráficas de la Fig. 4.14.

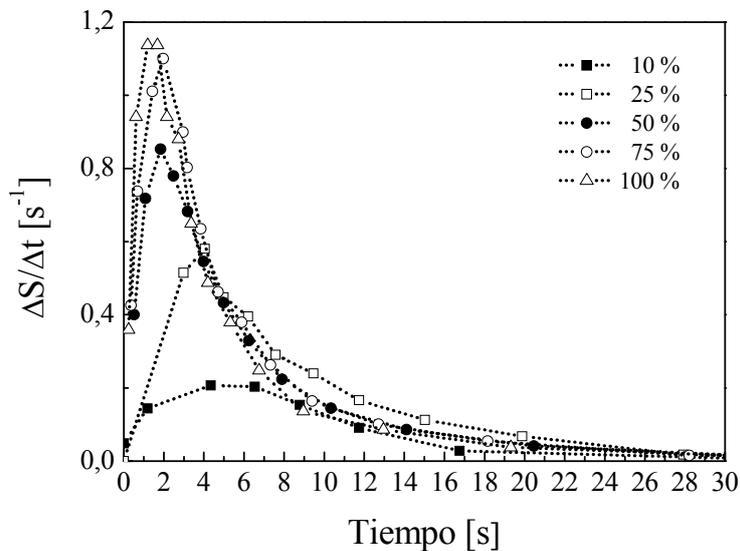


FIGURA 4.15. Velocidad de Contracción para diferentes potencias de curado.

A partir de los resultados obtenidos con este sensor, puede inferirse además el desarrollo de la reacción de polimerización, registrándose un aumento notable de la pendiente en los primeros segundos de curado, llegando a un máximo tras el cual la reacción comienza a disminuir hasta extinguirse, para tiempos mayores a 60 s. La figura muestra los primeros 30 s para poder distinguir las diferencias entre cada una de las medidas.

Es de particular interés la ocurrencia temporal del máximo en la pendiente, que prácticamente coincide en los casos hasta el 50 % de la potencia de referencia ($P_0 = 7$ mW). En tanto que para valores menores se observa una demora considerable, que llega hasta el triple de las primeras. En particular el valor máximo de la pendiente hasta un 75 % de la referencia es casi el mismo. Se trata de un resultado razonable (y esperable), debido a que ese máximo brinda una idea del número de reacciones por unidad de tiempo que se están generando y que dependen únicamente de la cantidad de fotones que llegan a la muestra. Es decir que, asumiendo igualdad de condiciones en la irradiación y demás detalles experimentales, la velocidad de contracción está relacionada con la potencia de la fuente de curado.

A su vez, trabajar con potencias de curado bajas permite visualizar la dinámica con la que se llevan a cabo los procesos iniciales de la fotopolimerización, que se correlaciona con el perfil de contracción. Lo mismo puede observarse utilizando una misma potencia con mayor espesor de muestra (Fig. 4.13). Cualquiera de estos dos extremos conduce a una polimerización incompleta, o alternativamente requiere tiempos largos de curado.

4.4.2. Análisis de nuevas resinas

Con la validación del método a partir de los resultados de la sección anterior, y en natural continuidad con lo descrito anteriormente, se aplicó la misma técnica para resinas de fotocurado BIS-GMA en etapa de desarrollo, las que son objeto de estudio por parte del Laboratorio de Polímeros Biomédicos (INTEMA). A diferencia de las comerciales, éstas no tienen carga (en su mayoría esa carga está compuesta por pequeñas partículas de diversos vidrios), con lo cual la contracción relativa es mayor. Una ventaja que presentan es que puede variarse la formulación de las muestras, permitiendo una buena interrelación entre los grupos de investigación, dado que pueden ajustarse varios parámetros para generar los distintos estudios.

El esquema experimental empleado para las mediciones que se presentan a continuación es prácticamente el mismo que se muestra en la Fig. 4.4. La diferencia básica está en la probeta, que ahora está construida en goma dura de dos espesores diferentes: 2 y 3 mm.

Las dos resinas que se emplearon, según se comenta en la introducción, son mezclas formadas con:

- BISGMA: monómero de bajo peso molecular, que forma las cadenas de polímero.
- TEGDMA: monómero que actúa como diluyente del anterior.
- Sistema iniciador: - Camforquinona (CQ)
 - Agente reductor: - Dimetil Aminoetil Metacrilato (DMAEMA)
 - 4-Etil-Dimetil Aminobenzoato (EDMAB)

En razón de esta diferencia es que de ahora en adelante las llamaremos por el nombre de esta amina, ya sea DMAEMA o bien EDMAB.

La fuente de irradiación para esta parte fue una diseñada específicamente con mayor potencia óptica y controlada mediante una PC. Las características de la fuente y del emisor se

pueden consultar en el Apéndice 2. En la Fig. 4.16 se presenta una curva procesada típica de la contracción absoluta en función del tiempo.

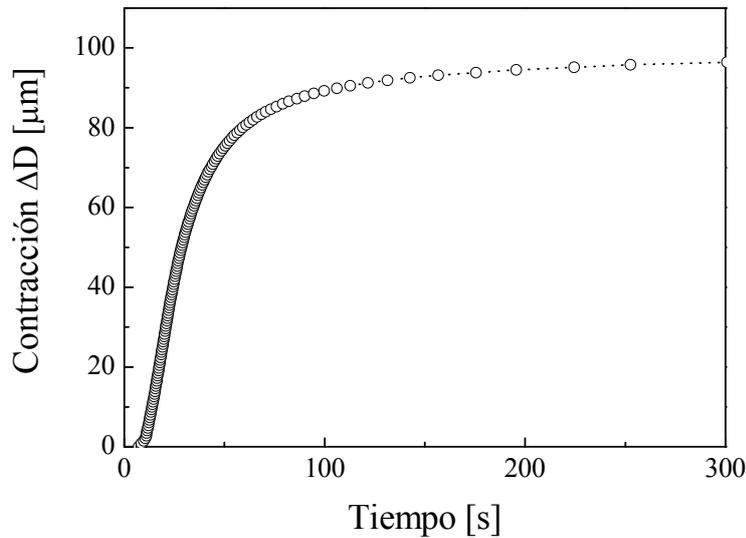


FIGURA 4.16. Contracción absoluta de la resina de laboratorio. BISGMA/EDMAB y CQ [1 %]. Espesor de probeta de 2 mm.

Si bien las curvas son similares, se pueden notar algunas diferencias con los casos de resinas comerciales. En particular, la ausencia de micro y nanopartículas de relleno explican porque la contracción absoluta es tan grande. Por lo general en los casos tratados en este estudio (espesores de 1 y 2 mm), este valor estuvo comprendido entre 50 y 120 μm . La Fig. 4.16 representa un caso promedio de un resina BISGMA con EDMAB y CQ al 1 %, en una probeta de 2 mm y una potencia de curado de 6 mW aplicada durante 320 s. En este ejemplo el valor de contracción absoluta es cercano a los 100 μm .

En la gráficas de la Fig. 4.17 se muestran resultados previos a la caracterización de las resinas:

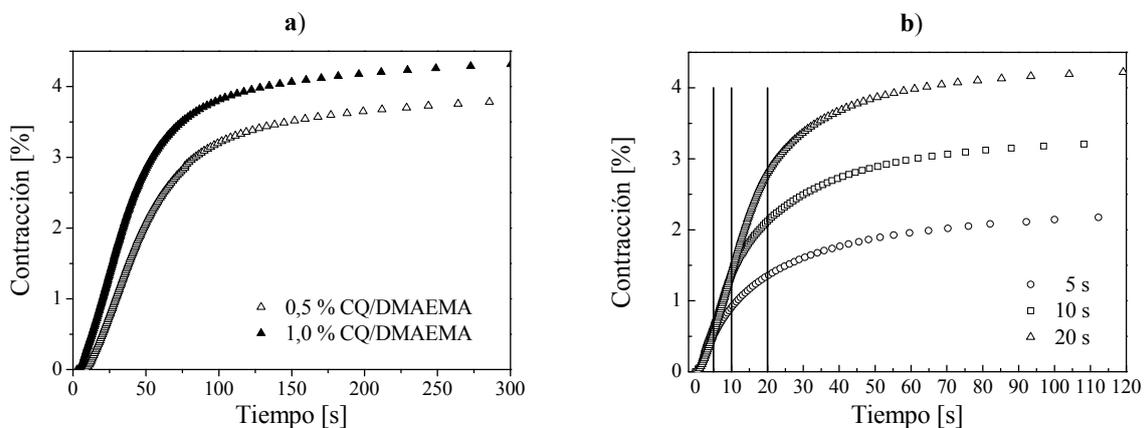


FIGURA 4.17. a) Contracción lineal con concentraciones diferentes de CQ/DMAEMA;
b) Diferentes perfiles de contracción para una misma resina CQ [1 %]/EDMAB, con espesor 1 mm, para tres tiempos diferentes de curado.

En la Fig. 4.17.a se presentan dos perfiles de contracción para diferentes concentraciones de CQ en DMAEMA. En este caso el espesor de probeta es de 2 mm y potencia de curado constante de 9 mW. Puede inferirse que una menor concentración del iniciador lleva: a un número menor de reacciones por unidad de tiempo, por lo que el inicio de contracción tarda más para 0,5 % de CQ; y a una menor contracción final, debido a que se generan finalmente menos estructuras poliméricas.

En la Fig. 4.17.b se muestra una resina CQ/EDMAB, en este caso con una concentración de CQ de 1 %, en probetas de 1 mm e irradiadas con potencia constante de 9 mW, pero con pulsos de diferente duración: 5, 10 y 20 s. En todos los casos la fotopolimerización queda incompleta, pero permite elaborar una importante conclusión: la constatación de inercia de polimerización, o también llamada polimerización en oscuridad.

Si tomamos por ejemplo el caso de la fotopolimerización con 5 s: la contracción acumulada durante la irradiación es de un 25 % de la total, mientras que para los otros dos casos, a medida que el tiempo de irradiación es mayor, menor es esa tendencia. Lo remarcable es que una gran parte de la contracción ocurre en condiciones de irradiación nula, en momentos en los que no hay generación de nuevos radicales. Esto se debe a que, aunque no hay nuevos radicales libres generados por iniciación, al apagar la fuente los restantes continúan propagando y terminando las cadenas.

Probablemente debido a un problema de difusión, la contracción polimérica en oscuridad no es tan notable en las muestras que tuvieron más exposición a la luz, debido a que la vitrificación dificulta el movimiento y unión de las cadenas. En cambio, los radicales libres restantes para el caso de irradiación menor, tienen una mayor libertad para desplazarse en un medio que recién comienza a gelificar.

Todas estas mediciones son posibles y brindan este grado de detalle debido a las bondades del sensor de fibra óptica. Esto se debe fundamentalmente a su no invasividad que permite evoluciones espontáneas de la resina, así como su gran resolución submicrométrica.

A continuación se detallan las mediciones de contracción llevadas a cabo con las resinas experimentales (Fig. 4.18). Las condiciones experimentales para todos los casos fueron: irradiación continua de 9 mW, tiempo de curado de 320 s y espesores de probeta de 1 y 2 mm. La concentración del fotoiniciador CQ fue de 1 % peso en peso.

La contracción polimérica es un fenómeno multiaxial. Los bordes libres compensan los efectos de la contracción, lo que hace difícil el registro volumétrica a partir de mediciones uniaxiales. De todos modos, si la contracción lateral de la muestra se limita por la adherencia a la probeta, entonces la contracción vertical coincide con la volumétrica. En otras palabras, si la muestra se adhiere al sustrato y los bordes, entonces la contracción volumétrica puede ser estimada a partir de la simple medición de espesor.

Sin embargo, para asegurar esta limitación de la contracción lateral deben darse tres condiciones, previamente al comienzo de la medición :

- la resina debe haber alcanzado un estado de gel, para evitar que fluya.
- el gel debe estar efectivamente pegado al sustrato (en este caso la placa de vidrio).
- la muestra debe tener un perfil parejo y fino (delgado).

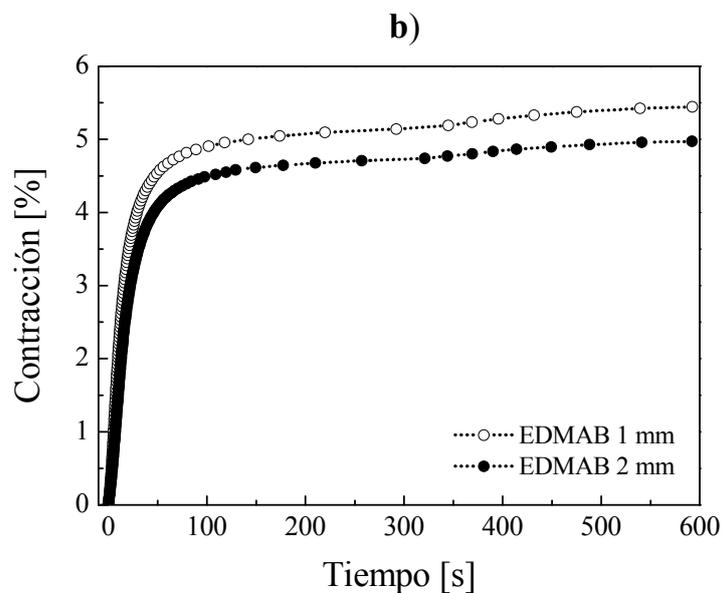
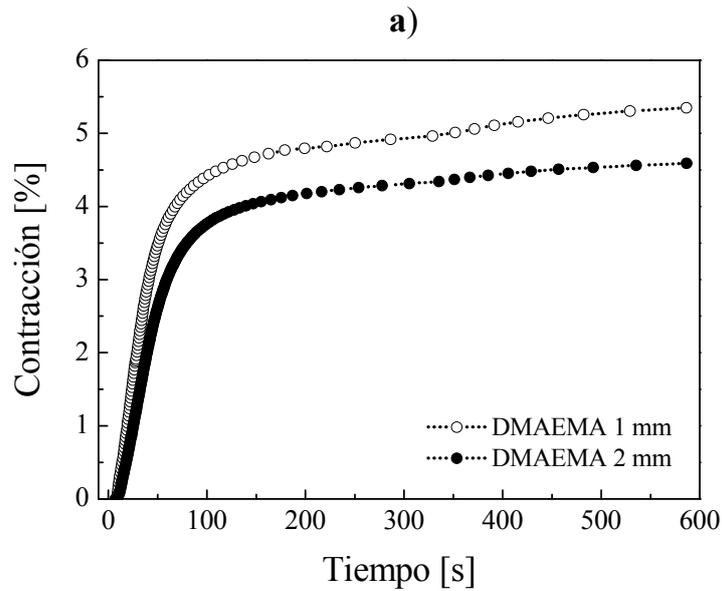


FIGURA 4.18. a) Contracción relativa para DMAEMA/CQ 1 %.
 b) Curvas equivalentes para la formulación con EDMAB/CQ 1 %.

Es bien conocido que los dimetacrilatos gelifican a baja tasa de conversión (típicamente menor al 1 %), por lo que la primer condición queda satisfecha.

La geometría de la probeta (ya sea de 1 mm o 2 mm de espesor, 10 mm de diámetro) fue seleccionada para garantizar que la muestra quede adherida al sustrato de vidrio (segunda condición), y debido a que la relación diámetro/espesor es suficientemente grande como para minimizar los efectos en los bordes laterales [23, 24], entonces la contracción volumétrica porcentual sigue siendo válida tal como se define en la ec. (4.1).

Hay diferencias significativas en el perfil de contracción entre resinas. EDMAB es un donador de hidrógeno muy efectivo y por lo tanto produce curados más rápidos, aún para bajas concentraciones. Por el contrario, DMAEMA es un foto-reductor de menor eficiencia, dando lugar a bajas tasas de polimerización y baja conversión comparada con su equivalente amina aromática [25, 26]. Los valores de contracción volumétrica son mucho mayores que los reportados para compuestos dentales dimetacrilatos, porque estos contienen partículas inorgánicas que no contraen.

La contracción comienza después de un tiempo de inducción, que se obtiene de las curvas del sensor como el tiempo que transcurre entre el disparo de la irradiación y el comienzo de la actividad en el interferograma. Este retardo en el comienzo de cada contracción se atribuye a dos factores:

- presencia de inhibidores de radicales libres en la resina
- oxígeno disuelto en la muestra

De acuerdo a la información provista por el fabricante, la resina BIS-GMA contiene 570 ppm de metoxihidroquinona (MEHQ), para inhibir auto-polimerización durante el almacenado. En el laboratorio se fabricaron estos compuestos sin ningún procesamiento de purificación, por lo que este inhibidor se encuentra presente y debe ser consumido en las primeras reacciones para luego dar lugar a la polimerización propiamente dicha. Además las resinas no fueron desgaseadas previo a los curados, con lo cual las muestras presentarían una significativa cantidad de O₂ disuelto. Más aún, la parte superior de la resina bajo prueba queda naturalmente expuesta al oxígeno del aire (a excepción de la parte cubierta con aluminio), por lo que es factible que haya también, flujo de este gas dentro de la resina.

Este es un detalle a considerar ya que el oxígeno es un conocido inhibidor de radicales libres de polimerización. Los mecanismos por los cuales se produce han sido tema de estudio de varias investigaciones [27-31]. Al parecer, los radicales peroxi son más estables y no reinician tan fácilmente la polimerización, terminando o consumiendo la reacción. En consecuencia, la metoxihidroquinona y el oxígeno presente en el aire inhiben la foto-polimerización colectando los radicales iniciadores y así compitiendo con la reacción de estos con el monómero.

Por lo tanto, la reacción de fotocurado se demora hasta que prácticamente todos los inhibidores y/u oxígeno son consumidos.

Otra variable que afecta dramáticamente el alcance del fenómeno de inhibición de radicales libres por oxígeno es la tasa o rapidez de iniciación. Este parámetro está determinado, por la concentración de iniciador, su actividad y por la intensidad de irradiación. Si es suficientemente bajo, todos los radicales generados pueden ser consumidos en los procesos de inhibición. Así, aquellas formulaciones preparadas con el sistema foto-iniciador más reactivo (CQ/EDMAB), resultan ser las de menor período de inducción debido a que las especies inhibidoras se consumen más rápido.

4.5. Determinación de propiedades térmicas

4.5.1. Metodología

Es bien conocido que la polimerización de dimetacrilatos es una reacción muy exotérmica por lo que la temperatura de la muestra se incrementa. Por ello es interesante contar con información acerca de la evolución temporal de la temperatura a medida que el proceso de polimerización avanza. Por este motivo se modificó levemente el arreglo experimental del sensor, para amplificar y entregar una segunda señal proporcional a la temperatura de las muestras. Esto se consiguió conectando la tensión de una termocupla a otra entrada disponible en la misma placa de adquisición empleada para las medidas del sensor de *Fizeau*. Ver Fig. 4.19.

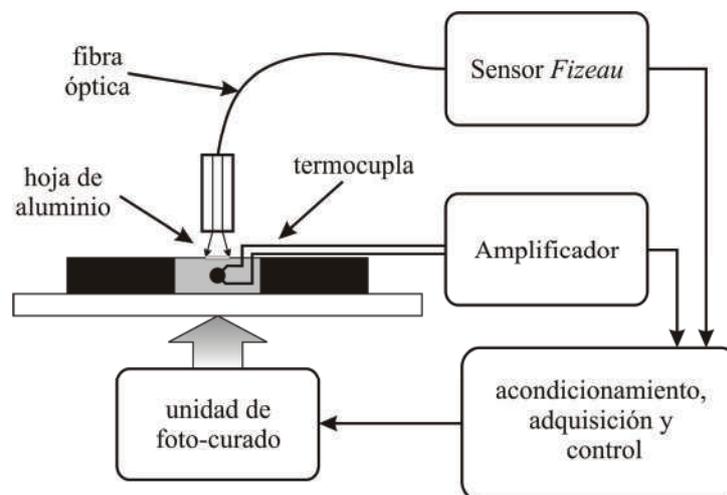


FIGURA 4.19. Esquema simplificado del banco de medición para contracción y temperatura.

En rigor, el arreglo experimental empleado para medir las temperaturas de curado es el mismo que se muestra en la Fig. 4.4, con el agregado de una termocupla en la probeta y su circuito de amplificación y acondicionamiento. El sensor de temperatura está constituido por una termocupla tipo K, alimentada adecuadamente mediante un circuito para detectar temperaturas entre 0 °C y 100 °C con una resolución menor a la décima de °C.

Debido a su pequeño tamaño, la termocupla pudo ser colocada en el centro de la probeta antes de su llenado, debajo de la zona donde se efectuó la medición con el sensor de fibra óptica. La presencia del cable dentro de la muestra no alteró la capacidad del sistema para medir contracción polimérica. Sin embargo en este caso se realizaron primero las medidas de contracción y luego las de temperatura en igualdad de condiciones, ya sea del tipo de resinas, del espesor y del perfil de irradiación.

Lógicamente el extremo del cable de termocupla, una vez curado el material, queda embebido y no se puede recuperar, por lo que debe ser cortado para volver a formar el termopar para la siguiente medición. Pero en realidad, el hecho que la termocupla quede embebida en la muestra brinda una ventaja interesante para realizar la estimación del coeficiente de expansión térmica. Los resultados son explicados en breve en esta misma sección.

4.5.2. Estudio de los procesos térmicos durante la irradiación de los polímeros

En las curvas de la Fig. 4.20 se muestran los perfiles de temperatura medidos durante la foto-polimerización de la resina bajo las mismas condiciones en que se realizaron las de contracción mostradas en la Fig. 4.18.

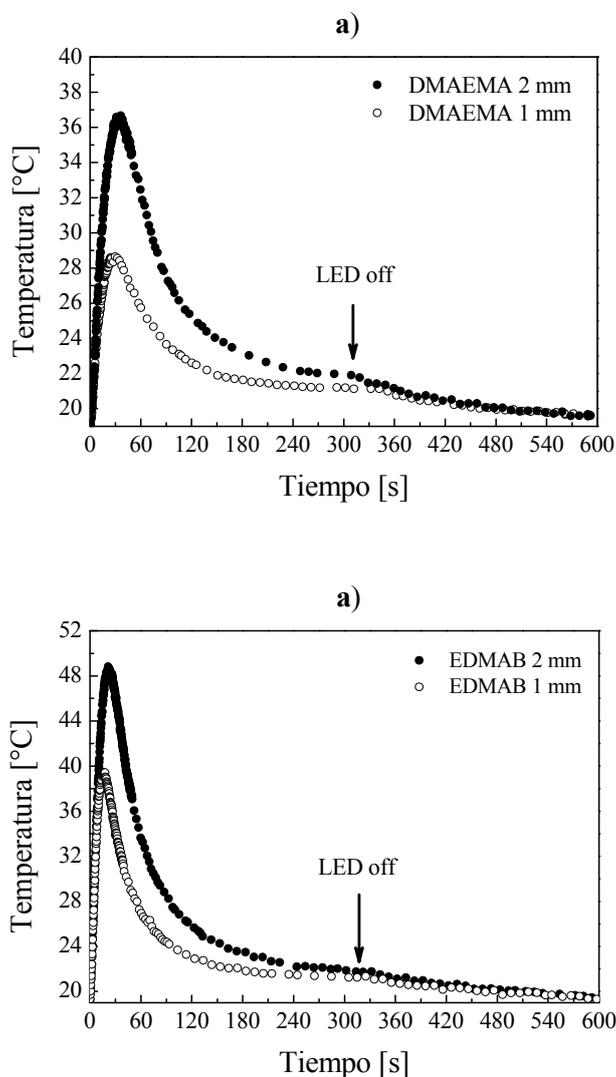


FIGURA 4.20. Temperatura de la muestra durante la fotopolimerización para:
a) DMAEMA/CQ 1 %; b) EDMAB/CQ 1 %.

Las muestras conteniendo CQ/EDMAB exhibieron un incremento mayor de temperatura de 20 y 30 °C, mientras que para las equivalentes con CQ/DMAEMA este aumento se registró en 10 y 18 °C, respectivamente. A su vez, los cambios mayores se produjeron en un tiempo menor para EDMAB.

Los resultados obtenidos son consistentes pues una mayor reactividad del agente reductor (amina) lleva a una polimerización más rápida y consecuentemente una velocidad mayor de calentamiento. Además, se ve en todos los casos una regla general: a mayor espesor, mayor cantidad de resina, es decir mas reacciones por unidad de tiempo y en consecuencia una mayor elevación térmica.

Como ya fue mencionado, en todos los casos las muestras fueron irradiadas durante 320 s, mientras que la adquisición se continuó hasta 600 s en total (es decir que la muestra permaneció 240 s restantes en oscuridad) a fin de correlacionarlas posteriormente con las mediciones ya realizadas de contracción.

La discontinuidad que se observa en las curvas de temperatura en $t = 320$ s, corresponde precisamente al momento en que se apagó la fuente de curado. Ante la posibilidad de que el LED calentara la muestra por un efecto *Joule*, inherente a la operación del dispositivo en sí mismo y no como consecuencia de la reacción, se hizo una medición específica cuyo resultado se observa en al Fig. 4.21.

Los puntos registrados por el sistema de adquisición corresponden al caso del calentamiento del monómero, junto con una predicción teórica hecha a partir de un balance de energía [32].

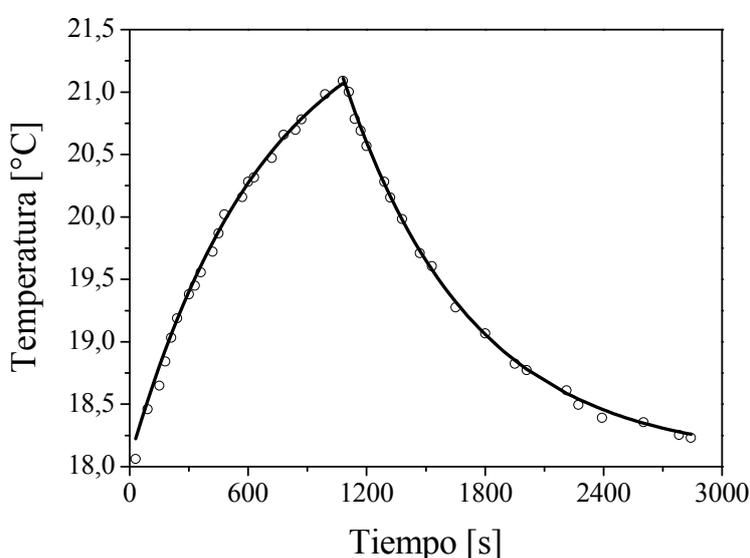


FIGURA 4.21. Efecto del calentamiento de la fuente de curado sobre las muestras.

El tiempo que permaneció encendida la fuente para estos casos fue de 1200 s, pero el registro de datos se extendió un tiempo mayor para contemplar un eventual ciclo de enfriamiento. Mediante esta estrategia se quiso medir la temperatura debida solamente a la fuente de curado, evitando el efecto de la reacción de polimerización manteniendo a la vez, igualdad de condiciones experimentales.

Como se desprende de la figura, el calentamiento debido a la presencia del LED puede despreciarse en estas medidas, esencialmente porque el incremento para 1200 s es algo mayor a 2 °C, es decir que el registro de temperatura se debe a la naturaleza exotérmica del curado por la reacción de polimerización solamente [33].

Además, el calentamiento por parte de la fuente sigue una dinámica más lenta en comparación con la correspondiente a la reacción de polimerización. Las curvas de temperatura, brindan información indirecta sobre la reacción de polimerización en las resinas, que está directamente ligada a la desaparición del fotoiniciador. Se observa en la Fig. 4.22 una grafica de la derivada de una de las curvas de contracción mostradas en la Fig. 4.17.

Esta tasa es proporcional al calor que se genera. Por esta razón las curvas de derivada con respecto al tiempo de la contracción en función del tiempo guardan una similitud con las curvas que registran temperatura de la muestra temporalmente.

En particular se destaca la ocurrencia de los máximos de temperatura y derivada de contracción, puede compararse esta curva con la correspondiente a temperatura (Fig. 4.20.b, puntos sólidos). También es observable el efecto de la difusión térmica en el material que retarda el momento en que dicha señal decae.

Se hace especial énfasis en este hecho experimental: esta técnica brinda información de los cambios dimensionales de la muestra, pero también aporta datos importantes sobre el comportamiento cinético de la polimerización.

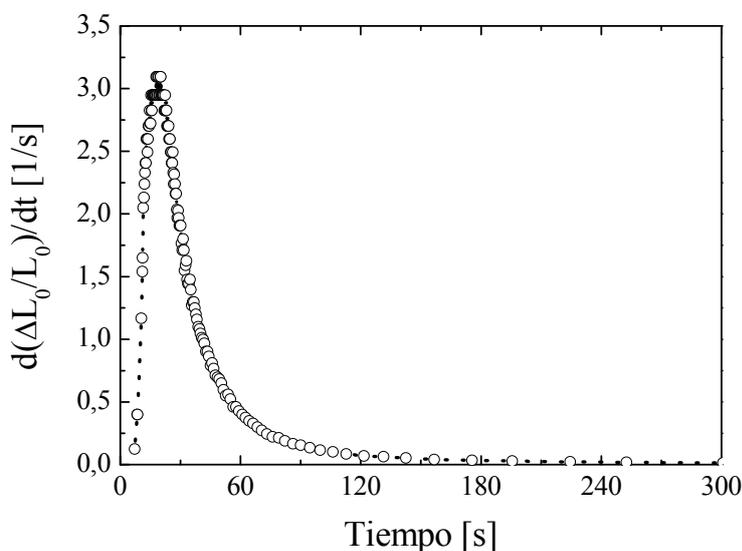


FIGURA 4.22. Pendiente de la curva de contracción mostrada en la Fig. 4.21 correspondiente a BISGMA/EDMAB y CQ [1 %], espesor de probeta de 2 mm.

4.5.3. Medición del coeficiente de expansión térmico

El planteo que sigue es simple: a partir de las medidas de temperatura de polimerización se cuenta con muestras polimerizadas que tienen embebidos en su interior un sensor de temperatura. Si estas son ubicadas en el sistema convencional de medición de contracción mediante el sensor de fibra óptica es posible medir expansión y contracción debido a cambios en la temperatura de la probeta.

El esquema experimental consta simplemente de un soporte de vidrio sobre el cual se dispone una probeta previamente curada con una termocupla, que puede ser calentada en forma homogénea mediante una platina térmica ubicada debajo (Fig. 4.23).

Con esta configuración puede llevarse la resina ya curada a una temperatura adecuada, mientras es posible seguir la expansión térmica correspondiente mediante el sensor de *Fizeau*.

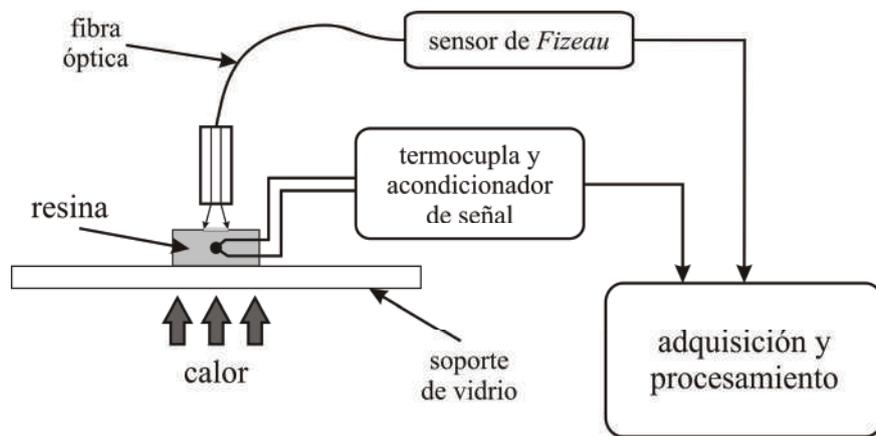


FIGURA 4.23. Esquema experimental para la determinación del coeficiente de expansión térmica.

La determinación del coeficiente de expansión térmica puede realizarse de dos maneras diferentes:

- Por calentamiento: elevando la temperatura y midiendo la expansión de la muestra.
- Por enfriamiento: elevando la temperatura lo suficiente, y luego dejando enfriar en forma espontánea, mientras se mide la contracción de la muestra.

La técnica que resultó ser más conveniente luego de varios intentos fue la segunda. Esta consistió en calentar la muestra hasta una determinada temperatura, con lo cual se espera una cierta expansión térmica, para después hacer la medición en el ciclo de enfriado que presenta constantes de tiempo mayores. Esta segunda etapa produce la consecuente contracción evidenciada por un incremento de la cavidad entre la muestra y el sensor de fibra óptica.

Se verificó en todo momento que tanto la base térmica como la muestra no estuvieran sometidos a vibraciones y que se encontraran en reposo. También hubo que tener precaución de que la muestra, en su fase de expansión, no tomara contacto con el extremo del sensor. Este debió ser emplazado previendo la disminución de la cavidad inicialmente: lo suficientemente lejos como para evitar contacto, pero lo suficientemente cerca para obtener un buen registro de la contracción posterior.

Para el cálculo del coeficiente de expansión térmica, se tomó como base la geometría de la Fig. 4.24, y el espesor inicial se calculó midiendo su masa con una balanza de precisión y correlacionando este valor con el volumen cilíndrico y su densidad.

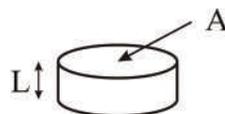


FIGURA 4.24. Geometría de la muestra empleada para la estimación del coeficiente de expansión lineal.

El coeficiente de expansión térmica (α) se define como

$$\frac{dL}{dT} = \alpha \cdot L_0 \quad (4.2)$$

Para pequeños cambios de temperatura y suponiendo el estado de fase constante, la (4.2) se puede aproximar como:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \cdot \Delta T \quad (4.3)$$

siendo ΔL la variación en longitud debido a la expansión, L_0 el espesor inicial, y ΔT la variación térmica, y en donde, según la geometría propuesta, las variaciones de longitud uniaxiales son proporcionales a las de temperatura, es decir que

$$\frac{dVol}{Vol} = \frac{dL}{L} \quad (4.4)$$

El proceso de medición consiste en adquirir el interferograma junto con la variación térmica, y debido a que las curvas de temperatura vs. tiempo, y de contracción por enfriado vs. tiempo son proporcionales, el coeficiente $\Delta L/\Delta T$ es precisamente $\alpha \cdot L_0$.

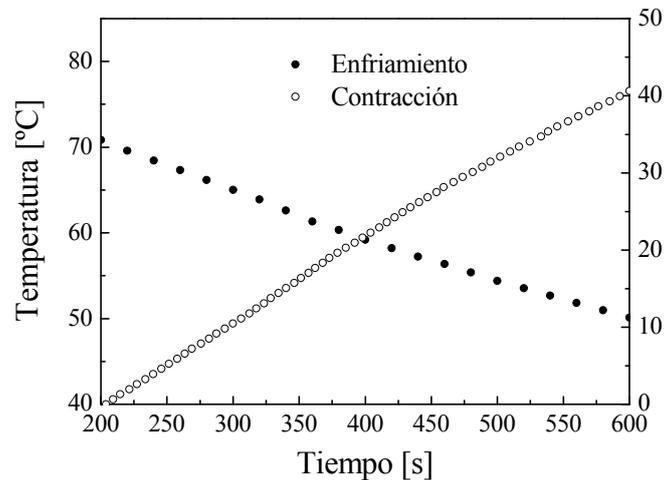


FIGURA 4.25. Gráfica simultánea de Temperatura de enfriado y Contracción térmica vs. Tiempo.

Cada ciclo de enfriado generó una contracción de la resina que fue medida por el sensor a través de su interferograma típico. El procesamiento de esa señal junto con los datos grabados por el sistema de la termocupla son mostrados en conjunto en la Fig. 4.25, que en este caso corresponden al caso de la resina EDMAB/CQ [1 %]. Dada las características de estas curvas, si se grafica la contracción en función de temperatura, obtenemos una curva cuya pendiente es simplemente el coeficiente de expansión térmica α .

Este tipo de gráfico se presenta en la Fig. 4.26 y debido a su linealidad en el rango de trabajo se concluye que el coeficiente es constante. Pero la principal utilidad de estas curvas es la posibilidad de conocer α para cualquier punto de trabajo. El coeficiente debe ser calculado para cada material en particular. Las tres curvas que se muestran en esta figura corresponden: al caso de monómero solamente y dos curvas para una misma resina EDMAB/CQ [1 %].

La curva llamada EDMAB 1 corresponde a la primer medición que se hizo luego de 10 minutos de irradiación a plena potencia de curado (9 mW), en tanto que la denominada EDMAB 2 es la misma muestra, pero vuelta a medir unos minutos más tarde por segunda vez. Los resultados están en concordancia con valores típicos para estos polímeros y muestran algunos detalles de interés:

El coeficiente α de monómero con el que están fabricadas las resinas, es lógicamente mayor que el de las resinas curadas. Seguramente tiene mayor libertad de movimiento y el incremento de temperatura genera expansiones más libres.

Cuando la muestra se encuentra polimerizada, en estado vítreo, disminuye su coeficiente de expansión térmico, lo que se evidencia en la curva EDMAB 1. En este caso, el coeficiente α prácticamente disminuye a la mitad su valor, es decir que para un mismo salto térmico, se contrae aproximadamente la mitad de lo que se registra para el monómero libre.

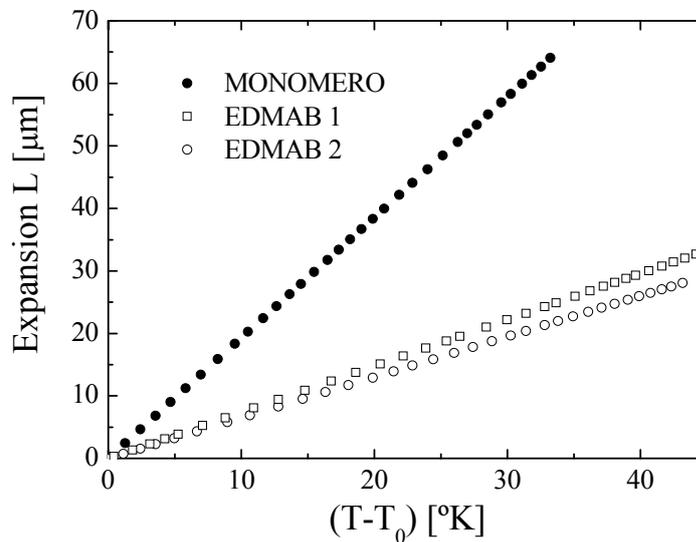


FIGURA 4.26. Coeficientes de expansión calculados.

La medida EDMAB 2 demuestra que al momento de realizar la primera medición la contracción era incompleta, por lo tanto siguió contrayendo y modificando sus propiedades físicas, en este caso con un coeficiente α aún menor. Además, dado que las pendientes de cada curva brindan una expresión para el coeficiente de expansión en cada punto, y por tratarse de curvas de notable tendencia lineal, se concluyó que para estos tres casos los valores de α son los mostrados en la Tabla 4.2.

Las diferencias observadas en los tres coeficientes calculados, permiten inferir un dato de relevancia para el área que trabaja con estos materiales. En efecto, la resina es originalmente un material líquido de alta viscosidad. Al comenzar la reacción de fotopolimerización altera progresivamente su estructura pasando de un estado gel a uno vítreo.

A medida que el material va modificándose, el estudio realizado con el interferómetro de *Fizeau* complementado con la medida de una termocupla, pone de manifiesto una gran variación del coeficiente de expansión térmico. Quiere decir esto que en los primeros instantes, en los que la reacción inicia, y donde el salto térmico es mayor, una mayor expansión es registrada.

<i>Material</i>	α [1/°K]
MONOMERO	$1220 \cdot 10^{-6}$
EDMAB 1	$548 \cdot 10^{-6}$
EDMAB 2	$450 \cdot 10^{-6}$

TABLA 4.2. Coeficientes de expansión calculados.

Luego, conforme la resina polimeriza, cambia a un estado más rígido con un coeficiente menor, es decir que la contracción térmica posterior ya no tiene las características de la expansión inicial. Esta conclusión es de gran interés para estas resinas de laboratorio en las que estos efectos, debido a la falta de carga de materiales de relleno, son notables.

4.6. Determinación de la velocidad de consumo de CQ

La conversión de dobles enlaces, durante el proceso de fotopolimerización, nunca alcanza el 100 %. Esto se debe fundamentalmente a la rápida formación de una red tridimensional muy viscosa durante el proceso de propagación, que al solidificar deja atrapadas moléculas de monómero que aún no han reaccionado, impidiendo su incorporación a las cadenas poliméricas en crecimiento.

El grado de conversión puede determinarse mediante técnicas espectroscópicas, generalmente Espectroscopía Infrarroja con Transformadas de *Fourier* (FTIR), a partir de la disminución del pico de absorbancia característico del doble enlace de los monómeros metacrilato (6165 cm^{-1}).

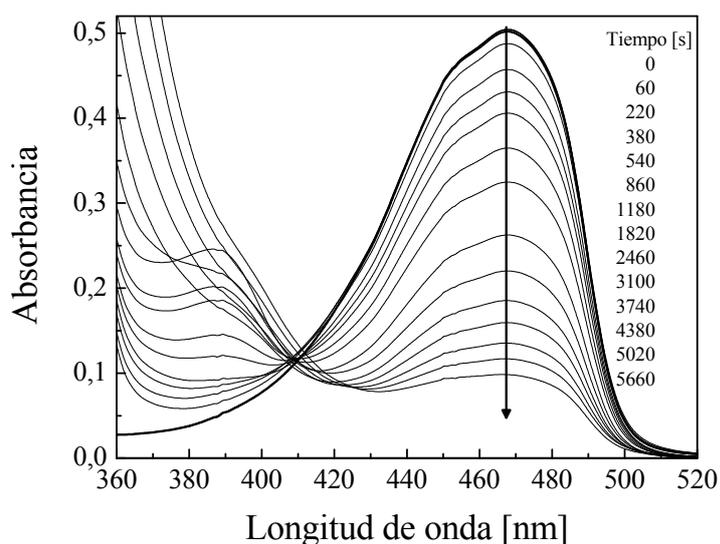


FIGURA 4.27. Cambio espectral durante la irradiación de una solución de CQ/EDMAB en etanol a diferentes tiempos de irradiación. Mediciones mediante espectrofotometría UV-visible.

Cabe destacar que la CQ es inherentemente amarilla, lo que causa problemas en el color del producto a nivel estético, limitando las concentraciones de uso práctico. Este color amarillo

característico es consecuencia de la presencia de un grupo cromóforo, que se destruye durante la irradiación. Cuando durante el proceso de blanqueamiento el color amarillo se pierde, y por consiguiente, al final del proceso de irradiación la muestra se presenta incolora, se alcanzan los mejores resultados a nivel estético. La Fig. 4.27 muestra el espectro de absorción durante la irradiación de CQ/EDMAB (4-etil-dimetilaminobenzoato) en etanol. La banda de 467 nm decrece a medida que la muestra se irradia y se observa un claro blanqueamiento de un 80 % de la CQ que desaparece luego de 90 minutos de irradiación.

La concentración de CQ está relacionada con la absorbancia de la muestra de acuerdo a la ley de *Lambert-Beer*:

$$\text{Absorbancia} = \varepsilon' [CQ] L \quad (4.5)$$

Donde ε' es el coeficiente de absorción molar de la CQ ($42 \pm 2 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$), $[CQ]$ es la concentración de Camforquinona (mol l^{-1}) y L es el camino óptico dado por el espesor de la celda del equipo. De esta manera, a partir de la disminución de la absorbancia a 470 nm (Fig. 4.27) es posible calcular la concentración de CQ en función del tiempo de irradiación. Alternativamente, la velocidad con la que se consume la CQ puede evaluarse a partir de la medición de la evolución de la transmisión en muestras de resinas conteniendo este fotoiniciador haciendo una modificación menor en el esquema del sensor [34].

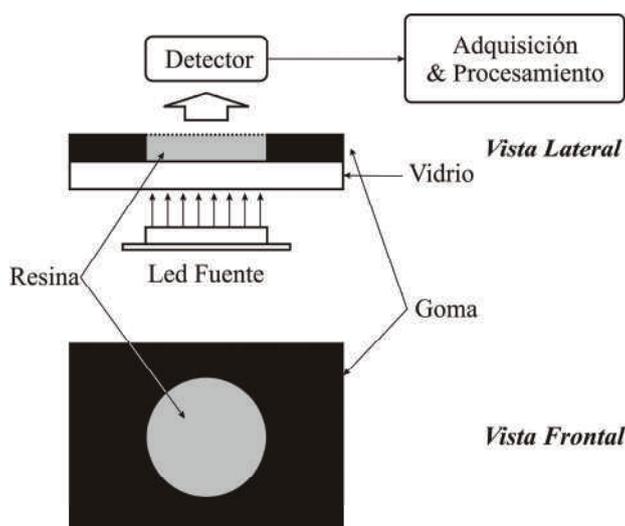


FIGURA 4.28. Esquema experimental empleado para la medición de transmisión de la resina para 465 nm.

La Fig. 4.28 esquematiza la técnica alternativa que se implementó para medir la velocidad de consumo de la CQ. La desaparición de CQ es notable a simple vista ya que la muestra pasa de un color inicial amarillento a transparente al final del ensayo. Este fenómeno es conocido como fotoblanqueo (*photobleaching*) y puede cuantificarse a partir de la medición de la cantidad de luz transmitida por la muestra en función del tiempo de irradiación. La ventaja de esta técnica es que el fotoblanqueo y la contracción pueden medirse en probetas similares. En efecto, la fuente de curado en sí misma puede ser utilizada para curar el material y a la vez servir de monitor del blanqueamiento.

Para medir la velocidad de consumo de CQ basta con evaluar la evolución de la luz transmitida a través de la muestra en función del tiempo. A medida que la CQ reacciona, se produce la ruptura del grupo cromóforo presente en la molécula y cuyo pico de absorbancia está en 470 nm.

Por lo tanto, la cantidad de luz que emerge de la muestra está directamente relacionada con la concentración de CQ. Para efectuar estas mediciones, se retira el sensor interferométrico de fibra óptica y se emplaza en la parte superior un detector de silicio.

La Fig. 4.29 es una gráfica típica de la luz transmitida y absorbida (corregida restando la luz dispersada por la interfase de la muestra o absorbida por la resina sola) por la CQ en función del tiempo de irradiación.

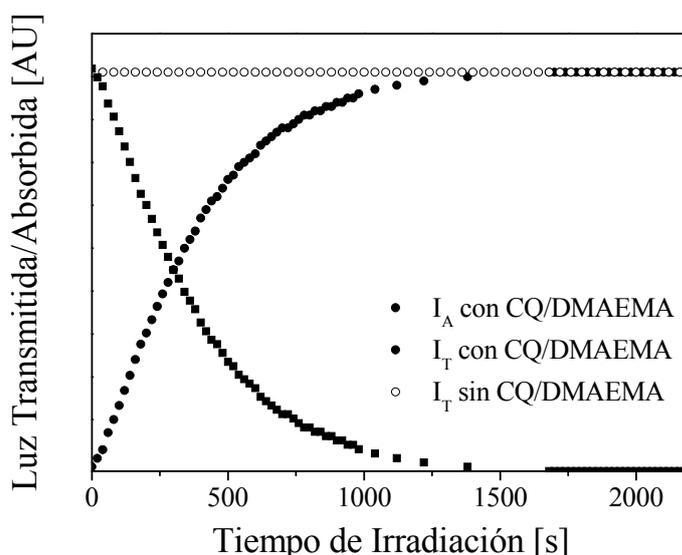


FIGURA 4.29. Luz transmitida y absorbida para una muestra de espesor 1 mm, con una irradiancia de 5,0 mW/cm².

La velocidad de fotodescomposición de la CQ es proporcional a la velocidad de absorción de fotones. El número de fotones absorbidos por unidad de tiempo a través de una muestra de espesor L está dado por

$$I_{abs} = I_0 (1 - e^{-\varepsilon CQL}) \quad (4.6)$$

donde CQ es la concentración molar promedio de Camforquinona, y ε es el coeficiente de absorción de CQ a 470 nm (igual a 2,302 veces su coeficiente de extinción, i.e.: $42 \pm 2 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$) [35].

La velocidad de descomposición de CQ está relacionada con la eficiencia cuántica y la radiación absorbida como:

$$-\frac{dCQ}{dt} = \frac{\Phi I_{abs}}{L} = \frac{\Phi I_0 (1 - e^{-\varepsilon LCQ})}{L} \quad (4.7)$$

donde I_0 es la irradiancia (en moles·fotones·s⁻¹·cm⁻²) incidente en la base de la muestra. La constante Φ es la relación entre las moléculas de CQ que han reaccionado por cada fotón absorbido, usualmente denominada eficiencia cuántica. Integrando la ec (4.7) se llega a:

$$\ln \left[\frac{(10^{\varepsilon_{LCQ}} - 1)}{(10^{\varepsilon_{LCQ_0}} - 1)} \right] = \Phi \varepsilon I_0 t \quad (4.8)$$

en la que $\Phi \varepsilon I_0$ es la constante de fotoblanqueo de CQ y CQ_0 es la concentración inicial de CQ, respectivamente. Las gráficas de la ec. (4.8) en función del tiempo de irradiación para diferentes irradiancias W_1, W_2, W_3 , se muestran en la Fig. 4.30.

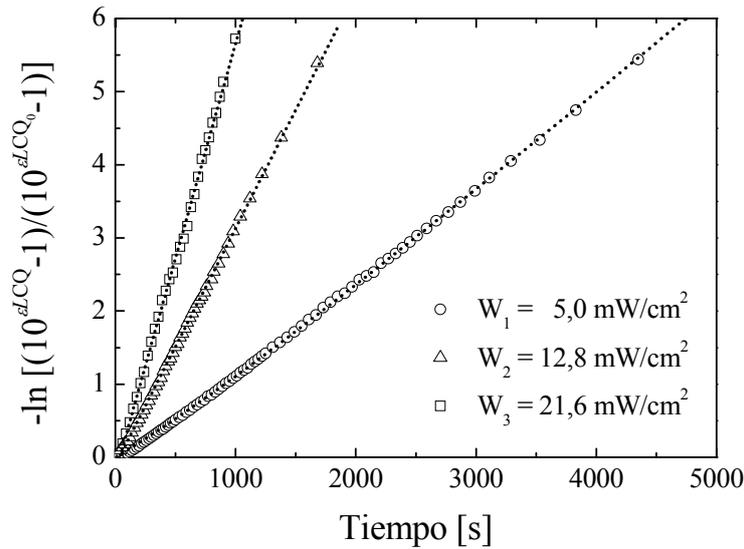


FIGURA 4.30. Curvas de la ec. (4.8) para muestras de 1 mm y diferentes irradiancias de luz.

Irradiancia [mW/cm2]	$\Phi \varepsilon I_0$ [1/s]
5,00	0,0014
12,80	0,0034
21,60	0,0056

TABLA 4.3. Valores de las constantes de descomposición de CQ Obtenidas a partir de las curvas de la Fig. 4.30.

Los valores de la Tabla 4.3 muestran que la tasas de fotoblanqueo calculadas a partir de las pendientes de cada curva de la Fig. 4.30 son proporcionales a la irradiancia de la fuente de curado. El método permite conocer la fotodescomposición de la CQ durante la fotopolimerización en irradiación continua para todo tiempo. El esquema experimental es muy simple. Las medidas fueron hechas manteniendo las mismas condiciones de las experiencias de contracción y temperatura descriptas anteriormente.

4.7. Comentarios del Capítulo

El método presentado en éste Capítulo es simple, compacto, no invasivo, de gran sensibilidad y lo principal: se trata de un sistema auto-calibrado, presentando una clara ventaja para analizar la evolución de contracción de materiales durante el fotocurado sobre los métodos convencionales.

Los resultados de este Capítulo permiten entender como el cambio volumétrico medido durante la fotopolimerización de los sistemas exotérmicos es una combinación de contracción (debido a la polimerización) y expansión seguida de contracción (debida a la reacción exotérmica de polimerización y a la pérdida subsiguiente de calor radiado al medio). Con todos los datos es posible el análisis de la contribución térmica durante todo el proceso. A partir de las curvas de temperatura obtenidas con el método de la termocupla, junto con las del sensor de *Fizeau*, se puede calcular el coeficiente de expansión térmica de varias resinas ya curadas e incluso en ésta previo a la polimerización.

Finalmente, como las constantes cinéticas de estos procesos dependen del estado en que se encuentre el material, si se complementa este método del interferómetro de *Fizeau* con técnicas acústicas, se puede tener la suficiente información para deducir los procesos de solidificación actuando en el fotocurado. Esto permite conocer y comparar la velocidad de vitrificación con las de polimerización y relajación térmica. Dicho proceso será analizado a continuación, en el próximo Capítulo.

4.8. Referencias

1. de Gee A. J., Feilzer A. J., and Davidson C. L., *True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer*. Dent. Mater., 1993. **9**(1): p. 11-14.
2. Fano, V., Ortalli, I., Pizzi, S., Bonanini, M., *Polymerization shrinkage of microfilled composites determined by laser beam scanning*. Biomaterials, 1997. **18**(6): p. 467-470.
3. Uhl A., Mills R., Rzanny A. E., and Jandt K. D., *Time dependence of composite shrinkage using halogen and LED light curing*. Dent. Mater., 2005 **21**(3): p. 278–286.
4. Udd E., ed. *Fiber Optics Sensors – An introduction for Engineers and Scientists*. 1991, John Wiley & Sons: USA.
5. Berthold III J. W., *Industrial Applications of Fiber Optic Sensors*, Udd E., Editor. 1991. p. 414.
6. Chun J., Pae A., and Kim S., *Polymerization shrinkage strain of interocclusal recording materials*. Dent. Mater., 2009. **25**(1): p. 115-120.
7. Ferracane J. L., *Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization*. Dent. Mater., 2005 **21**(1): p. 36–42.
8. Teshima W., Nomura Y., Tanaka N., Urabe H., Okazaki M., and Nahara A., *ESR study of camphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes*. Biomaterials, 2003. **24**(12): p. 2097-2103.
9. de Gee A. J., Davidson C. L., and Smith A., *A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials*. J. Dent. Res., 1981. **9**: p. 36-42.
10. Söderholm K. J. M., *Influence of silane treatment and filler fraction on thermal expansion of composite resin*. J. Dent. Res., 1984. **63**: p. 1321-1326.
11. Reed B. B., Dickens B., Dickens S. H., and Parry E. E., *Volumetric Contraction Measured by a Computer Controlled Mercury Dilatometer*. J. Dent. Res., 1996. **75**: p. 2184-2192.

12. Cook W. D., Forrest M., and Goodwin A., *A simple method for the measurement of polymerization shrinkage in dental composite*. Dent. Mater., 1999 **15**(6): p. 447-449.
13. Sakaguchi R. L., Sasik C. T., Bunczak M. A., and Douglas W. H., *Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives*. J. Dent., 1991. **19**: p. 312-316.
14. Watts D. C. and Cash A. J., *Determination of polymerization kinetics in visible-light cured materials: methods development*. Dent. Mater., 1991. **7**(4): p. 281-287.
15. Venhoven B. A., de Gee A. J., and Davidson C. L., *Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resins*. Biomaterials, 1993. **14**(11): p. 871-875.
16. Fano, L., Ma, W. Y., Marcoli, P. A., Pizzi, S., Fano, V., *Polymerization of dental composite resins using plasma light* Biomaterials, 2002. **23**(14): p. 1011-1015.
17. Dudi O. and Grubbs W. T., *Laser interferometric technique for measuring polymer cure kinetics*. J. Appl. Polym. Sci., 1999. **74**(9): p. 2133-2142.
18. Fogleman, E., Kelly, M., Grubbs, W., *Laser interferometric method for measuring linear polymerization shrinkage in light cured dental restoratives*. Dent. Mater., 2002. **18**(4): p. 324-330.
19. Hecht E., *Óptica*. 3^o ed. 2000, Madrid: Addison Wesley Iberoamericana.
20. Demoli, N., Knežević, A., Tarle, Z., Meniga, A., Štalo, J., Pichler, G., *Digital interferometry for measuring of the resin composite thickness variation during blue light polymerization*. Opt. Comm., 2004. **231**(1-6): p. 45-51.
21. Silikas N., Eliades G., and Watts D. C., *Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain*. Dent. Mater., 2000. **16**(4): p. 292-296.
22. Lee S. H., Chang J., Ferracane J., and Lee I. B., *Influence of instrument compliance and specimen thickness on the polymerization shrinkage stress measurement of light-cured composites*. Dent. Mater., 2007. **23**: p. 1093-1100.
23. Watts D. C. and Marouf A. S., *Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials*. Dent. Mater., 2000. **16**(6): p. 447-451.
24. Sakaguchi R. L., Wiltbank B. D., and Shah N. C., *Critical configuration analysis of four methods for measuring polymerization shrinkage strain of composite*. Dent. Mater., 2004. **20**(4): p. 388-396.
25. Schroeder W. and Vallo C., *Effect of different photoinitiator systems on conversion profiles of a model unfilled light-cured resin*. Dent. Mater., 2007. **23**(10): p. 1313 - 1321.
26. Schroeder W., Arenas G., and Vallo C., *Monomer conversion in a light-cured dental resin containing 1-phenyl-1,2-propanedione photosensitizer*. Polym. Int., 2006. **56**(9): p. 1099-1105.
27. Cook W. D., *Factors Affecting the Depth of Cure of UV-polymerized Composites*. J. Dent. Res., 1980. **59**(5): p. 800-808.
28. Cook W. D., *Kinetics and properties of a photopolymerized dimethacrylate oligomer*. J. Appl. Polym. Sci., 1991. **42**(8): p. 2209 - 2222.
29. Cook W. D., *Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization*. Polym., 1992. **33**(10): p. 2152-2161.
30. Cook W. D., *Photopolymerization kinetics of oligo(ethylene oxide) and oligo(methylene) oxide dimethacrylates*. J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem., 1993. **31**(4): p. 1053 - 1067.
31. O'Brien A. K. and Bowman C. N., *Impact of oxygen on photopolymerization kinetics and polymer structure*. Macromol., 2006. **39**(7): p. 2501-2506.
32. Bird R. B., Stewart W. E., and Lightfoot E. N., *Transport phenomena*. 2nd ed. 2002, New York: John Wiley Sons, Inc.
33. Mucci V., Arenas G., Duchowicz R., Cook W. D., and Vallo C., *Influence of Thermal Expansion on Shrinkage During Photopolymerization of Dental Resins Based on bis-GMA/TEGDMA*. Dent. Mater., 2009. **25**(1): p. 103-114.
34. Asmusen S., Arenas G., Cook W. D., and Vallo C., *Photoinitiation Rate Profiles during Polymerization of a Dimethacrylate-based Resin Photoinitiated with Camphorquinone/amine. Influence of initiator photobleaching rate*. Eur. Polym. J., 2009. **45**(2): p. 515-522.

35. Chen Y., Ferracane J., and Prahl S., *Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone*. Dent. Mater., 2007. **23**(6): p. 655-664.

CAPITULO 5

Otras aplicaciones del Interferómetro *Fizeau* en medidas de polímeros - Estudio de vibraciones

Este Capítulo resume una serie de medidas realizadas con el interferómetro de *Fizeau* en fibra óptica, aplicado a la detección de vibraciones de una barra tipo cantilever resonante. Para este caso, no es tan relevante la información de fase sino los cambios de la amplitud y/o la frecuencia de una cierta oscilación o vibración. Concretamente, se trata de indagar en la estructura mecánica y conocer con que dinámica se sucede el cambio de un estado líquido a gel y posteriormente a vidrio.

La idea fue tomada de un trabajo previo realizado por Investigadores del Laboratorio Láser y constituye una técnica básica en el área de sensado predictivo y control: el estudio de la frecuencia de resonancia de vigas cantilever a las que se les practica una ranura que luego se llena con el material de interés. Antes, durante y luego del curado el material contribuye a un cambio en la estructura de la viga, brindando detalles sobre los fenómenos mecánicos y físicos.

Por otro lado, las constantes cinéticas de estos procesos dependen del estado en que se encuentre el material. Por ello, el complemento de las mediciones realizadas con el interferómetro de *Fizeau* con las obtenidas por técnicas acústicas, brinda información relevante respecto de los procesos de solidificación actuando en el fotocurado, lo que permite conocer y comparar la velocidad de vitrificación con la de polimerización y relajación térmica.

5.1. Metodología empleada en el análisis de vibraciones

En este trabajo, se presenta un método mixto que puede ser útil para la determinación en forma precisa y no invasiva de características mecánicas de resinas BIS-GMA. Se trata de medidas que complementan las ya estudiadas en el Capítulo 4. Como se mencionó previamente, son obtenidas a partir de vibraciones impuestas a una viga tipo *cantilever* en la que se realiza un corte transversal a una dada distancia del extremo fijo.

Así, la frecuencia de resonancia fundamental asociada a la viga se modifica, dependiendo de las propiedades de la ranura en sí y del material que se coloque en su interior. En particular se utilizó una resina fotopolimerizable (BIS-GMA), de la que ya se conocen algunos parámetros de interés, como la expansión térmica y su contracción por polimerización.

Las medidas de resonancia se obtuvieron para diversas situaciones, ya que estos materiales modifican sus propiedades generales al curar, y consecuentemente también cambian las de la barra, afectando su resonancia. De esta forma, pueden inferirse una serie de propiedades físicas del material empleado en la ranura, tales como elasticidad, contracción volumétrica, etc.

La excitación de la barra se realizó a través de un método electromagnético muy simple, mientras que la resonancia de la barra se midió con un interferómetro de *Fizeau* construido en fibra óptica, aprovechando su capacidad para detectar desplazamientos menores a una décima de micrón. A su vez, mediante un registro adecuado se pudo seguir la variación de la resonancia en función del tiempo de curado, permitiendo estimaciones dinámicas de los parámetros ya mencionados. Por ser un método óptico auto-calibrado y no invasivo, las oscilaciones son medidas con gran precisión.

5.1.1. Propiedades de una viga cantilever

Los dispositivos basados en vigas empotradas poseen gran número de aplicaciones: como transductores pueden ser empleados en la medición de masa, temperatura e inercia. En el campo de la industria automotriz se los emplea como acelerómetros. Actúan como filtros y resonadores para telecomunicaciones, e incluso en el campo científico se los encuentra en los microscopios de fuerza atómica [1]. Según la literatura especializada [2], la frecuencia fundamental para una barra sólida, con un extremo fijo, y peso uniformemente distribuido (incluyendo su propio peso), se obtiene como

$$f_0 = \frac{k_1}{2\pi} \sqrt{\frac{EIg}{wl^4}} \quad (5.1)$$

con E siendo el módulo de elasticidad, I el momento de inercia, w y l el peso por unidad de longitud y el largo de la barra respectivamente, δ la densidad, g la aceleración de la gravedad y k_1 depende del modo de resonancia. Es ampliamente conocido que cualquier alteración física en una de estas barras modifica su resonancia natural [3-8], de hecho es ampliamente utilizado para control predictivo y seguimiento del estado de grandes estructuras como puentes, edificios y represas.

Varios métodos se han utilizado para la medición de resonancia en estas barras: *strain-gauges*, interferometría láser, procesamiento de imágenes a alta velocidad, e incluso redes de *Bragg* grabadas en fibra [7, 8]. Además de estos métodos de probada eficiencia, es posible emplear el interferómetro de *Fizeau* en fibra óptica, que fue explicado y aplicado en los Capítulos precedentes.

Para este caso en concreto, el sensor forma una cavidad interferométrica al enfrentarlo al extremo libre de la barra de aluminio, permitiendo conocer la posición relativa al sensor y su evolución temporal. De esta forma, provee una gran versatilidad, una adecuada resolución y por tratarse de un método no invasivo, su presencia no afecta ni condiciona la medida posibilitando un registro continuo en función del tiempo.

5.1.2. Esquema experimental

En esta sección se explica el esquema experimental empleado, junto con la descripción de cada componente. A su vez se comenta el método de cálculo para el procesamiento de las señales propias de la aplicación. Luego se presenta un método muy sencillo para evaluar la evolución dinámica de la resonancia de la viga en función del tiempo de curado. Si bien existen otras alternativas muy usadas en el área del control e instrumentación, esta variante es muy simple de

implementar ya que no requiere de elementos adicionales a los que se emplea en el esquema básico, a la vez que brinda buenos resultados. Por último se muestran resultados experimentales del sistema sensor aplicado a vibraciones genéricas para demostrar la capacidad del método.

5.2. Procedimiento de medición

Una barra sólida de aluminio cuadrada de 0,94 cm de lado y 12,2 cm de largo fue utilizada en la configuración cantilever (barra empotrada fija en un extremo), con el esquema que se muestra en la Fig. 5.1.

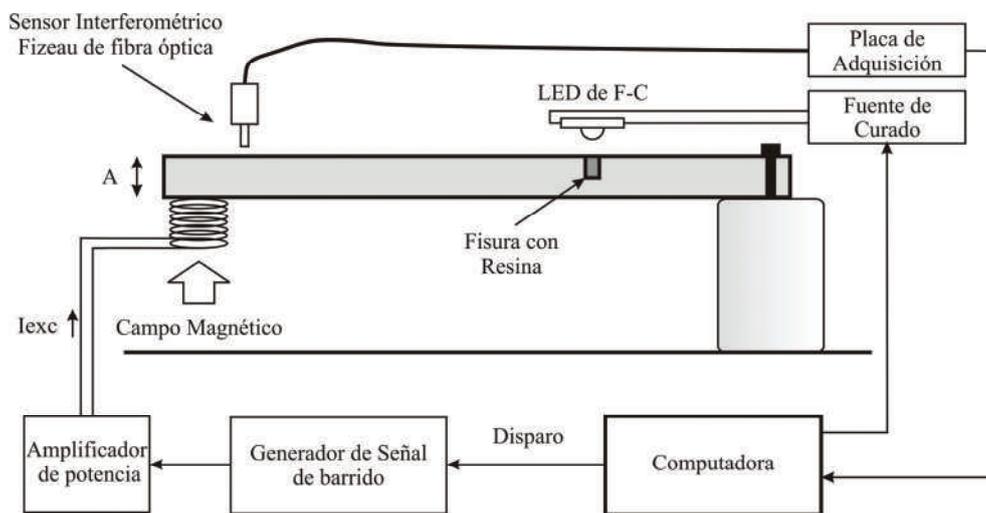


FIGURA 5.1. Esquema experimental básico

La excitación de la barra se produjo mediante una pequeña bobina o solenoide (1 cm de diámetro y 25 vueltas de cable de cobre de diámetro aproximado a 0,2 mm), ubicada en el extremo libre y de peso despreciable comparado al de la barra. Este solenoide fue puesto en la cercanía de un imán permanente, en forma tal que su campo magnético puede considerarse con una densidad uniforme para las dimensiones del arrollamiento.

En estas condiciones, una variación en la corriente de excitación del solenoide genera una fuerza magnética que es aplicada sobre la viga, forzando así a una perturbación proporcional. En este caso, en el que se alimentó el arrollamiento con corriente senoidal de frecuencia variable e intensidad pico de 300 mA, se lograron generar vibraciones en la viga comprendidas entre unas décimas a decenas de micrón, y fueron detectadas mediante el sensor interferométrico de *Fizeau* construido en fibra óptica, emplazado a 1,4 cm del extremo libre.

Para la medición de la resonancia natural de cada estado (frecuencia de resonancia estática), el procedimiento consistió en sintonizar en forma manual el generador de señales (*HP33120A*) hasta verificar la máxima amplitud de vibración en la barra, es decir el interferograma con mayor número de ciclos por período, y adquirir algunos períodos del interferograma para su procesamiento.

Este procedimiento se repitió para algunas frecuencias del entorno y así graficar la curva de resonancia. Este procedimiento se repitió antes y después del curado.

Asimismo, este esquema de excitación, provee una forma sencilla y práctica para barrer en frecuencia dentro del rango de interés, a fin de localizar en forma dinámica la resonancia y su evolución en el tiempo. Se tuvieron especiales recaudos para mantener la corriente sobre el solenoide con amplitud constante y sin distorsiones para descartar variaciones espurias en la medición. Para seguir en forma cierta y correcta la resonancia, se generaron barridos de frecuencia (*Frequency Sweeping*), disparados en forma controlada por la placa de adquisición conectada a una entrada específica del generador (*external trigger*).

La geometría de la barra empleada se presenta en la Fig. 5.2, donde se muestran la localización del sensor de fibra *Fizeau*, así como el detalle de la ranura tallada en la barra.

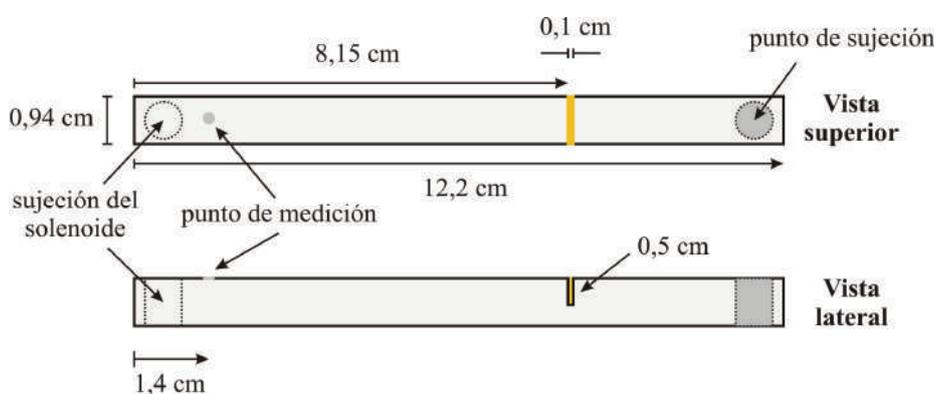


FIGURA 5.2. Detalles de la geometría empleada

La ranura fue realizada con una hoja de sierra de acero rápido de 1 mm de ancho hasta una profundidad del corte de 5 mm. La resina empleada en este trabajo fue BISGMA, con un sistema iniciador compuesto por Camforquinona (CQ) al 1 % y dimetil-aminoetil-metacrilato (DMAEMA).

El tiempo de curado fue en todos los casos de 10 minutos, con irradiación continua de un LED de alta potencia centrado en 465 nm (LUXEON LUMILED – 3 Watts), alimentado convenientemente con una fuente de corriente controlada (LD500 – Thorlabs) @ 500 mA. El LED fué ubicado en forma centrada con respecto a la barra y el corte, a fin de garantizar una uniformidad del curado, a una distancia de $2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

El sensor de *Fizeau* fue dispuesto a una distancia de $14 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ respecto del extremo libre de la barra. En todos los casos se verificó correcta alineación con respecto a la superficie de sensado a fin de evitar problemas de modulación de luz [9].

La señal de interferencia, fue amplificada para obtener una mejor calidad y adquirida en una placa de instrumentación con un software escrito para este caso en particular a fin de tener la versatilidad adecuada.

5.2.1. El problema del sentido en los casos de medición de vibraciones

Este sensor interferométrico, tal como se lo implementa tiene una limitante respecto del sentido de la vibración que detecta. En efecto, un interferograma correspondiente a una superficie

que se acerca al sensor presentará las mismas características que uno correspondiente a otro de una superficie que se aleja (asumiendo que el movimiento tiene el mismo perfil en ambos casos). En el Capítulo 4, este detalle no constituyó un problema debido a que siempre la resina contrae ante una reacción de polimerización de ese tipo.

Pero si la aplicación requiere la determinación del sentido de avance, y no se conoce el fenómeno que motiva el caso, aparece una ambigüedad que puede solucionarse utilizando un esquema más complicado que requiere dos fuentes espectrales próximas que irradian la superficie de prueba. Esto requiere una implementación y un procesamiento adicional complejo y se explica en el Apéndice 4. Sin embargo, existen muchas aplicaciones, como la que nos ocupa en este Capítulo, en la que se miden vibraciones y no se necesita esta información de fase, sino simplemente el valor de la amplitud pico, en consecuencia el esquema original sigue vigente.

5.2.2. Método de cálculo - Medición de pequeñas vibraciones

En la Fig. 5.3. se muestra un interferograma típico, del que se obtienen los gráficos de resonancia. Este es el aspecto típico de una señal interferométrica cuando la superficie bajo medición oscila en forma senoidal. El procesamiento se lleva a cabo de la misma forma descrita en el Capítulo 4.

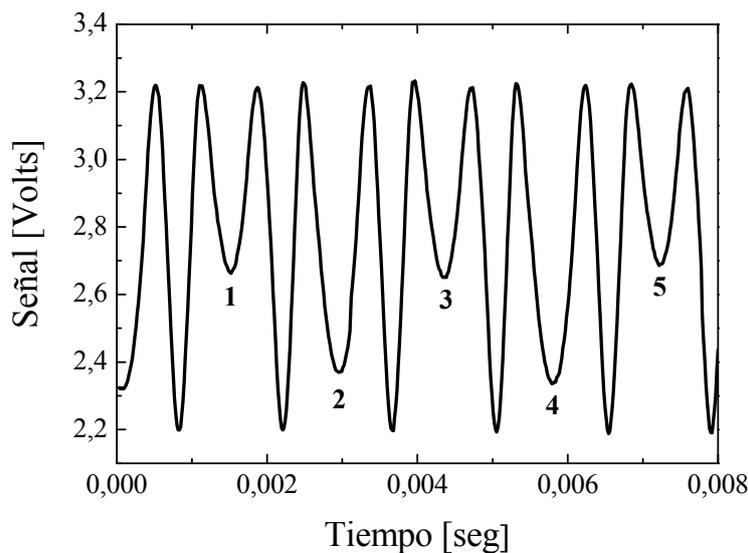


FIGURA 5.3. Interferograma correspondiente a la vibración de la barra con resina sin curar excitada a 349,65 Hz.

Si el sensor es sometido a una superficie que está vibrando dentro del rango de alcance (hasta 300 μm aproximadamente), los interferogramas cambian ligeramente evidenciando un quiebre de fase que marca una simetría a sus lados. Si este quiebre puede determinarse con seguridad, entonces es posible reconstruir la vibración original, teniendo en cuenta que hay que invertir sucesivamente el incremento de la posición para compatibilizarlo con el sentido, según se trate de una acercamiento o alejamiento.

En el caso de la Fig. 5.3, los puntos donde se observa un quiebre en la señal (marcados con números), corresponden a puntos de derivada nula de la vibración, es decir, en los puntos donde la amplitud toma sus valores máximo y mínimo alternadamente. Ahora bien, desde el punto 1 al punto 2, puede tratarse de un acercamiento al sensor, en tanto que del punto 2 al 3 un alejamiento, o

viceversa en razón de la ambigüedad ya comentada. El período de la oscilación corresponde al tiempo entre el punto **1** y **3** y/o **3** y **5**, o bien podría ser entre **2** y **4**, etc. La Fig. 5.4 es el procesamiento de la señal asumiendo que en el punto **1** la viga se aleja del sensor, en tanto que la amplitud de la oscilación queda fijada por el número de franjas entre los puntos de derivada nula.

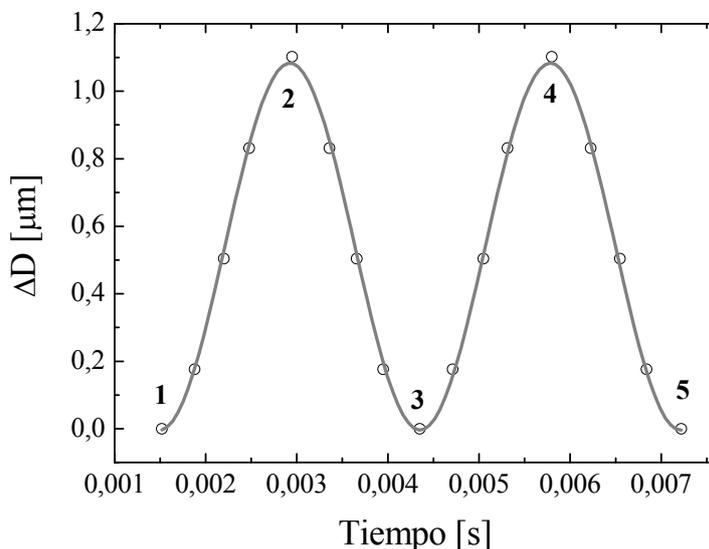


FIGURA 5.4. Señal procesada a partir del interferograma de la Fig. 5.3. considerando un alejamiento inicial. Los puntos marcados corresponden a sus equivalentes en la señal interferente.

Los puntos procesados se muestran con detalle en la Tabla 5.1 para un ciclo completo de la oscilación (correspondiente a los puntos comprendidos entre **1** y **3**).

Ref.	t [s]	$\Delta D[\mu\text{m}]$
1	0,00152	0,00000
	0,00188	0,17650
	0,00220	0,50400
	0,00248	0,83150
2	0,00295	1,10216
	0,00336	0,83150
	0,00366	0,50400
	0,00395	0,17650
3	0,00435	0,00000

TABLA 5.1.

El ajuste que se puede hacer de estos puntos con una curva senoidal es muy bueno. En la tabla 5.2 se adjunta el resultado, junto con sus parámetros correspondientes. La frecuencia de esta curva en particular es de 349,65 Hz, que está de acuerdo con el período del interferograma original de la Fig. 5.3.

<i>Ecuación:</i>	$y(t) = y_0 + A \cdot \text{sen}\left(\frac{\pi(x - x_c)}{w}\right)$	
<i>Adj. R-Square:</i>	0,99781	
<i>Parámetro</i>	<i>Valor</i>	<i>Standard Error</i>
x_c	0,00221	8,73E-06
w	0,00143	4,79E-06
A	0,54361	0,00639
y_0	0,53958	0,00472

TABLA 5.2.

A fin de dar un mayor panorama respecto de cómo son los interferogramas correspondientes, se muestra en las curvas de la Fig. 5.5 aquellos obtenidos sobre una superficie oscilando en forma senoidal y triangular respectivamente.

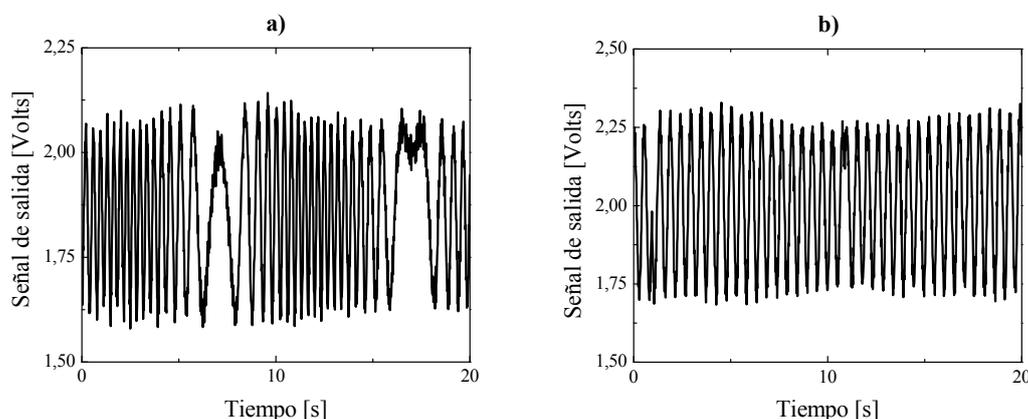


FIGURA 5.5. Interferogramas para vibraciones **a)** senoidal, y **b)** triangular. (ambas de período 20 s y amplitud de oscilación constante).

Para lograr estas oscilaciones se dispuso un pequeño transductor constituido por un solenoide en presencia de un campo magnético suspendido adecuadamente y solidario con la superficie, por el que se hizo circular una corriente convenientemente adaptada proveniente de un generador de señales *HP33120A*.

Se produjo una oscilación de amplitud constante y frecuencia 50 mHz de tipo senoidal (Fig. 5.5.a) y triangular (Fig. 5.5.b). En ambos casos es notable el quiebre y su simetría en los puntos de derivada nula. El procesamiento, tal como se lo describe más arriba y en coherencia con lo explicado en el Capítulo 4, implica la determinación de los tiempos para los cuales se suceden los quiebres de señal, para modificar el sentido del incremento en $\Delta d = \lambda/2$.

Los resultados del procesamiento se muestran en las curvas de la Fig. 5.6, respectivamente, donde se puede apreciar la buena reconstrucción de la oscilación, tanto en su amplitud como en su frecuencia. Los errores de los resultados mostrados son menores al tamaño de los puntos.

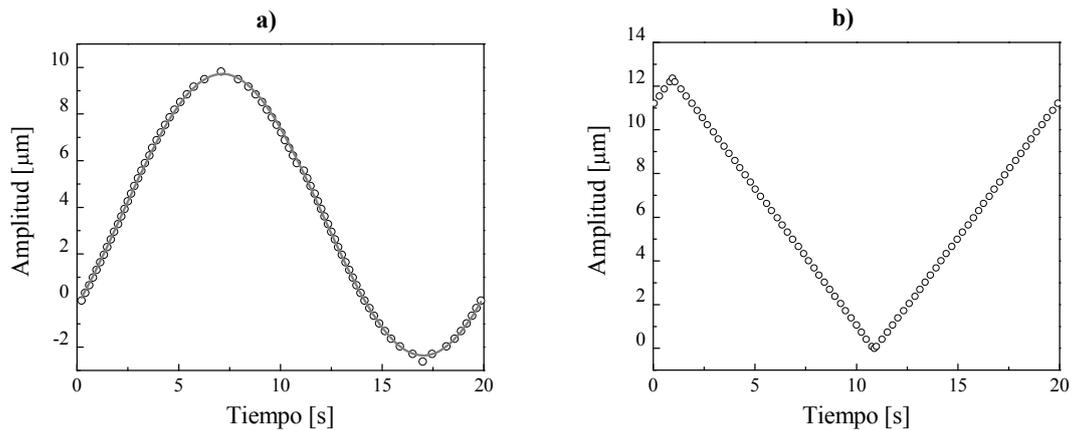


FIGURA 5.6. Resultados respectivos del procesamiento de las señales mostradas en la Fig. 5.5. (Condición: $f = 50$ mHz, $A = 50$ mV)

5.2.3. Generación de barrido en frecuencia

La evolución de la condición de resonancia se realizó en forma dinámica generando barridos de frecuencia en la corriente senoidal de alimentación del excitador. A fin de sincronizar cada adquisición correspondiente al barrido, se controló todo el proceso con una computadora programada para iniciar cada barrido y la adquisición en forma controlada y sincrónica.

El barrido en frecuencia fue configurado, a partir de las condiciones de esta viga, de 200 a 500 Hz, en modo lineal y una duración de 4 s (es decir un barrido en frecuencia de 75 Hz/seg). En consecuencia, como se verá, la señal total adquirida, consiste en una serie de interferogramas complejos grabados en una ventana de tiempo de 4 s.

Cada interferograma tiene frecuencia y amplitud variable, pero en donde se produce la resonancia (i.e. máxima amplitud de oscilación), se observa un valor máximo debido a un aumento de la amplitud de oscilación, lo que acerca más la viga a la cara del sensor. De este modo, cada ventana presenta un pico de amplitud cuya aparición temporal relativa marca la frecuencia para la cual está ocurriendo (la conversión es precisamente 75 Hz/seg).

El procesamiento posterior de la medida dinámica consistió simplemente en localizar el máximo de cada barrido, correspondiente a la frecuencia de resonancia en el instante de medición. Un análisis detallado del sensor y el proceso de fotocurado se puede consultar en los Capítulos 3 y 4 respectivamente.

La Fig. 5.7 explica gráficamente el concepto en forma más detallada. En **b)** se muestra el perfil con el que se varió la frecuencia de excitación del solenoide, con el cual se aplicó una vibración a la viga que permite medir la resonancia mostrada en **a)**. Es notable el paso de la barra por la resonancia, cuando experimenta su mayor amplitud.

Por la dimensión de la viga empleada no hay desfase entre la vibración y la frecuencia de excitación. Vale decir que si se establece la ventana temporal de trabajo (4 s) y a partir de allí se mide el tiempo para el cual se obtiene la máxima señal, entonces se puede calcular sencillamente la frecuencia a la que ésta ocurre.

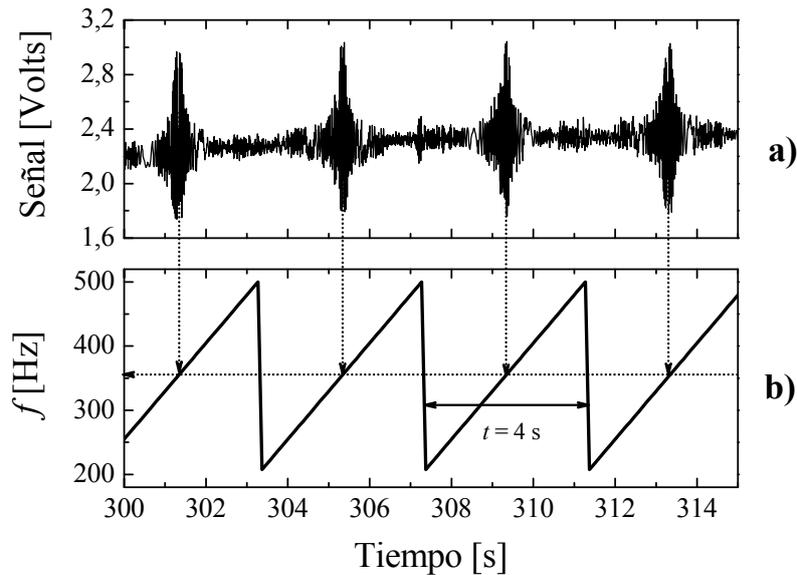


FIGURA 5.7. Detalle del método de medición dinámica de la frecuencia de resonancia.
a) Señal interferente correspondiente al barrido continuo. **b)** Perfil de barrido en frecuencia empleado.
 Para este caso $f_0 \approx 360 \text{ Hz}$.

En el caso mostrado, para el rango elegido de 300 a 315 s de curado, ya no se registraron variaciones notables en la resonancia. En este sentido se observa una periodicidad en la aparición del pico de resonancia y una misma posición relativa a la ventana en todos los casos. Como la adquisición de cada ventana se hizo en sincronismo con el inicio del barrido (ya que el *software* controlaba estos eventos), el procesamiento consistió en una tarea muy simple, que incluso podría sistematizarse.

5.3. Resultados experimentales

Aplicando los procesamientos mencionados en la sección anterior se efectuaron mediciones de frecuencia de resonancia para los diferentes estados de la viga, ya sea sin ranura y con ranura, antes y después del curado. Luego las medidas que complementan la evolución dinámica entre los estados previo y posterior al curado y finalmente se comenta un efecto secundario observado en que permite una deducción interesante respecto a la contracción volumétrica de la resina colocada en la ranura.

5.3.1. Resonancia estática

Para la barra de aluminio empleada, y con las dimensiones mencionadas, la frecuencia estimada de oscilación según la ec. (5.1) debe ser 385,3 Hz. Con la ranura, a partir de la Fig. 5.8 puede estimarse una nueva resonancia que disminuye hasta $\approx 328,89 \text{ Hz}$. También se muestra en el mismo gráfico la condición de resonancia con la barra y la ranura llena de resina sin fotopolimerizar.

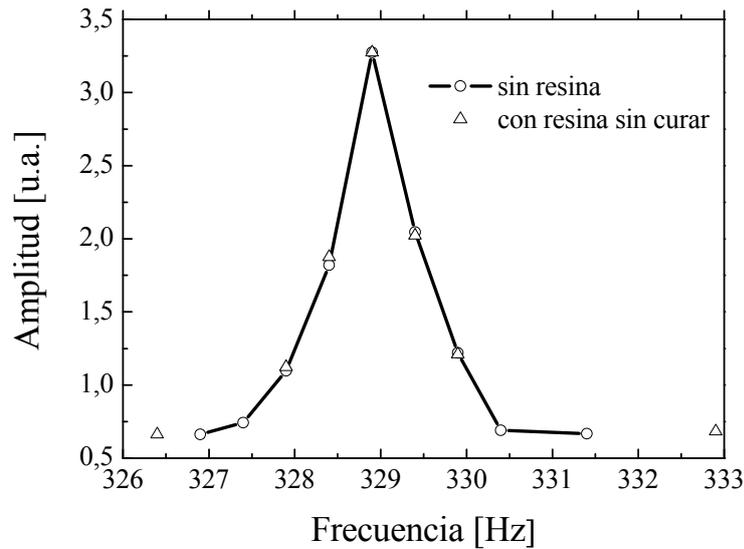


FIGURA 5.8. Resonancia de la viga con la ranura sin resina y con resina previo al curado. (Nótese la perfecta superposición de los puntos. Puede concluirse que la resonancia inicial no cambia por la presencia de resina).

La conclusión interesante que puede formularse, debido a que ambas situaciones presentan una misma respuesta a la excitación, es que la resina en su estado líquido no alteraría las propiedades mecánicas de la viga, manteniendo la misma frecuencia de resonancia. La superposición de ambas curvas es notable y se destaca la calidad de las mismas.

A continuación, en la Fig. 5.9 pueden verse las resonancias para la viga normal, viga con ranura vacía con resina sin curar y finalmente con resina polimerizada.

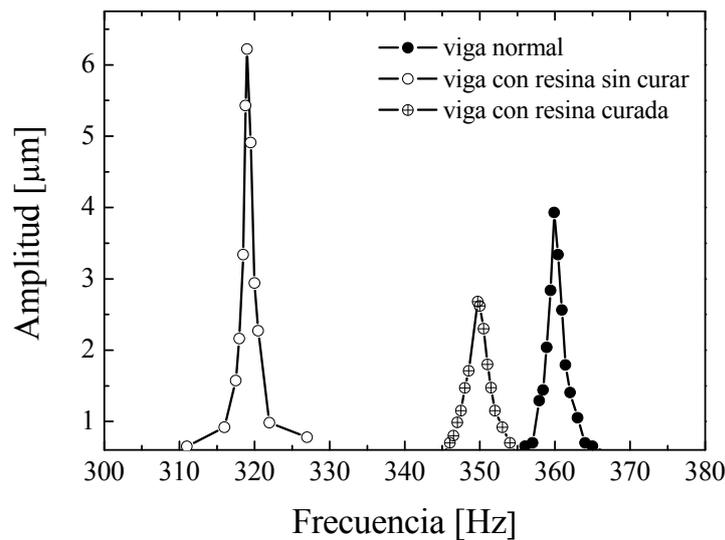


FIGURA 5.9. Resonancia para la viga normal sin ranura, viga con ranura y resina sin curar y luego del curado. Se pueden apreciar los cambios en la resonancia previa a la polimerización, y la variación correspondiente en la amplitud de la vibración.

Varias conclusiones pueden obtenerse a partir de las frecuencias y amplitudes de cada una:

- La amplitud de oscilación de la viga normal fue menor a la correspondiente a la viga con la ranura.
- Como se esperaba, la frecuencia natural disminuyó considerablemente. Definitivamente la ranura realizada cerca del extremo fijo reduce la sección, por lo que la viga ofrece menos resistencia a la excitación (mayor amplitud) y consecuentemente disminuye su frecuencia de resonancia natural como lo predice la ec. (5.1).
- Cuando la viga con resina es curada, se observa una recuperación parcial de las propiedades iniciales, la frecuencia natural se recupera en un 75 % del rango total (aumentando) y la amplitud de oscilación es radicalmente menor a la correspondiente a resina sin polimerizar, que se reduce en un 50 %. Sin embargo, dicha amplitud es menor a la de la viga normal, por lo que se puede inferir una mayor rigidez provista por el conjunto viga - ranura vitrificada.

Estos resultados, permiten obtener varias conclusiones sobre la estructura del polímero antes y después de la fotopolimerización, pero como se comentó más arriba, resulta interesante conocer la dinámica en la que estas resonancias fueron evolucionando.

5.3.2. Resonancia dinámica

La frecuencia natural de la barra es razonablemente mayor que la que se verifica una vez hecha la ranura. Este hecho experimental se debe a que una debilitación tan cercana al punto fijo disminuye su rigidez, por lo tanto para una excitación constante, la resonancia es menor pero de amplitud mayor. A medida que avanza la polimerización, las propiedades cambian devolviendo en parte, la rigidez original a la barra. Mediante un seguimiento de la evolución del curado, es posible determinar para que tiempo promedio se alcanza un estado mayoritariamente sólido.

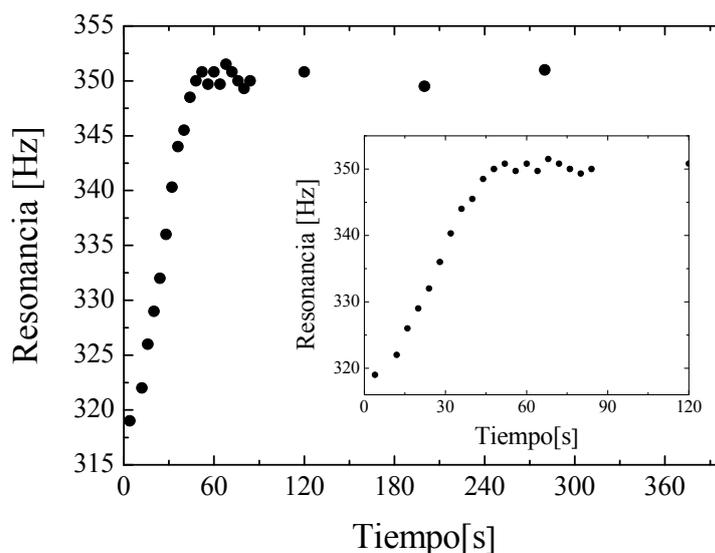


FIGURA 5.10. Curva que muestra la evolución de la frecuencia de resonancia para un curado normal. En el agrgado se muestra con mayor detalle la evolución para los primeros dos minutos.

En la Fig. 5.10 se muestran los resultados aplicando la técnica descrita en la sección anterior. Esta curva corresponde a la fotopolimerización cuyo cambio de resonancia se presentó en la Fig. 5.9. La dinámica no resulta desconocida, ya que presenta un comportamiento sigmoideo coherente con las medidas estáticas, yendo desde una resonancia inicial de ≈ 320 Hz, a la frecuencia final establecida en ≈ 350 Hz.

En el gráfico agregado de esta figura, se vuelven a mostrar con mayor detalle los primeros dos minutos de irradiación, donde se constata que más del 90 % de la resonancia evoluciona en los primeros 60 s de curado.

Este resultado aporta nuevos datos sobre estas resinas. Hasta ahora, no se había indagado acerca de lo que ocurre en el material a nivel estructural que como se observa, vitrifica muy rápidamente, con una constante de tiempo menor que la contracción volumétrica, hecho que se pone de manifiesto con este enfoque vibracional.

A fin de ilustrar mejor este método y probar su fiabilidad, se muestra en la Fig. 5.11 el resultado de otra medición hecha de una barra de igual geometría. Para este caso, la frecuencia experimentó una variación desde 319,6 Hz para la resina sin curar, hasta aproximadamente 360 Hz con resina curada, siguiendo una dinámica que es mostrada en el agregado.

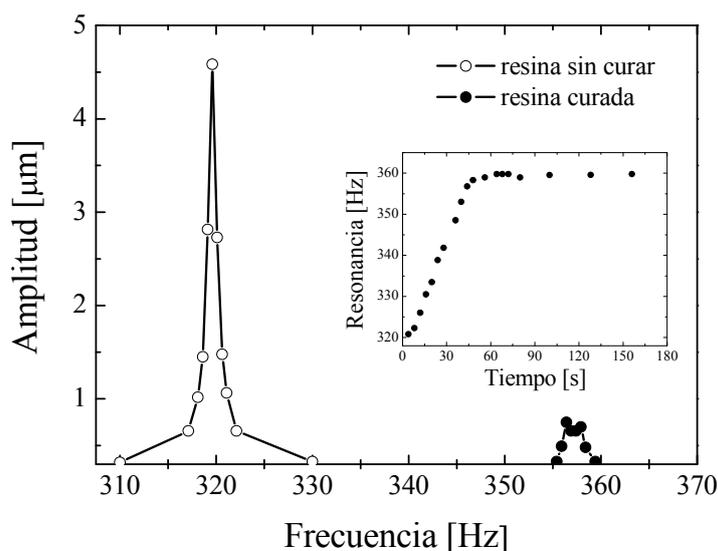


FIGURA 5.11. Otro ejemplo en donde se muestran las resonancias antes y después del curado. Figura agregada: su evolución temporal.

5.3.3. Efecto de contracción volumétrica

A partir de las señales interferométricas complejas que dan lugar a las curvas de resonancia en función del tiempo como las mostradas en la Fig. 5.10, se pudo observar sobreimpreso un segundo fenómeno, consecuencia de la contracción de la resina dentro de la ranura.

El fenómeno está originado en la flexión micrométrica que sufre la barra, disminuyendo progresivamente la cavidad interferente entre el sensor y la barra de aluminio en forma independiente a la medición de resonancia.

A diferencia de la vitrificación, que se pone de manifiesto a partir de la evolución de la resonancia en el tiempo, este efecto avanza con una dinámica más lenta. El detalle se muestra en la Fig. 5.12.

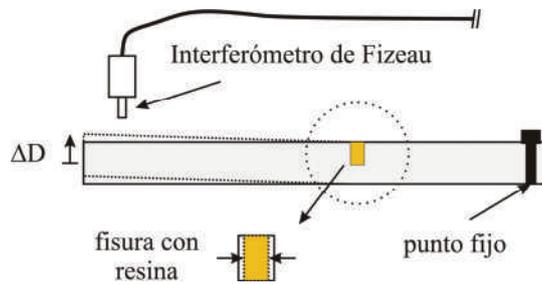


FIGURA 5.12. Detalle de la flexión amplificada por la barra debido a la contracción en volumen de la resina.

Alternativamente, dado que la resina está ubicada sobre la viga cantilever de aluminio se puede asegurar que el efecto térmico que fuera estudiado en el Capítulo 4, responsable de una inicial expansión y posterior contracción de la resina, puede despreciarse debido a la disipación que ofrece la viga en sí. Además la superficie de contacto con la viga es mayoritaria, de manera que cualquier generación de calor es evacuado eficientemente. De todas maneras, se realizó una medida de temperatura, siguiendo la técnica de la termocupla mencionada antes, y apenas se registró un incremento total de ≈ 2 °C en todo el proceso.

A su vez, la distancia entre la ranura y el punto de medida (> 10 cm), provee una amplificación suficiente como para detectar sin problemas estas pequeñas contracciones. Este fenómeno también permite evaluar por una vía alternativa y en forma simultánea, el grado de contracción de la resina (ya estudiada anteriormente) [10, 11], a través de la amplificación que provee el extremo de la barra.

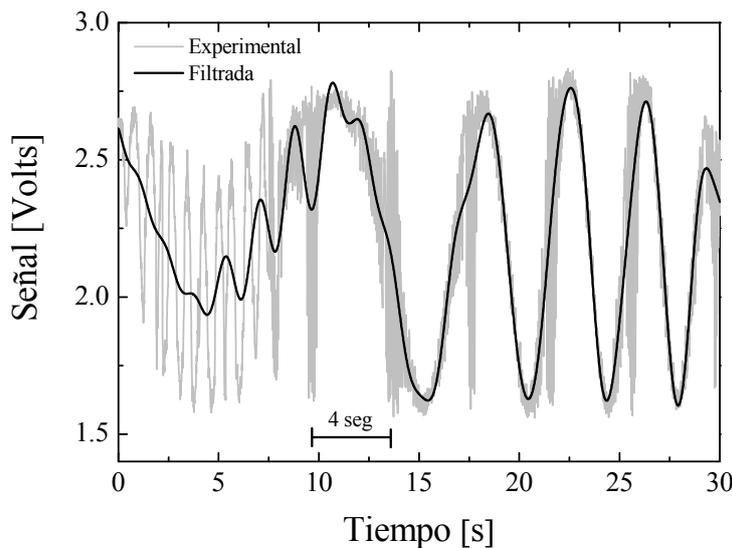


FIGURA 5.13. Detalle de la señal del sensor junto con una versión filtrada (filtro pasabajos con $f_c = 0,7$ Hz) que elimina el efecto del pasaje por la resonancia (señal de alta frecuencia de período 4 s). Sensor ubicado a 1,4 cm del extremo libre.

La Fig. 5.13 permite mostrar los dos efectos superpuestos: la curva compuesta por las sucesivas ventanas para el seguimiento de la resonancia, constituida por los picos ya estudiados más arriba; y una señal de frecuencia menor, que es en definitiva otro interferograma generado por la variación de la cavidad resonante. Para destacarla aún más, se aplico un procesamiento mediante un filtrado pasa-bajos.

El aspecto de la curva de baja frecuencia es muy similar a cualquiera de las curvas presentadas en los Capítulos precedentes, y dado que está relacionado con la contracción, su procesamiento debería brindar un resultado coherente con los anteriormente presentados [10].

De todas maneras, y a fin de validar esta segunda señal, se llevó a cabo otro experimento sencillo, en este caso curando la muestra de resina en la misma viga, en iguales condiciones, pero sin la señal de barrido en frecuencia.

La Fig. 5.14 es la gráfica del interferograma correspondiente a esta medición, como puede apreciarse, no está presente la componente de alta frecuencia consecuencia del barrido de búsqueda y localización de la resonancia.

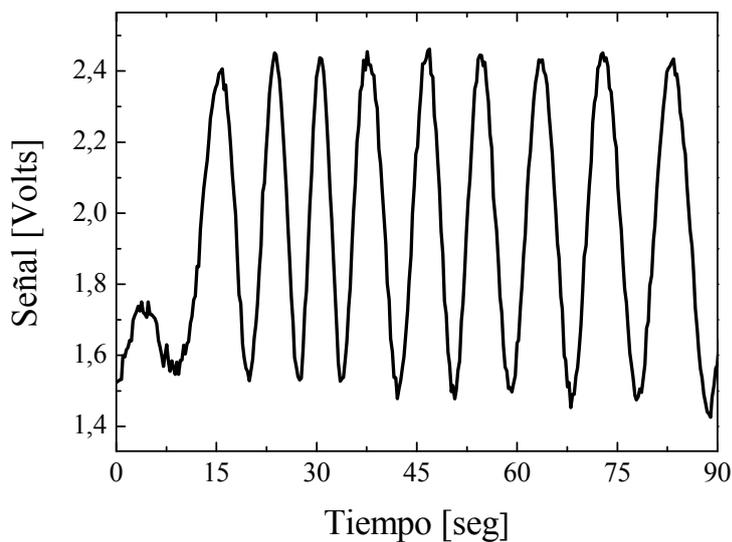


FIGURA 5.14. Interferograma correspondiente a un curado sin barrido en frecuencia.

El procesamiento de las curvas 5.13 y 5.14 está en concordancia y su resultado se exhibe en la Fig. 5.15. Si bien estas medidas se realizaron con el interferómetro a la misma distancia con respecto al extremo libre de la viga, podrían compatibilizarse medidas realizadas en diferentes posiciones, en razón de la linealidad de la flexión generada, proporcional a la distancia con respecto al extremo fijo.

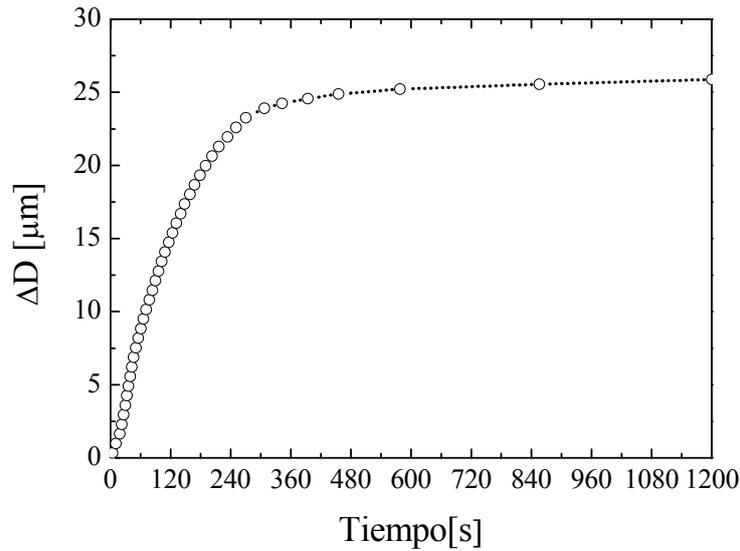


FIGURA 5.15. Efecto de la contracción absoluta de la resina, medida desde 1,4 cm del extremo libre.

La Fig. 5.16 corresponde a la contracción absoluta de DMAEMA/CQ[1 %] en una probeta de 1 mm de espesor.

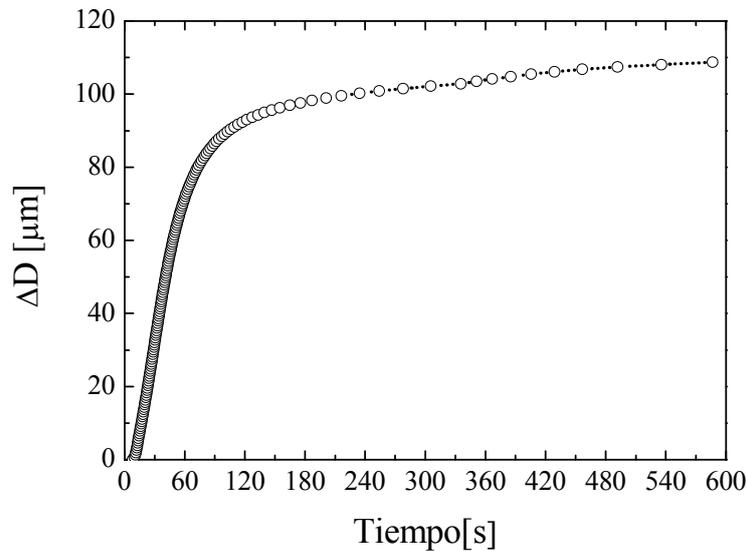


FIGURA 5.16. Contracción absoluta para la misma resina en una probeta de 1 mm de espesor (Capítulo 4).

Comparando esta curva con la mostrada en la Fig. 5.15 se puede concluir que este fenómeno está relacionado con la contracción volumétrica. Existen diferencias en cuanto a la magnitud de contracción total en ambos casos, así como en la dinámica con la que evolucionan. Estas pueden ser atribuidas, entre otras causas a:

- Las diferentes geometrías de curado: en el caso de la muestra original, se trataba de una probeta cilíndrica de espesor de 1 mm y diámetro 1 cm, en tanto que para el caso de la viga

la muestra es en definitiva la ranura con espesor aproximado de 5 mm, ancho 1 mm y largo 9 mm.

- Los materiales del molde: en el experimento original es un molde de goma que complica la evacuación del calor, y en la viga la muestra está rodeada de aluminio, con lo que el calor generado en la reacción es evacuado en forma más eficiente y con tiempos mucho menores que los propios de la dinámica del proceso de curado.
- La incidencia de la luz: en el caso de la muestra original la sección transversal es circular y su diámetro mucho mayor que el espesor, de forma tal que la luz atraviesa una sola vez el material. En el caso de la viga la situación es inversa ya que la sección es rectangular del orden de 1 mm de ancho, con un espesor de 5 mm, pero en este caso la re-inyección de la luz por las paredes de aluminio de la probeta contribuyen a una polimerización más eficiente.

Adicionalmente, por las características del método, la viga provee un factor de amplificación, que en primera aproximación y por la magnitud de la contracción, puede considerarse lineal y proporcional a la distancia entre el punto de medición y la ranura.

5.4. Comentarios del Capítulo

Este Capítulo complementa los resultados obtenidos en el Capítulo anterior a partir de las medidas realizadas sobre una viga de aluminio cantilever sometida a vibraciones controladas. Con este enfoque clásico de la acústica y mecánica se pudo comprender mejor el aspecto estructural de las resinas en su proceso de polimerización.

Debido a las características de la magnitud a medir, la aplicación del sensor interferométrico de *Fizeau* resultó clave, enfatizando fundamentalmente su carácter no invasivo, permitiendo una medición muy confiable y precisa de la frecuencia de resonancia. En conjunto se presentó una metodología que brinda en muy pocas mediciones varios aspectos complementarios de las nuevas resinas de diseño en laboratorio. Se trata de un método simple, que permite evaluar varios parámetros: contracción polimérica, resonancia inicial y final y evolución de resonancia (vinculada al proceso de vitrificación).

5.5. Referencias

1. Sheehy M., Punch J., and Rodgers B. *The response of a miniature scale cantilever beam to high-G impact stimuli*. in *IMECE 2006*. 2006. Chicago, USA.
2. Young W. C. and Budynas R. G., *Roark's Formulas for Stress and Strain*. 7th ed. 2002: McGraw-Hill.
3. Doebling S. W., Farrar C. R., Prime M. B., and Shevitz D. W., *Damage identification of structural and mechanical systems from changes in their vibration characteristics: a literature review*. Los Alamos National Laboratory Report N° LA-13070-MS, 1996.

4. Salawu O. S., *Detection of structural damage through changes in frequency: a review*. Engineering Structures, 1997. **19**: p. 718 - 723.
5. Laura P. A. A., *Effects of cracks on the vibrational behavior of structural mechanic systems: diagnosis tests*. Institute of Applied Mechanics, Bahia Blanca, Argentina, Publicacion IMA N° 98, 1998. **18**.
6. Laura P. A. A., La Malfa S., and Bambill D. V., *Monitoring the structural health through changes in frequency*. J. Sound Vib., 1998. **212**(5): p. 909-911.
7. Tomasel F. G., Larrondo H. A., and Laura P. A. A., *Detection of cracks in cantilever beams: experimental set-up using optical techniques and theoretical modelling*. J. Sound Vib., 1999. **228**(5): p. 1195-1204
8. Tomasel F. G. and Laura P. A. A., *Assesing the healing of mechanical structures through changes in their vibrational characteristics as detected by fiber optic bragg gratings*. J. Sound Vib., 2002. **253**(2): p. 523-527.
9. Andres M. V., Tudor M. J., and Foulds K. W. H., *Analysis of an Interferometric optical fibre detection technique applied to silicon vibrating sensors*. Electron. Lett., 1987. **23**(15): p. 774-775.
10. Arenas G., Noriega S., Claudia V., and Duchowicz R., *Polymerization shrinkage of a dental resin composite determined by a fiber optic Fizeau interferometer*. Opt. Comm., 2007. **271**(2): p. 581-586.
11. Arenas G., Noriega S., Mucci V., Claudia V., and D. R., *Contraction Measurements of Dental Composite Material during Photopolymerization by a Fiber Optic Interferometric Method*. AIP Conf. Proc., 2008. **992**(1): p. 225-230.

CAPITULO 6

Conclusiones

A partir de la introducción hecha en el Capítulo 2, se planteó el potencial que los sensores con fibra óptica ofrecen desde hace varios años en una gran gama de aplicaciones, con suficiente versatilidad y grandes ventajas. Además la aplicación de sensores basados en fibra óptica se consolida año tras año, conforme los costos se reducen debido el auge de las comunicaciones ópticas y la optoelectrónica.

Si bien las ventajas y prestaciones de estos dispositivos son únicas y muy atractivas, es necesario reconocer que su principal aplicación está recomendada más fuertemente en aquellas situaciones en las que las técnicas convencionales no son buenas, pueden ser potencialmente peligrosas, o bien en donde aún no existe una solución eficiente.

Los estudios que se llevaron a cabo en el Capítulo 3 permitieron implementar con éxito dos sensores interferométricos multi-haces muy similares conceptualmente pero con aplicaciones diferentes. En el primer caso un sensor extrínseco formado por una fibra óptica y una superficie de gran reflectividad, y luego uno en que la cavidad interferente se formó con dos fibras de iguales propiedades.

El interferómetro de baja fineza, complementado con un medio de alta ganancia generó emisiones múltiples con separaciones espectrales entre picos de gran resolución y alto contraste. Este sistema resultó muy sensible a desplazamientos por lo que resulta de gran aplicación en desarrollos de sensores de posición o de vibración micrométricos.

Además, dada las propiedades espectrales de este emisor superradiante, el mismo reúne las condiciones para constituirse en una importante herramienta para el análisis de enlaces que utilizan multiplexado denso por división de longitud de onda (*DWDM*).

El Capítulo 4 resume específicamente los resultados experimentales obtenidos con el interferómetro de *Fizeau*. Se estudió la evolución temporal de la contracción generada en resinas utilizadas como material de restauración en tratamientos dentales durante su polimerización. Dicho análisis es importante para considerar el efecto de tensiones residuales en el material y se llevó a cabo en diversos tipos de resinas.

El método presentado ofrece una excelente resolución (mejor a 0,1 micrones), brindando información detallada de la contracción de manera continua, lo que puede colaborar a un mejor entendimiento de los procesos que se dan dentro de éstos materiales. Es simple, compacto, no invasivo y auto-calibrado.

Los interferogramas grabados y posteriormente analizados para la estimación del perfil de contracción brindan resultados reproducibles, demostrando una buena correlación con aquellos obtenidos por otras técnicas.

Complementado con otras mediciones simples como temperatura y transmisión, los datos permiten un análisis y caracterización integrales de otros materiales dentales en desarrollo, que tienen un comportamiento diferente a las resinas comerciales debido a su formulación y composición.

La capacidad de coleccionar datos a alta velocidad permite la medición en tiempo real de reacciones con tasas de polimerización extremadamente altas. Además, constituye una alternativa notable a sus equivalentes de alta resolución, hechos con elementos de óptica discreta, por estar libre de problemas vinculados con polarización y perturbación del medio.

Una de las principales conclusiones está relacionada con el cambio volumétrico medido durante la fotopolimerización, que resulta ser una combinación de contracción polimérica y expansión térmica seguida de contracción térmica. El detalle más relevante es que el coeficiente de expansión térmica de las resinas varía conforme ésta polimeriza, parámetro obtenido con el método de la termocupla, complementando el sensor de *Fizeau*.

Las curvas de contracción obtenidas usando esta técnica son muy precisas, y junto con los demás estudios se pueden analizar varios aspectos de los procesos internos ligados a la polimerización. En particular, por ejemplo para las resinas de laboratorio, se observó que la demora en los tiempos de inicio de contracción es atribuida a la presencia de inhibidores de polimerización y oxígeno disuelto, pero también debidas a la expansión térmica que tiene lugar cuando la excitación comienza.

Debido a la diferencia hallada entre las resinas en estado de goma y vitrificadas, el aumento en volumen debido a la expansión térmica durante el calentamiento de las muestras fue mayor que la correspondiente disminución en el periodo de enfriado. Como resultado la resina vitrifica con un volumen mayor que el calculado por la contracción debida a la polimerización.

Finalmente, en el Capítulo 5 se complementó el método con una técnica acústica que brindó suficiente información para deducir los procesos de solidificación actuantes durante el fotocurado, lo que permitió conocer y comparar la velocidad de vitrificación con la polimerización y la relajación térmica. Se determinaron varias cuestiones, entre otras: que la resina no altera las propiedades físicas de la barra, previo al curado; que las barras disminuyen su frecuencia de resonancia cuando sufren algún deterioro en su estructura; y que el proceso de curado devuelve en gran parte las propiedades elásticas originales, por lo que se puede deducir que la resina curada presenta en conjunto propiedades similares a la barra.

Se ha demostrado anteriormente la influencia del aumento de temperatura debido al proceso de polimerización, responsable en parte de una disminución inicial de la contracción. En este caso, por tratarse de un material conductor térmico, evacua rápidamente el calor generado durante la fotopolimerización, por lo que pareciera no afectar en la medida de la flexión. El fenómeno total observable es el de contracción pura, que amplificado por el largo de la barra provee una forma de estimación de considerable sensibilidad.

A su vez, el salto de frecuencia de un estado a otro, junto con su evolución en función del tiempo, revela que la rigidez se alcanza mucho antes que se complete polimerización de la resina. En las mediciones realizadas se pudo determinar que la estabilización en la resonancia se registra para un 20 % del tiempo de curado total.

Como líneas de trabajo futuras pueden mencionarse principalmente tres:

La primera debe ser la continuación natural del método general de sensores interferométricos aplicados a las resinas poliméricas, ya que resulta evidente la importancia del problema de contracción volumétrica y los datos aportados por éstos sensores pueden complementar este proceso de diseño y producción.

En segundo lugar ubicaremos la aplicación de los sensores a la estimación de vibraciones, para lo cual se necesita trabajar en la implementación de sistemas de detección como los planteados en el Apéndice 4.

La tercera línea, pensando en los sensores con fibra óptica en términos más amplios, debe ser la aplicación de diferentes clases de sensores en la caracterización de materiales poliméricos, en particular de redes de *Bragg* embebidas en estos materiales. Se trata de una línea de trabajo muy familiar a los Laboratorios involucrados en ésta Tesis, con suficiente experiencia como para encarar satisfactoriamente nuevos trabajos.

APENDICE 1

Componentes de Sistema - Generalidades

A1.1. Fibras Ópticas – introducción elemental

Una fibra óptica es una guía de onda cilíndrica de material dieléctrico (generalmente SiO₂), compuesta de un núcleo o *core* de radio a , y un recubrimiento o *cladding* de radio b que difieren en su índice de refracción (n_1 y n_2 respectivamente) en apenas unas centésimas (Fig. A1.1).

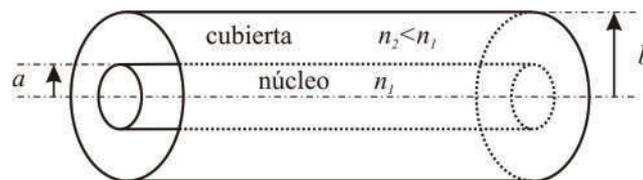


FIGURA A1.1. Fibra óptica convencional.

La luz se propaga por la fibra óptica mediante el principio fundamental de reflexión interna total dada por la Ley de *Snell*:

$$n_1 \cdot \text{sen}(\theta_1) = n_2 \cdot \text{sen}(\theta_2) \quad (\text{A1.1})$$

A partir del planteo de la ley de *Snell* en las interfases aire-núcleo de la fibra, y núcleo-recubrimiento (Fig. A1.2), se pueden definir los siguientes parámetros propios de la fibra óptica:

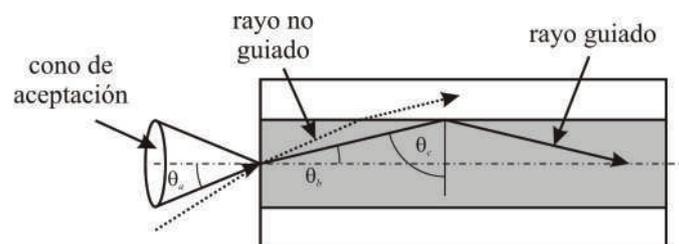


FIGURA A1.2. Guiado de la luz en una fibra óptica.

Angulo Crítico: tomado con respecto a la normal que se muestra en la figura. Corresponde al máximo ángulo de incidencia con el que un haz podrá propagarse. Se expresa en función de los índices de refracción:

$$\text{sen}(\theta_c) = \frac{n_1}{n_2} \quad (\text{A1.2})$$

Apertura Numérica: conocido también como “cono de aceptación”. Es otra manera de expresar el ángulo crítico.

$$NA = \text{sen}(\theta_a) = \sqrt{(n_1^2 - n_2^2)} \quad (\text{A1.3})$$

A1.2. Perfiles típicos de índices de refracción

Existen diferentes perfiles de índice de refracción de una fibra óptica, todos diseñados para optimizar la transmisión de la luz. Acotado a nuestro estudio, podemos distinguir dos tipos de perfiles rectangulares en los que el valor de n tiene un valor para el núcleo y otro para el recubrimiento. En función del número de modos que permita guiar la fibra se clasifican en monomodo y multimodo. En la Fig. A1.3 se muestran sus esquemas.

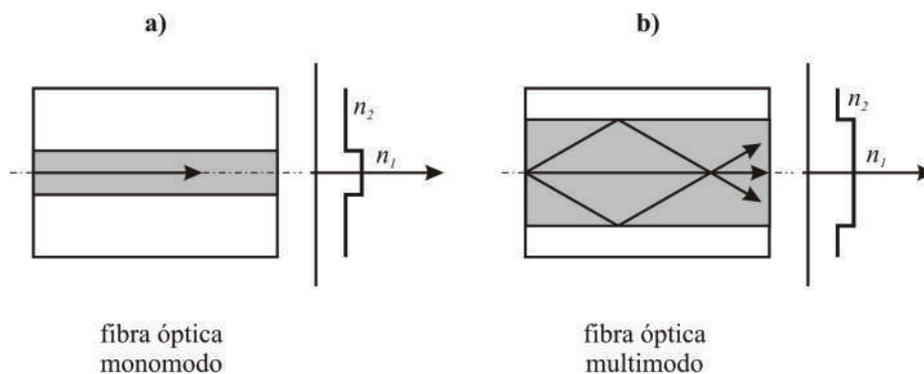


FIGURA A1.3. Perfiles rectangulares del índice de refracción.
a) monomodo; b) multimodo.

Para el caso de la fibra monomodo el núcleo y el *cladding* presentan cada uno un índice propio uniforme, sin transición en la interfase. En función de la longitud de onda utilizada y las dimensiones de la fibra (por lo general radio del núcleo menor a $8 \mu\text{m}$) se trata de fibras que permiten sólo un modo de propagación. Para dimensiones del núcleo mayores, existen otros modos de propagación simultáneos que dan lugar a diferencia de caminos entre modos, que es el caso de las fibras multimodo.

Esto constituye una causa de dispersión (Dispersión Modal) que se soluciona mediante el empleo de perfiles especiales. El más conocido es el perfil gradual cuyo índice de refracción varía en forma suave, por ejemplo parabólicamente, obligando a los modos que se alejan del núcleo a propagarse a mayor velocidad, compensando así a los modos centrales.

APENDICE 2

Descripción de los sistemas asociados al sensor de *Fizeau*

Este Apéndice resume todos los datos del *hardware* y *software* empleados para trabajar con el sensor, se brindan algunos detalles de calibración, especificaciones de las fuentes de curado empleadas en la parte experimental de los Capítulos 4 y 5, finalizando con el código de programación generado para controlar y adquirir los datos en una PC.

A2.1. Especificaciones

En la Fig. A2.1 se observa un diagrama en bloques del sensor de fibra óptica *Fizeau* y los demás componentes que lo sustentan.

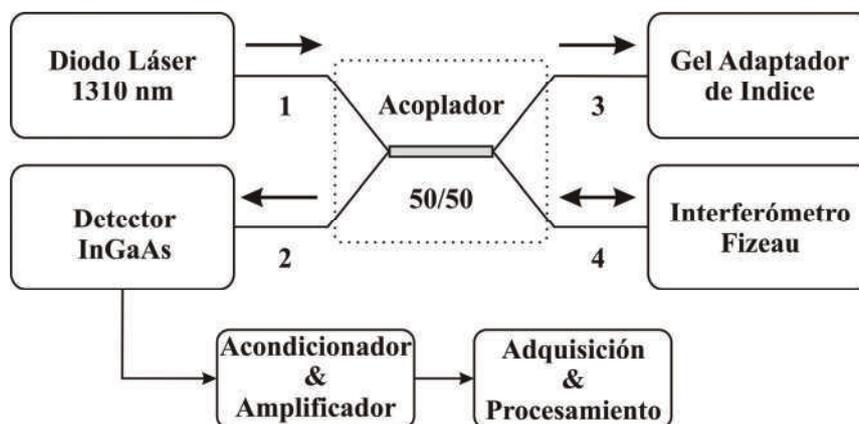


Figura A2.1. Diagrama esquemático experimental

Fuente: Diodo láser Mitsubishi 725B8F – 1310 nm, controlado por una fuente LD2000 (Thorlabs), colimado y enfocado mediante un sistema óptico KT112 (Thorlabs).

Acoplador: Thorlabs 10202-50, 2x2 - 50/50. Rango de trabajo 1310/1550 nm, ventana de +/-40 nm. Este dispositivo tiene sus cuatro extremos con conectores FC provistos. Fibra monomodo SMF28e, diámetro del núcleo 8,2 μm , Atenuación @ 1310 nm de 0,33 ~ 0,35 dB/Km.

Adaptador de índice: Comercial, de índice de refracción similar al núcleo. En este caso se empleó alcohol isopropílico ($n \approx 1,376$).

Detector: DET410 (Thorlabs), es un detector tipo InGaAs PIN, con una respuesta entre 700~1800 nm con un máximo en 1500 +/- 50 nm. Este detector permite medir la potencia dentro de la fibra, que es en definitiva la potencia efectiva con la que se trabaja. Para ello, el fabricante brinda la curva de la responsividad $\mathfrak{R}(\lambda)$ como una función de la longitud de onda de trabajo, y a partir de la resistencia de carga R_{load} que se emplee y el valor de tensión V_o medido entre sus conectores de salida, se estima la potencia óptica como

$$P = \frac{V_o}{\mathfrak{R}(\lambda) \cdot R_{load}} [Watts] \quad (A2.1)$$

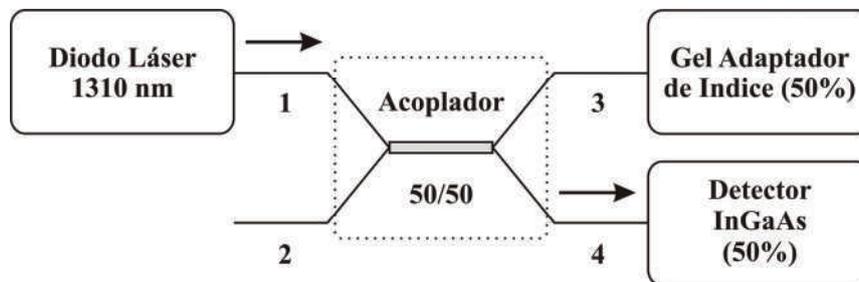


FIGURA A2.2. Arreglo usado para la medición de la potencia efectiva presente en la fibra óptica.

Para $\lambda=1310$ nm, la responsividad vale $\mathfrak{R}=0,89$ A/W, la resistencia elegida para cargar el detector fue de $1 M\Omega$, y empleando el esquema de la Fig. A2.2 se midió el valor de tensión para la mejor calibración y alineación óptica: 1,2 Volts. Esto implica una potencia de trabajo de aproximadamente:

$$P = \frac{1,2V}{0,89 \frac{A}{W} \cdot 1M\Omega} = 1,34 \times 10^{-6} W \quad (A2.2)$$

Es decir que la potencia de la fuente coherente disponible en la fibra es de $1,34 \mu W$. La potencia que inyecta realmente el láser dentro de la fibra, gracias al calibrador y posicionador KT112, será del doble ya que en ese brazo la radiación es de la mitad por el acoplador propio.

Acondicionador & Amplificador: en razón de la baja intensidad propia del sensor, fue necesario diseñar y construir un amplificador específico para mejorar la señal y extender el rango útil de trabajo. En la Fig. A2.3 se describe esquemáticamente el circuito completo, que está formado por dos etapas. Estas tienen como elemento principal un LF357, que son amplificadores operacionales con entrada JFET, ambos integrados en un mismo chip. Están diseñados por el fabricante para tener condiciones casi ideales de funcionamiento, tales como elevada impedancia de entrada, gran ancho de banda, bajo ruido y tiempos de trabajo extremadamente rápidos.

La primera etapa recibe la pequeña señal proveniente del fotodetector. Se trata de una típica etapa presente en aplicaciones opto-electrónicas: un amplificador de transconductancia (OTA), que transforma corriente (proveniente del detector), en una tensión proporcional. La segunda etapa es simplemente un amplificador de tensión inversor cuya función es la de mejorar la señal. La ganancia total del dispositivo se estimó en 23 dB.

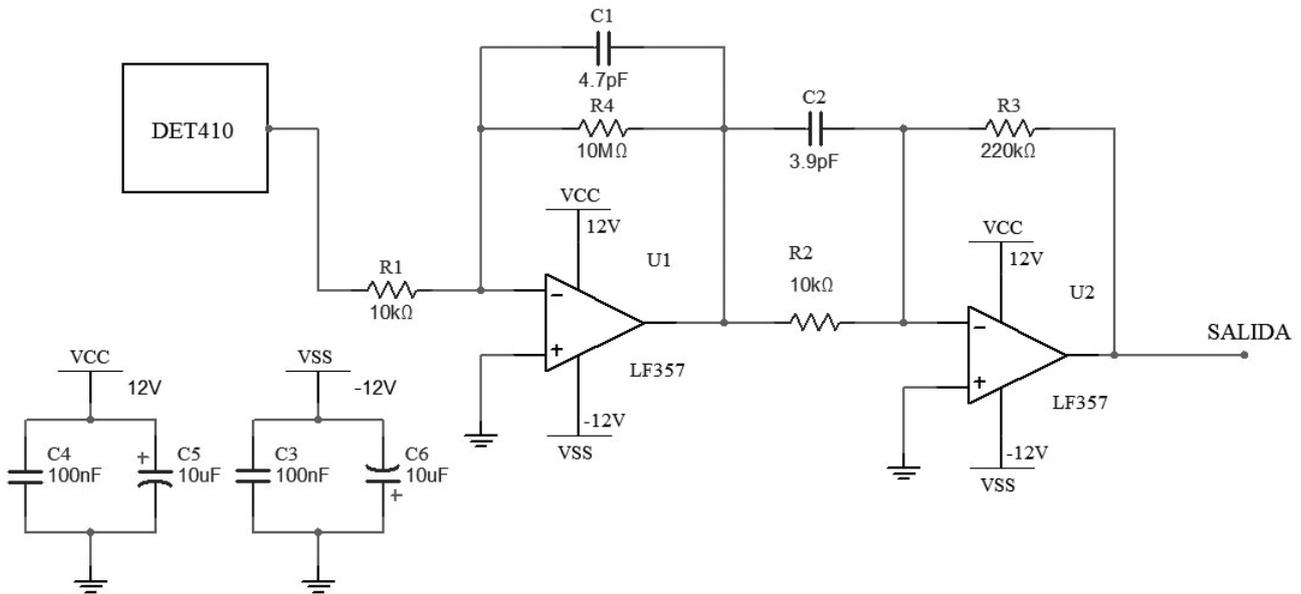


FIGURA A2.3. Diagrama esquemático del circuito empleado como amplificador de las señales interferentes.

Adquisición y Procesamiento: con los niveles apropiados de señal, fue necesario un sistema de adquisición de datos controlado por una PC para grabar las curvas y posteriormente procesarlas. En este caso se dispuso una placa de adquisición *Microaxial ADQ12*, provista con un convertor AD de 12 bits, Velocidad 70 KSa/s, varios canales de toma de datos y diferentes escalas seleccionables por software. Esta placa satisfizo por demás las exigencias del tipo de señal del sensor.

La placa fue controlada mediante código programado en *Qbasic* mediante el cual se mantuvo en forma estable el tiempo de adquisición de los datos, desde 1 KSa/s a 5 Sa/min. Finalmente se generaron las curvas como archivos de texto que luego fueron analizados y procesados para demodular el fenómeno bajo medición en forma manual y automatizada con diversos algoritmos implementados en MATLAB[®].

A2.2 Especificaciones de fuente de fotocurado

En las experiencias en las que se trabajó con las resinas DMAEMA y EDMAB se empleó para la fotopolimerización, un dispositivo electrónico diseñado y fabricado específicamente para satisfacer las demandas de estas experiencias. Se adjuntan a continuación sus datos relevantes, junto con la curva de emisión espectral medida del LED de alta potencia utilizado como fuente de curado.

Fuente de curado: LED OTLH-0090-BU fabricado por OPTO TECHNOLOGY, INC.

Longitud de onda dominante: 470 nm (Fig. A2.4).

Ancho de banda FWHM: +/- 35 nm (Fig. A2.4).

Flujo radiante: 51,5 Lm/W @ 465 nm.

Potencia variable: 3 mW, 6 mW y 9 mW

Tiempo de irradiación: 5 s, 10 s, 20 s, 80 s, 160 s, 320 s.

Disparo: manual, externo vía PC.

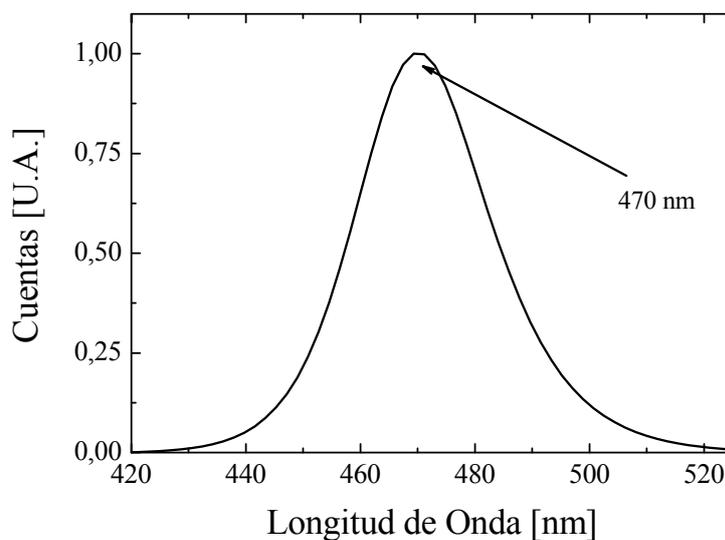


FIGURA A2.4. Espectro de emisión del LED empleado en el fotocurado.

A2.3. Programa de adquisición y control de sistema de curado

Se presenta, a modo ilustrativo, uno de los programas de control y adquisición desarrollado para trabajar en las mediciones de contracción de resinas. En este caso particular, se trabaja con un tiempo neto entre muestras de 10 ms.

```
*****
* Adquisición de datos a 100 Sa/s, por un canal. Fecha: 26/07/08
*****

DEFLNG A-Z          '* Todas las variables enteras 16 bits
CLS
Ni = &HA
Ns = &H0
Mi = &HDA
Ms = &H1
dT! = .01
w = &H1
DirBas = &H300      '* Placa en dirección base 300h.
CTREG = DirBas + 0 '* Direcciones I/O relativas a DirBas.
STINR = DirBas + 0
outbr = DirBas + 4
ADLOW = DirBas + 8
ADHIG = DirBas + 9
CONT0 = DirBas + &HC
CONT1 = DirBas + &HD
CONT2 = DirBas + &HE
COWOR = DirBas + &HF

*****
* ADQ12-B Programacion del port OUTBR.   QBASIC: QB, QBX *
*****

OUT CTREG, &H9      '* Selec canal 1, Gain= &H01-> FE: +5V

OUT outbr, w        '* Poner OUTBIT1 en 0.

fi = 200
fs = 500
T = 4

Num = (T * 100)
INPUT "Repeticiones="; rep
f! = ((fs - fi) / Num)

INPUT "nombre de archivo= nombre.txt"; nombre$
PRINT "*****"
SOUND 400, 1
SLEEP (1)
SOUND 600, 1
SLEEP (1)
SOUND 800, 1

FOR k = 1 TO rep
PRINT "repeticion n$", k; "@ "; TIMES
OUT outbr, &H9
OUT outbr, &H1

FOR j = 1 TO Num
    e = INP(ADLOW)      '* Dispara el conversor AD.
    DO
    e = INP(STINR) AND &H20 '* Espera fin de conversion
    LOOP WHILE e = 0
    a = INP(ADHIG)      '* Lee byte alto
    b = INP(ADLOW)      '* lee byte bajo
    adq! = ((a * 256 + b) * 5) / 4096
    OUT COWOR, &H76     '* Timer 1 modo 3
    OUT CONT1, Ni       '* asigna N=05E(94) (4-65535)
    OUT CONT1, Ns
    OUT COWOR, &H30     '* Timer 0, modo 0
    OUT CONT0, Mi       '* Pone M= 019h(25) (2-65535)
```

```

OUT CONT0, Ms
OUT CTREG, &H41          * Dispara el PACER. (T= mseg)

*****Grabación*****

DO
  a = INP(STINR) AND &H40    * Extrae OUTP
LOOP WHILE a = &H0

OUT CTREG, &H1          * Detiene el Timer.

  IF j = 1 THEN GOTO salir

  OPEN nombre$ FOR APPEND AS #1
  PRINT #1, (fi + (j) * f!), adq!
  CLOSE
*****fin*****
salir:

NEXT j
NEXT k

PRINT "*****"

PRINT "Finalizado @ "; TIMES

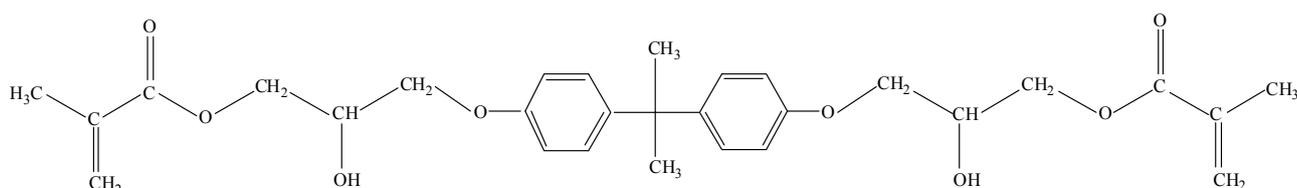
```

APENDICE 3

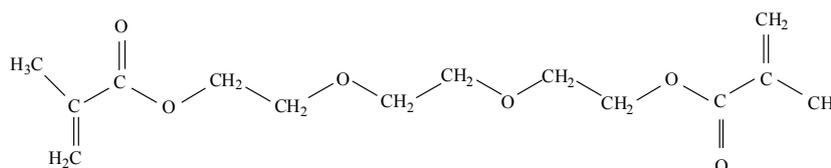
Resumen de las moléculas empleadas

En este apartado se muestran las moléculas empleadas en los trabajos con resinas de fotocurado, junto con algunos comentarios sobre mecanismos de fotopolimerización.

A3.1. Monómeros



BISGMA



TEGDMA

FIGURA A3.1. Estructura molecular de los monómeros base (BISGMA) y diluyente (TEGDMA) más comunes en sistemas dentales.

A3.2. Fotoiniciador

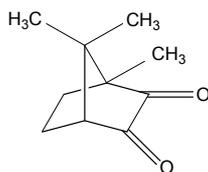


FIGURA A3.2. Estructura molecular de Camforquinona.

Este fotoiniciador es una dicetona cuya absorción presenta un valor máximo alrededor de los 470 nm, con un ancho espectral de 80 nm aproximadamente.

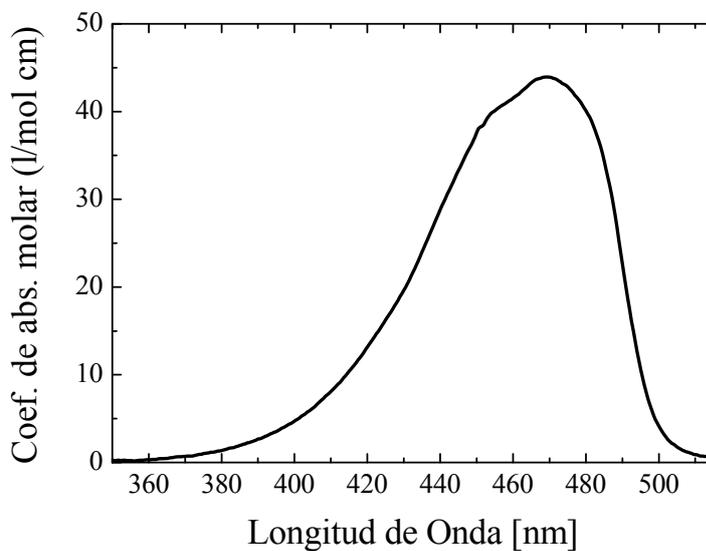
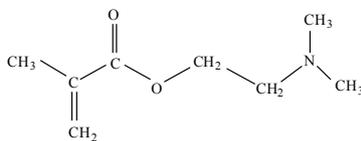
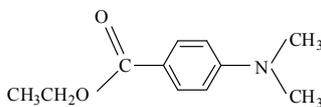


FIGURA A3.3. Absorción espectral de Camforquinona.

A3.3. Co-iniciadores



a)



b)

FIGURA A3.4. Agentes reductores co-iniciadores de la fotopolimerización.
a) DMAEMA, b) EDMAB.

A3.4. Mecanismo de formación de radicales

La absorción de luz por la camforquinona (CQ) conduce a la formación de un complejo excitado (exciplejo) con la amina terciaria, presente en el medio como co-iniciador. A través de dicho complejo tiene lugar una rápida transferencia electrón-protón desde la amina a la CQ, con la formación de los radicales libres A y B.

En tanto que el radical derivado (A) se consume en reacciones de dimerización y abstracción de hidrógeno, para dar la correspondiente cetona-alcohol, el amino-radical (B) interacciona con el monómero dando lugar a la iniciación del proceso de polimerización en cadena. De forma esquemática, el mecanismo de este sistema fotoiniciador se ilustra en la Fig. A3.5.

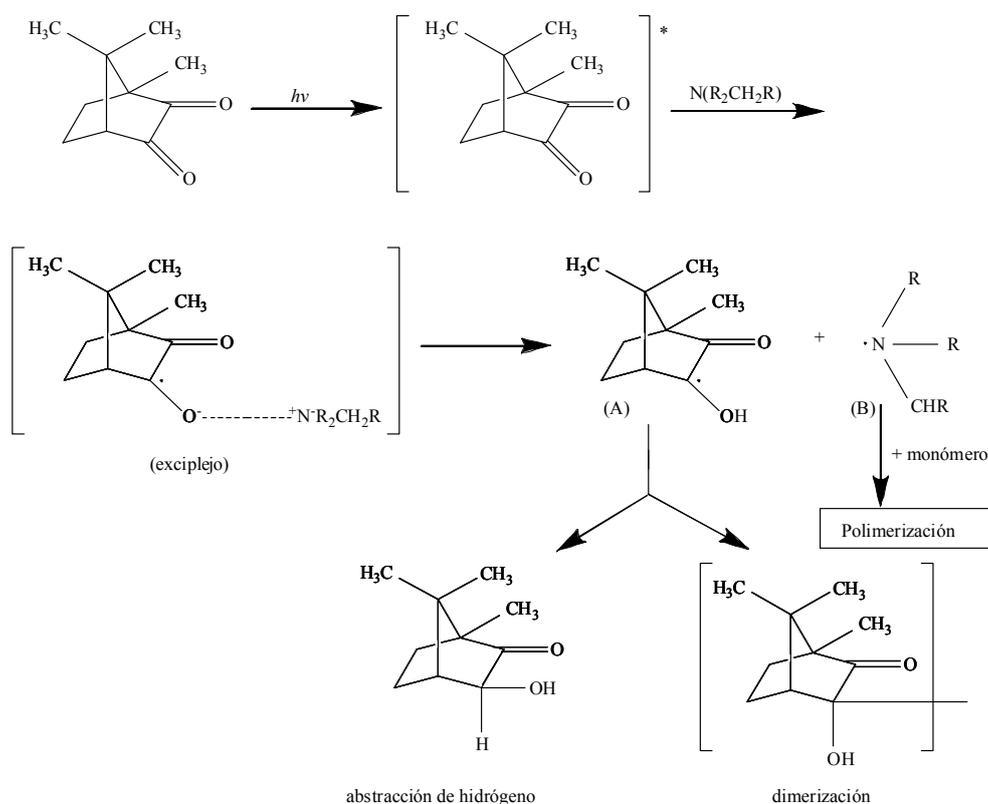


FIGURA A3.5. Mecanismo de formación de radicales en el sistema CQ/amina, monómero.

APENDICE 4

Interferómetro de *Fizeau* con doble longitud de onda

En el último apartado, se comentan los detalles de una implementación de un interferómetro de *Fizeau* en fibra óptica de doble longitud de onda. El dispositivo final, de mayor complejidad que el empleado en los resultados de esta Tesis, elimina la ambigüedad comentada en el comienzo del Capítulo 5 respecto del sentido real de una vibración medida con la técnica.

A4.1. Solución propuesta: doble longitud de onda de trabajo

Para superar la ambigüedad en cuanto al sentido de la variación implícita en este método, se puede modificar el esquema presentado para agregar una segunda longitud de onda, espectralmente cercana a la primera, y procesar ambas señales teniendo en cuenta ahora el desfase relativo.

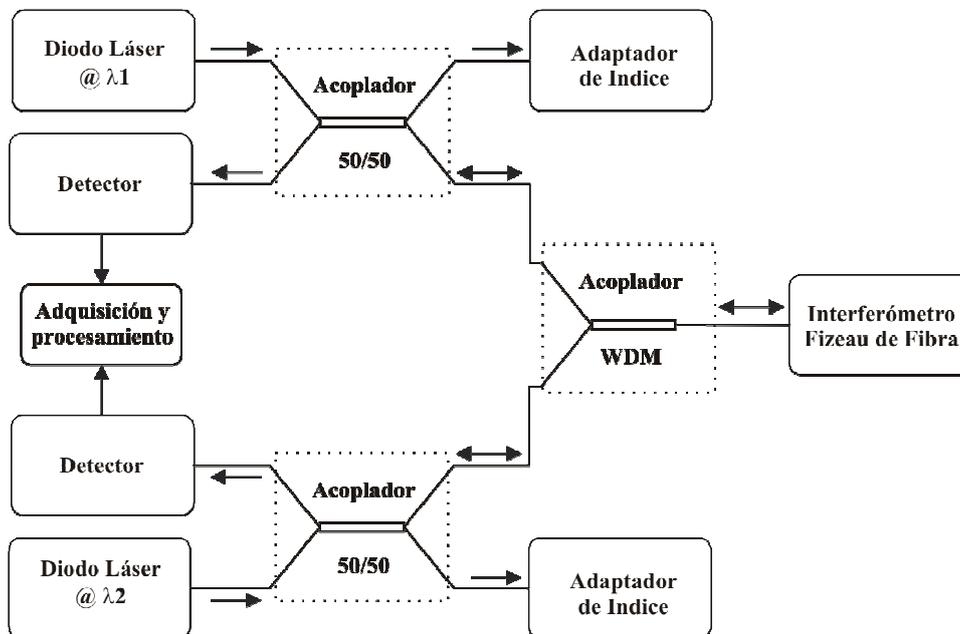


FIGURA A4.1. Diagrama esquemático experimental con doble longitud de onda.

Como se observa en la Fig. A4.1, para implementar esta variante se duplica gran parte del arreglo experimental para incidir en la superficie con dos longitudes de onda diferentes. Cada una

de las longitudes de onda genera un patrón interferente independientemente del otro, que pueden separarse correctamente mediante un acoplador WDM (*Wavelength Domain Multiplexer*).

Cuando el interferómetro es iluminado con luz proveniente de dos fuentes estables de λ_1 y λ_2 , podemos obtener una longitud de onda efectiva λ_e , donde:

$$\lambda_e = \frac{\lambda_1 \cdot \lambda_2}{\lambda_2 - \lambda_1} \quad (\text{A4.1})$$

Y como λ_e es más grande que las iniciales, la fase Φ generada es

$$\Phi = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda_e} \quad (\text{A4.2})$$

Con una resolución inicial de $0,3^\circ$ el cociente entre el rango y la resolución obtenible llega a $10^5:1$.

Con el procesamiento adecuado se puede deducir en forma automática y más robusta el sentido correcto de la vibración. En consecuencia, no es necesario identificar los cambios de pendiente en las señales de interferencia, pudiendo así demodular otro tipo más complejo de señales en forma unívoca.

A4.2. Simulación

A modo de ejemplo, en la Fig. A4.2 se muestran los resultados de una simulación con dos longitudes de onda de valor $\lambda_1=1550$ nm y $\lambda_2=1310$ nm, incidiendo en una superficie sometida a una vibración sinusoidal. El código se adjunta en el punto A4.3.

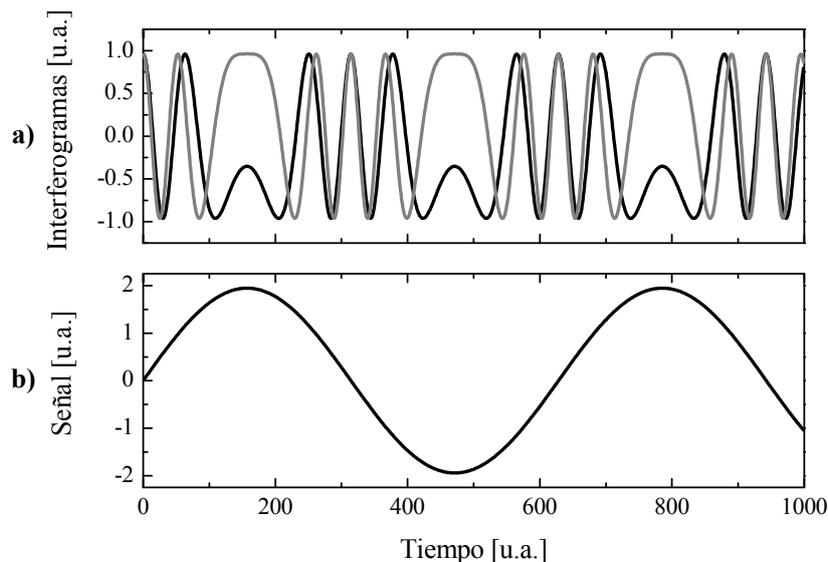


FIGURA A4.2. a) Señales interferentes de cada longitud de onda (en negro 1550 nm, en gris 1310 nm).
b) Señal demodulada resultante al aplicar el algoritmo.

A4.3. Programa en Matlab®

```
%Simulación con doble longitud de onda
clear all;
lambda1=1.55; %En micras
lambda2=1.31; %En micras
n0=1; %Se supone para el caso de aire
I0 =0.5;
R1=0.035;
R2=0.1;
pi=3.14159;

% Se trabaja con una frecuencia normalizada de 1.41 aprox.
A1=(lambda1*0.3435)/(8)^2;
A2=(lambda2*0.3435)/(8)^2;
n=0;
i=1;

while i <1000
    %definición del desplazamiento
    d(i)= 1.31*sin(i/100); %en micras
    %def. de los betas para cada long. de onda
    beta1(i)=1/(1+(A1*d(i)/2*pi)^2);
    beta2(i)=1/(1+(A2*d(i)/2*pi)^2);
    %def. de las Delta de fase
    tita1(i)=4*pi*n0*d(i)/lambda1;
    tita2(i)=4*pi*n0*d(i)/lambda2;

    diftita(i) = tita2(i) - tita1(i);

    %def. de las salidas de cada sensor

    I1(i)=I0*(1+(2*(R1*R2*beta1(i))^0.5)/(R1+beta1(i)*R2*(1-R1)^2))*cos(tita1(i));
    I2(i)=I0*(1+(2*(R1*R2*beta2(i))^0.5)/(R1+beta2(i)*R2*(1-R1)^2))*cos(tita2(i));

    I(i)=(I1(i)-I2(i));
    i=i+1;
end

n=1:999; % sólo para tener un índice para graficar

subplot(3,1,1)
hold on;
plot(n,beta1);
plot(n, beta2,'r')
title('Beta, 1550nm [azul], 1310nm [rojo]');

subplot(3,1,2)
hold on;
plot(n,I1);
plot(n, I2,'r')
title('Interferogramas, 1550nm [azul], 1310nm [rojo]');

subplot(3,1,3)
plot(n,diftita);
title('Señal Demodulada (por Dif. de Fases)');
```

Publicaciones obtenidas durante la tesis

Internacionales con referato:

“Photoinitiation Rate Profiles during Polymerization of a Dimethacrylate-based Resin Photoinitiated with Camphorquinone/amine. Influence of initiator photobleaching rate”

Asmusen Silvana, Arenas Gustavo, Cook Wayne D., Vallo Claudia.

European Polymer Journal Vol. 45(2), págs.: 515-522, 2009.

DOI:10.1016/j.eurpolymj.2008.11.005.

“Influence of Thermal Expansion on Shrinkage During Photopolymerization of Dental Resins Based on bis-GMA/TEGDMA”

Mucci Verónica, Arenas Gustavo, Duchowicz Ricardo, Cook Wayne D. and Vallo Claudia.

Dental Materials Vol. 25(1), págs.: 103-114, 2009.

DOI:10.1016/j.dental.2008.04.014

“Contraction Measurements of Dental Composite Material during Photopolymerization by a Fiber Optic Interferometric Method”

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Mucci Verónica, Vallo Claudia and Duchowicz Ricardo.

Proceeding del Congreso RIAO/OPTILAS 2007, edited by N. U. Wetter and J. Frejlich

American Institute of Physics 978-0-7354-0511-0/2008

Publicación on-line internacional con referato

DOI: 10.1063/1.2926861

“Aplicaciones de un sensor de fibra óptica a la medición no invasiva de desplazamientos y vibraciones en el rango micro y sub-micrométrico”

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia and Duchowicz Ricardo.

PANNDT 2007 CD-Proceedings published in NDT.net (November issue)

Web:<http://www.ndt.net/search/docs.php3?showForm=off&edit=1&MainSource=46&AuthorID=>

“Polimerization Shrinkage of a Resin Composite Determined by a Fiber Optic Fizeau Interferometer”

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia and Ricardo Duchowicz.

Optics Communications Vol. 271(2), págs.: 581–586, 2007

DOI: 10.1016/j.optcom.2006.10.054

“Monomer conversion in a light-cured dental resin containing 1-phenyl-1,2-propanedione photosensitizer”

Schroeder Walter, Arenas Gustavo and Vallo Claudia.

Polymer International Vol. 56(9), págs.: 1099-1105, 2007.

DOI: 10.1002/pi.2239

Nacionales con referato:

"Efectos de polarización en redes de Bragg de fibra óptica sometidas a esfuerzo lateral".
Noriega Sergio, Arenas Gustavo y Duchowicz Ricardo.
Anales de la AFA; VOL 17; Págs.: 123-126; 2005; ISSN: 0327-358-X.

"Estudio de las propiedades de un sensor de fibra óptica tipo Fabry-Pèrot"
Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Russo Nélida y Duchowicz Ricardo.
Anales de la AFA; VOL 16; Págs.: 78-81; 2004; ISSN: 0327-358-X.

Capítulos de libros:

"Determination of Dental Composites Properties by Using A Fizeau Fiber Interferometer"
en "Handbook of Interferometers; Research, Technology and Applications".
Duchowicz Ricardo, Arenas Gustavo and Vallo Claudia.
Halsey David and Raynor William, Eds.
ISBN: 978-1-60741-050-8
2009 - 2nd Quarter

Presentaciones en Congresos y Reuniones Científicas durante la Tesis:

93ª Reunión de la Asociación Física Argentina y Sociedad Uruguaya de Física (AFA-SUF), Buenos Aires, 15 al 19 de Septiembre de 2008. Modalidad: Póster.

“Medida de propiedades elásticas de resinas mediante barras cantilever e interferómetro Fizeau”
Arenas Gustavo, Avalos Daniel R. y Duchowicz Ricardo.

RIAO –OPTILAS 07 – 22 al 26 de Octubre de 2007

Campinas, San Pablo, Brasil. Modalidad: Póster.

"Contraction Measurements of Dental Composite Material during Photopolymerization by a Fiber Optic Interferometric Method"

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia, Duchowicz Ricardo

“IV Pan-American Conference for Non Destructive Testing “

22 al 26 de Octubre de 2007, Buenos Aires, Argentina. Modalidad: Póster.

"Medición de contracción de resinas BIS-GMA utilizando un interferómetro de Fizeau de fibra óptica"

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia, Duchowicz Ricardo

92ª Reunión de la Asociación Física Argentina, Salta, Salta, 24 al 28 de Septiembre de 2007. Modalidad: Póster.

“Medición de coeficientes de expansión térmica mediante un interferómetro de fibra óptica”
Arenas Gustavo, Vallo Claudia I., Duchowicz Ricardo

91ª Reunión de la Asociación Física Argentina, Merlo, San Luis, 2006. Modalidad: Póster.

"Medición de contracción de resinas BIS-GMA utilizando un interferómetro de Fizeau de fibra óptica"

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia, Duchowicz Ricardo

AADECA - XXº Congreso Argentino de Control Automático, Buenos Aires, 2006.

Modalidad: Presentación oral a cargo del primer autor.

"Medición de Contracción de Resinas BIS-GMA utilizando un interferómetro de Fizeau de Fibra Óptica"

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Vallo Claudia, Duchowicz Ricardo

90ª Reunión de la Asociación Física Argentina, La Plata, 2005. Modalidad: Póster.

"Efectos de polarización en redes de Bragg de fibra óptica sometidas a esfuerzo lateral"

Noriega Sergio, Arenas Gustavo, Duchowicz Ricardo

89ª Reunión de la Asociación Física Argentina, Bahía Blanca, 2004. Modalidad: Póster.

"Estudio de las propiedades de un sensor de fibra óptica tipo Fabry-Pèrot"

Arenas Gustavo, Noriega Sergio, Russo Nélida, Duchowicz Ricardo