

MEDICIÓN DISTRIBUIDA DE PRESENCIA DE GASES EN FIBRAS ÓPTICAS HUECAS MEDIANTE EFECTO FOTOTÉRMICO

Andres Garcia-Ruiz*¹, Juan Pastor-Graells¹, Hugo F. Martins², Kenny Hey Tow³,
Luc Thévenaz³, Sonia Martin-Lopez¹, Miguel Gonzalez-Herraez¹

¹Dpto. de Electrónica. Universidad de Alcalá

²FOCUS S.L., C/ Orellana, 1, 1º Izq., 28004, Madrid

³EPFL Swiss Federal Institute of Technology, Lausanne

andres.garcia.ruiz@uah.es



Andrés García Ruiz completó su licenciatura en Física por la Universidad de Salamanca y actualmente es estudiante de doctorado en el Dpto. de Electrónica de la Universidad de Alcalá. Su trabajo se centra en el estudio y desarrollo de los fundamentos del sensado distribuido mediante fibra óptica basado en la técnica Φ OTDR así como en sus posibles aplicaciones.

Resumen: La reflectometría óptica sensible a la fase en dominio temporal (Φ OTDR) con pulsos con *chirp* ha demostrado prestaciones sobresalientes en su aplicación a la medición dinámica de deformaciones y temperatura mediante fibra óptica, alcanzando recientemente rangos de varios kilómetros y frecuencias de adquisición acústicas. En este trabajo, se explotan su sensibilidad, rapidez, y alta resolución espacial para la implementación de un primer sensor químico selectivo y distribuido basado en el efecto fototérmico. El esquema presentado es capaz de realizar medidas espectroscópicas distribuidas, detectando acetileno en una fibra hueca de 10 m. Esto abre la puerta a una posible nueva generación de sensores químicos distribuidos capaces de monitorizar la concentración de sustancias a lo largo de kilómetros.

Palabras clave: Sensores de fibra óptica, fibras ópticas microestructuradas, fibras de cristal fotónico, dispersión Rayleigh, efectos fototérmicos, espectroscopía fototérmica, análisis químico

Abstract: Chirped-pulse phase-sensitive optical time domain reflectometry has shown a remarkable performance when applied to dynamic measurements of strain and temperature, recently reaching ranges of several kilometers while interrogating the fiber at acoustic frequencies. In this work, its sensitivity, fast response, and high spatial resolution are exploited to implement a proof-of-concept of a selective distributed chemical sensor based on the photothermal effect. The presented scheme is able to perform distributed spectroscopic measurements of acetylene presence along a 10 m-long holey fiber. This potentially gives rise to a new kind of distributed chemical sensors capable of tracking the concentration of chemical species over kilometres.

Keywords: Fiber optics sensors, microstructured optical fibers, photonic crystal fibers, Rayleigh scattering, photothermal effects, photothermal spectroscopy, chemical analysis

1.- Introducción

Durante los últimos años, se ha dedicado un gran esfuerzo a la mejora de los sensores distribuidos de fibra óptica basados en la reflectometría óptica sensible a la fase en dominio temporal (Φ OTDR). Estos sistemas, ampliamente descritos en la literatura, son normalmente utilizados en la detección (no-metrológica) de vibraciones a lo largo de fibras ópticas (Martins et al., 2015). Recientemente se ha demostrado que el uso de un esquema Φ OTDR que emplea pulsos con *chirp* (frecuencia instantánea variable) puede proporcionar medidas distribuidas de temperatura y deformaciones de alta sensibilidad y mediante un *único disparo* (Pastor-Graells, Martins, Garcia-Ruiz, Martin-Lopez y Gonzalez-Herraez, 2016). En concreto, esta técnica permite monitorizar el estado térmico de una fibra con gran resolución espacial (del orden del metro) y, potencialmente, con una tasa de repetición de milisegundos, proporcionando resoluciones de temperatura en el rango del milikelvin.

El presente trabajo abre un nuevo ámbito de posible aplicación del Φ OTDR de pulsos con *chirp* al tomar a este como punto de partida para el diseño de un sensor químico distribuido basado en el efecto fototérmico. La combinación de las más destacadas capacidades de medida de temperatura de este sistema con el hecho de que una señal óptica adecuada (*bombeo*) puede excitar selectivamente las moléculas de una sustancia situada en el camino de su campo evanescente entorno al núcleo de la fibra, y consecuentemente elevar la temperatura de dicha sustancia (*efecto fototérmico*), es la base de nuestra propuesta. En resumen, nuestro método puede describirse de la siguiente manera: un haz sintonizable apropiado (bombeo de calentamiento) es enviado por una fibra con huecos, donde el modo guiado muestra cierta superposición con el gas o sustancia a detectar (analito). De forma simultánea, la señal de sondeo del Φ OTDR de pulsos con *chirp* es introducida en la fibra, por el mismo extremo o por el opuesto. Al mismo tiempo que el bombeo de calentamiento es absorbido por el analito, su temperatura se eleva lo suficiente como para ser medida en el núcleo adyacente de la fibra, al cual transfiere calor, por el Φ OTDR de pulsos con *chirp*. Debido a los característicos espectros de distintas especies químicas, es posible implementar un sensor químico distribuido de especificidad espectroscópica y *cuasi-simultáneamente* multi-analito. Nuestra demostración podría proporcionar un acercamiento general al desarrollo de sensores químicos selectivos y distribuidos capaces de monitorizar la concentración de diversas especies químicas a lo largo de kilómetros, con alta sensibilidad y especificidad, y de una forma relativamente sencilla y barata.

La importancia de esta contribución radica en las diferencias cualitativas entre la idea que fundamenta nuestro método y las otras soluciones presentes en el estado del arte. Hasta ahora, la forma usual de realizar medidas químicas distribuidas se basaba en un mecanismo intermediador, como un recubrimiento que ejercía de transductor de estímulo químico a mecánico, lo que permite detectar y medir la presencia de cierta sustancia a través de la medida de la deformación del núcleo de la fibra producida por el recubrimiento (Seitz, 1984). Esto implica el uso de un recubrimiento de la fibra específico para cada especie química, haciendo el sensor mucho más caro y no directamente adaptable a una gran variedad de problemas. El mecanismo aquí presentado como *prueba de concepto* no depende de una fibra particular para cada analito, siendo totalmente adaptable a múltiples sustancias, siempre y cuando sus espectros de absorción estén en regiones al alcance de la fuente de la señal de bombeo.

Si se compara con otros medios no ópticos, las ventajas en seguridad son claras cuando se trata de detectar sustancias inflamables o explosivas. A esto hay que añadir la conveniencia general de la fibra óptica en ciertos ámbitos, para evitar posibles problemas de interferencia, o por su capacidad para operar en entornos agresivos física y/o químicamente (Calcerrada, García-Ruiz y Gonzalez-Herraez, 2015). La falta de un sensor químico distribuido definitivo junto con la gran demanda de este elemento en campos actualmente tan relevantes como el *bio-sensado*, la industria, la extracción de petróleo y gas, etc. fuerzan la necesidad de explorar el aprovechamiento de procesos nuevos e innovadores como el aquí presentado.

2.- Estimación teórica del efecto fototérmico

El sistema que aquí proponemos se basa en el uso de tres elementos imprescindibles: (1) un termómetro distribuido de altas prestaciones que consiste en un montaje Φ OTDR; (2) una fibra con huecos adecuada que presenta superposición entre el modo guiado y el gas a detectar; y (3) una señal laser CW sintonizable de bombeo con potencia suficiente para producir un incremento de la temperatura del analito contenido en la fibra hueca. Dicho incremento de temperatura podrá ser detectado en el núcleo de la fibra mediante el mencionado termómetro distribuido. En este caso, el campo evanescente (a la longitud de onda de bombeo) en la fibra hueca ofrece una superposición de $\sim 3\%$ con el acetileno ($^{12}\text{C}_2\text{H}_2$) que rodea el núcleo. El láser de bombeo es sintonizable dentro del espectro *rovibracional* de la molécula de acetileno, permitiendo excitar una línea de absorción particular y diferenciar entre un calentamiento residual (absorción de banda ancha) y una contribución debida al analito.

Teniendo en cuenta la ley de conservación de la energía y algunos estudios previos sobre el comportamiento térmico de fibras ópticas estructuradas (Limpert et al., 2003), se tiene que la distribución de temperatura esperada está gobernada por la convección en la interfase entre la fibra y el aire colindante. Tomando esto como punto de partida, es posible realizar algunos cálculos básicos que garanticen que el sistema Φ OTDR de pulsos con *chirp* será capaz de detectar el calentamiento del gas para potencias de bombeo razonables (milivatios). Así, podemos aplicar la ecuación de convección sobre la superficie exterior de la fibra:

$$\Delta T = \frac{P_{\text{abs}}}{h S_{\text{ext}}}. \quad (1)$$

Aquí ΔT representa la diferencia entre la temperatura de la superficie de la fibra y la temperatura ambiente, P_{abs} es la potencia óptica absorbida en el analito, h es el coeficiente de convección ($\sim 15 \text{ W}/(\text{m}^2\text{K})$ en nuestro experimento (Bergman, Incropera, DeWitt y Lavine, 2011)), y S_{ext} es la superficie externa de la fibra. Atendiendo a la Ec. 1, y considerando la absorción en nuestro caso, podemos esperar un incremento de temperatura cercano a los 2 mK por mW de bombeo introducido en la fibra en estudio (FUT, *fiber under test*). Aunque esta estimación basta para confirmar la validez de nuestro propósito, actualmente estamos trabajando en un modelo térmico más detallado de la absorción fototérmica en nuestra fibra hueca. En él, consideramos la distribución de temperatura en toda la sección transversal de la fibra debida a la conducción de calor a través de sus diversas capas, materiales y estructuras.

3.- Montaje experimental

La FUT empleada (Fig. 1) es una fibra de cristal fotónico de núcleo suspendido de 10 m de largo. El núcleo está rodeado por un conjunto de tubos huecos ($\Phi \sim 5 \mu\text{m}$) colocados en 5 capas cilíndricas (*cladding* estructurado). Una capa externa de vidrio macizo completa la estructura. Cada tubo está relleno de acetileno a una presión aproximada de 70 mbar. El espectro de absorción del gas (Fig. 1(a)) presenta una serie de líneas en torno a $1.53 \mu\text{m}$, siendo la más intensa de todas (P9) la usada en este experimento.

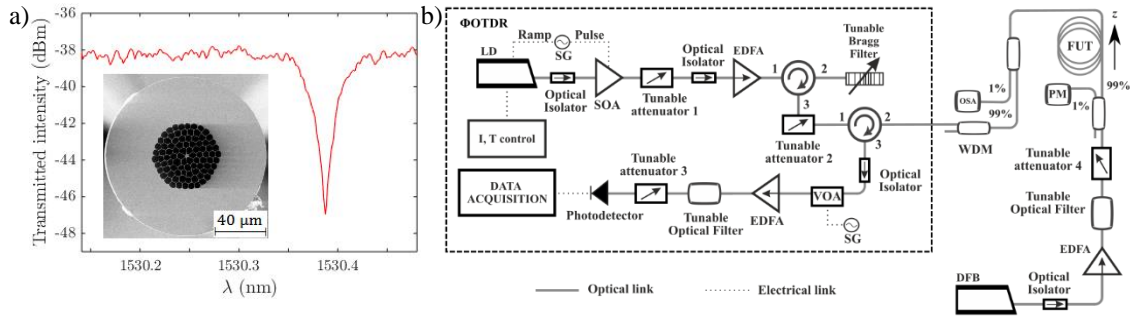


Figura 1. a) Línea P9 del espectro del acetileno y corte transversal de la fibra; b) Montaje experimental empleado como sensor químico distribuido. Los acrónimos se explican en el artículo.

La señal de sondeo del Φ OTDR de pulsos con *chirp* eran pulsos de ~ 14 ns de duración (~ 1.4 m) repetidos a una frecuencia de 4 kHz. Estos fueron generados por un oscilador (LD, *laser diode*) de bajo ruido de fase de comunicaciones (1550 nm) seguido de un amplificador óptico de semiconductor (SOA, *semiconductor optical amplifier*) pulsante. El diodo láser fue modulado para conseguir un *chirp* de anchura ~ 60 MHz (dando una resolución de ~ 3 mK), sincronizado con el SOA mediante un generador de señal (SG, *signal generator*) común. El pulso se pasó por un amplificador de fibra dopada con erbio (EDFA, *erbium doped fiber amplifier*), se filtró y se introdujo en la FUT. La señal *retrodispersada* fue enventanada por un atenuador óptico variable (VOA, *variable optical attenuator*) de tipo MEMS para evitar los picos intensos reflejados (debidos a conectores y/o soldaduras de fibra) y, tras una amplificación y filtrado adecuados, fue detectada en un fotodetector de 1 GHz y digitalizada a 40 GSPPS. Las trazas adquiridas se promediaron 25 veces, permitiendo registrar el estado térmico de la fibra cada 100 ms.

Un láser de tipo DFB amplificado fue empleado como fuente de bombeo. La longitud del láser se sintonizaba electrónicamente con resolución de picómetro. Su potencia se controló con un atenuador variable y se monitorizó permanentemente en un *power meter* (PM) junto con su espectro en el extremo de salida de la FUT, donde se situó un analizador de espectros ópticos (OSA, *optical spectrum analyzer*). Se usó un WDM para evitar que el bombeo interfiriese con el sistema Φ OTDR.

3.- Resultados

Para distinguir la contribución fototérmica del fondo residual de calentamiento, la frecuencia del bombeo fue modulada. La longitud de onda de la fuente fue controlada por una señal sinusoidal (50 mHz), produciendo una variación de la longitud de onda central de hasta 7 pm desde la línea P9 del espectro del acetileno. Esto indujo un calentamiento periódico a la frecuencia de modulación que pudo ser analizado mediante

transformada de Fourier temporal, realizada sobre las medidas locales de temperatura, que fueron registradas a lo largo de 30 minutos. El resultado puede verse en la Fig. 2(a), que muestra el contenido espectral presente en el mapa de calentamiento normalizado para cada posición z . Para cada punto, se aprecia la frecuencia de modulación y algunos de sus primeros armónicos (el origen de la coordenada z es la entrada del bombeo). La figura muestra la caída exponencial esperada debida a la absorción y otras pérdidas, que debe considerarse para obtener un mapa de presencia del gas a partir del de temperatura. Para clarificar esta caída, se han extraído del mapa la curva con los valores a la frecuencia de modulación, que se muestran en Fig. 2(b). Se ha añadido un ajuste exponencial con la caída predicha (~ 1.2 dB/m), demostrando la similitud con el resultado. No obstante, se aprecian notables diferencias frente a la tendencia esperada. Suponemos que estas se deben a las inhomogeneidades a lo largo de la fibra propias de su fabricación.

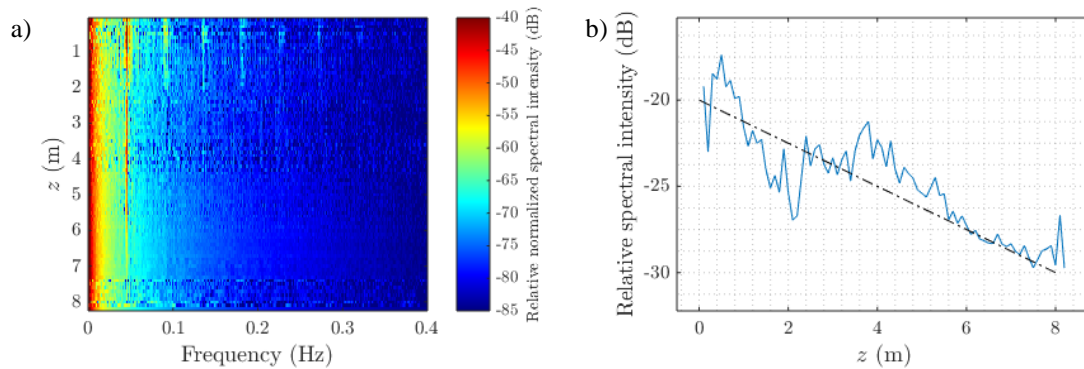


Figura 2. a) Transformada de Fourier (normalizada) de la evolución temporal de la temperatura para cada punto de la fibra; b) Curva extraída de Fig. 2(a) a la frecuencia de modulación, mostrando el comportamiento exponencial esperado.

Se utilizaron distintas potencias de bombeo para probar la respuesta temporal del sistema cuando la fuente de calentamiento se situaba en resonancia y repentinamente se sacaba de ella (-40 pm). Las curvas de temperatura transitoria resultantes se muestran en la Fig. 3(a). El promedio de los segmentos delimitados por líneas verticales sirvió para cuantificar la caída entre los estados estacionarios, con el fin de realizar la calibración del calentamiento debida a la absorción en el gas frente a la potencia de bombeo. La gráfica correspondiente, junto con su ajuste lineal, puede verse en la Fig. 3(b). Como era de esperar, el calentamiento fototérmico depende linealmente de la potencia de bombeo. Potencias aún mayores de las aquí utilizadas podrían producir saturación de la absorción, permitiendo cuantificar el límite de sensibilidad del método.

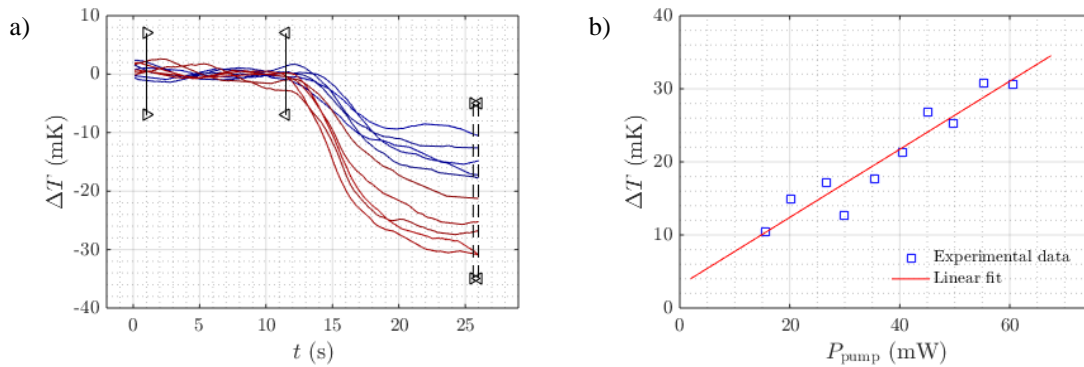


Figura 3. a) Estados transitorios de temperatura debidos a la salida de resonancia del bombeo para distintas potencias ópticas de calentamiento (crecientes de azul a rojo); b) Caídas de temperatura correspondientes frente a las potencias ópticas de calentamiento respectivas y su ajuste lineal.

4.- Conclusiones

La contribución presentada demuestra la *prueba de concepto* de un sensor químico distribuido basado en Φ OTDR de pulsos con *chirp* y en el efecto fototérmico. Como se ha mostrado, esta técnica, que utiliza básicamente longitudes de onda dentro de la *ventana de telecomunicaciones*, evita la necesidad de recubrimientos de fibra especiales (que reaccionen ante la presencia de un analito específico), proporcionando un método selectivo potencialmente capaz de detectar, de forma casi-simultánea, la presencia de varias especies. Los últimos resultados ofrecidos presentan una relación lineal entre potencia de bombeo y calentamiento producido, pero incrementar dicha potencia a fin de extender el alcance de medida podría ocasionar una eventual saturación de la absorción, que comprometería el alcance efectivo de medida y la sensibilidad del dispositivo. Estamos llevando a cabo un estudio más detallado para cuantificar los límites de detección de la técnica.

5.- Agradecimientos

Este trabajo está parcialmente financiado por: el *European Research Council* mediante el proyecto U-FINE (subvención no. 307441); el programa *EC Horizon 2020*; el proyecto FINESSE MSCA-ITN-ETN-722509; el proyecto DOMINO *Water JPI*, bajo la convocatoria *WaterWorks2014* cofinanciada por *EC Horizon 2020* y el MINECO; los proyectos TEC2013-45265-R y TEC2015-71127-C2-2-R del MINECO; y el programa regional SINFOTON-CM: S2013/MIT-2790. El trabajo de HFM fue financiado por la UE (programa FP7 ITN ICONE, gr. #608099). El trabajo de JPG y SML fue financiado por el MINECO (contratos FPI y “Ramón y Cajal”, respectivamente).

5.- Bibliografía

- Bergman, T.L., Incropera, F.P., DeWitt, D.P. y Lavine, A.S. (2011). *Fundamentals of heat and mass transfer*. Jefferson City: John Wiley & Sons.
- Calcerrada, M., García-Ruiz, C. y Gonzalez-Herraez, M. (2015). Chemical and biochemical sensing applications of microstructured optical fiber-based systems. *Laser Photon. Rev.*, 9(6), pp.604-627.

Limpert, J., Schreiber, T., Liem, A., Nolte, S., Zellmer, H., Peschel, T., ... Tünnermann, A. (2003). Thermo-optical properties of air-clad photonic crystal fiber lasers in high power operation. *Opt. Express*, 11(22), pp.2982-2990.

Martins, H.F., Piote, D., Tejedor, J., Macias-Guarasa, J., Pastor-Graells, J., Martin-Lopez, S., ... Gonzalez-Herraez, M. (2015). Early detection of pipeline integrity threats using a smart fiber optic surveillance system: the PIT-STOP project. *Proc. SPIE*, 9634, p.96347X.

Pastor-Graells, J., Martins, H.F., Garcia-Ruiz, A., Martin-Lopez, S. y Gonzalez-Herraez, M. (2016). Single-shot distributed temperature and strain tracking using direct detection phase-sensitive OTDR with chirped pulses. *Opt. Express*, 24(12), pp.13121-13133.

Seitz, W.R. (1984). Chemical sensors based on fiber optics. *Anal. Chem.*, 56(1), pp.16A-34A.