

Sistema Integrado para Caracterização Ótica de Materiais

José Luís Fabris, Rafael Eleodoro de Góes, Rosane Falate, e Márcia Müller

Departamento de Física - Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná

Av. Sete de Setembro 3165, CeP 80320-901, Curitiba, Pr

Received February 8, 1999

Neste trabalho descrevemos o desenvolvimento de um sistema integrado para a caracterização ótica de materiais. No sistema, um monocromador, um amplificador "lock-in" e um translacionador linear são controlados por um microcomputador de baixo custo. São apresentadas as escolhas de interface e arquitetura bem como as principais vantagens deste tipo de sistema. Ressaltamos a versatilidade apresentada pelo sistema, uma vez que este pode ser adaptado as necessidades do usuário. O sistema foi usado no estudo da conversão ascendente em cristal de $\text{LiNbO}_3:\text{Er}^{3+}$, e no levantamento da birrefringência de uma fibra ótica mono-modo PM.

This work describes the development of an integrated system for optical characterization of materials. In this system, a monochromator, a lock-in amplifier and a homemade translation stage are controlled by a low cost microcomputer. The interface and architecture choices are presented, as well as the advantages of this system. The versatility presented by the implemented system must be pointed out, since the user can adapt it to his needs. The system was used to investigate the energy upconverted fluorescence of a $\text{LiNbO}_3:\text{Er}^{3+}$ crystal, and to measure the birefringence of a polarization maintaining optical fiber.

I Introdução

Com o atual estágio de desenvolvimento científico e tecnológico, o estudo de novos materiais tem se mostrado uma atividade de grande interesse e aplicabilidade nos mais diversos campos da ciência. No estudo de um material, existem vários fatores que tornam o processo de medição espectroscópica demorado, entre eles a utilização de arranjos experimentais que são montados de acordo com o experimento a ser realizado, e a necessidade de fazer a aquisição de uma grande quantidade de dados. Além disso, geralmente a intensidade dos sinais medidos é bastante pequena, o que torna necessária a utilização de filtros eletrônicos com grandes constantes de tempo a fim de aumentar a relação sinal ruído. Como a análise dos resultados é tanto mais produtiva quanto maior for a qualidade e confiabilidade dos dados obtidos, uma ferramenta automatizada para a aquisição de dados é imprescindível. Soluções comerciais estão disponíveis no mercado, contudo tais sistemas geralmente possuem uma concepção distinta para cada fabricante, o que torna difícil a integração de equipamentos de diferentes marcas. Outra desvantagem evidente de sistemas comerciais personalizados é o custo, bastante proibitivo quando o equipamento apresenta alto desempe-

nho. Além disso, a integração dos equipamentos em laboratório deve ser a mais flexível possível de modo a poder ser adaptada facilmente a diferentes tipos de experimentos.

Neste trabalho apresentamos o desenvolvimento de um sistema integrado de aquisição de dados, juntamente com os resultados satisfatórios da sua utilização em medidas de birrefringência de fibras óticas, e no estudo das propriedades de conversão ascendente em uma amostra cristalina de $\text{LiNbO}_3:\text{Er}^{3+}$.

II O Sistema Desenvolvido

O sistema desenvolvido é composto pelos seguintes equipamentos: microcomputador, monocromador, amplificador "lock-in", "chopper", estágio translacionador e sensores. Como o mesmo é uma ferramenta genérica para o estudo de materiais, foi adotada uma concepção bastante geral para a aquisição de dados. No desenvolvimento da interface com o usuário, foi usado o conceito de variáveis dependentes e independentes, comum a qualquer análise de um processo físico. O conjunto de variáveis utilizadas é apresentado a seguir:

- **Variáveis independentes**

- Comprimentos de onda: selecionados pelo mono-

cromador, sendo que para as redes de difração utilizadas a resolução máxima em comprimento de onda é de 0,2 nm;

- Tempo: medição periódica das variáveis dependentes, limitada a um intervalo de tempo mínimo em torno de 0,5 s entre as medidas. Isto deve-se ao fato de que as leituras são feitas através da interface serial;

- Deslocamentos lineares: medidas em função da posição do translacionador com resolução de 0,01 mm e deslocamento máximo de 50 mm;

- aquisições disparáveis: uma leitura é feita a cada pressionamento de uma tecla. Este recurso é útil quando a variação do parâmetro independente necessita ser feita manualmente.

- **Variáveis dependentes**

- As variáveis dependentes são as grandezas medidas durante o experimento. Após os valores destas grandezas serem convertidos em uma tensão DC, estes são digitalizados pelo amplificador “lock-in” e transferidos para o microcomputador através de uma interface serial.

A seguir é feita uma breve descrição dos constituintes do sistema e suas características principais.

- ◊ **Sensores Óticos**

Usamos os sensores de semicondutor OPT101 da Burr-Brown (0,3 a 1,1 μm) e BGE37285 da Thorlabs (0,8 a 1,7 μm), e uma fotomultiplicadora Hamamatsu modelo R647-05 (0,3 a 0,65 μm).

- ◊ **Amplificador “lock-in”**

O “lock-in” é utilizado para medir um sinal de baixa intensidade na mesma frequência e fase do sinal de referência. O “chopper” usado para modular a radiação é o modelo SR540 fabricado pela Stanford Research Systems (SRS) e pode operar na faixa de 4 Hz a 4 kHz. O amplificador “lock-in” utilizado é o modelo SR830 da SRS e possui como opções para comunicação uma interface GPIB, e uma interface RS-232 através da qual é feita a leitura dos dados.

- ◊ **Monocromador**

Usamos um monocromador da Scientech (modelo 9050) equipado com duas redes de difração com faixas de operação entre 300 nm e 900 nm, e entre 800 nm e 2.3 μm . Os comandos para seleção de um dado comprimento de onda são enviados por meio de uma interface serial para o microcontrolador, que comanda um motor de passo acoplado a rede de difração. O programa calcula a resolução espectral obtida, levando em conta a largura das fendas de entrada e saída do monocromador e os parâmetros das redes de difração, os quais ficam armazenados em um banco de dados do próprio programa.

- ◊ **Translacionador**

O estágio translacionador linear (posicionador) utiliza um parafuso micrométrico marca Mitutoyo com faixa útil de deslocamento de 50 mm e resolução de 0,01 mm, acoplado a uma base deslizante e a um motor de passo responsável pelo seu movimento. O motor de passo foi retirado de um “disk-drive” de 5,25 polegadas devido a facilidade de obtenção e ao custo bastante reduzido. Na figura 1 é mostrado o circuito que gera a sequência de excitação das fases do motor de passo e o sentido de rotação [1]. O programa calcula o número de passos, o sentido de rotação e a temporização necessários para o deslocamento, e os transfere através da porta paralela do microcomputador. A condição de fim de curso do parafuso é monitorada pelo programa através da mesma porta.

- ◊ **Microcomputador**

Este consta de uma máquina padrão PC-AT 386 com 16 MB de memória RAM, duas interfaces seriais RS-232 e uma porta paralela. Cabe ressaltar que não é utilizada nenhuma placa interna e todo o controle dos demais equipamentos é feito através das portas seriais e paralela. Algumas tarefas como digitalização dos dados e controle de sequência de fases dos motores de passo do translacionador e do monocromador não são realizadas pelo microcomputador. Deste modo o mesmo atua apenas como gerenciador do sistema, evitando assim a necessidade de um microcomputador com desempenho mais elevado.

- ◊ **Programa**

O programa foi escrito em C++ utilizando técnicas de orientação a objeto a fim de facilitar a manutenção, e permitir que novos recursos e equipamentos sejam integrados com maior facilidade. O compilador utilizado foi o Borland C++ versão 4.51. O programa roda sobre o sistema operacional DOS versão 5.0 ou superior. Para a implementação do programa foram criados objetos que encapsulam entidades específicas do sistema de aquisição e reduzem o acoplamento entre os módulos. A seguir é feita uma descrição das classes relevantes que definem o comportamento dos objetos do programa.

- *Serial*: encapsula os detalhes para envio e recepção de comandos pela porta serial;

- *Lock830*: implementa as funções de comunicação com o amplificador diferencial “lock-in”, enviando comandos e esperando respostas específicas. Para a leitura de valores e parâmetros contém um objeto da classe Serial;

- *Spectr*: implementa as funções específicas para o controle do monocromador. Contém um objeto da classe *Serial* através do qual são enviados os comandos para seleção de um dado comprimento de onda. Além disso, calcula a resolução em função das características da rede de difração utilizada;

- *Grating*: contém as características de uma rede de difração, que são usadas nos cálculos de resolução e referências para os comandos enviados ao monocromador;

- *Transl*: implementa as funções relativas ao translacionador tais como o controle do motor de passo, e cálculos referentes a movimentação para a posição comandada. Contém um objeto da classe *Port* através do qual os comandos são enviados;

- *Port*: trata dos aspectos referentes a porta paralela, como escrita de dados, leitura e detecção de mudanças nos pinos de entrada.

- *Table*: implementa todos os acessos aos arquivos, tratando-os como tabelas de dados. Mantém informações sobre o nome do arquivo, o tipo de dados

nele contidos e as configurações utilizadas durante a sua aquisição;

- *Screen*: trata das funções relativas a exibição dos dados na tela, calculando escalas e mostrando as diferentes medidas em objetos distintos da classe *Layer*;

- *Layer*: corresponde a uma camada de apresentação de uma medida num objeto da classe *Screen*;

- *Measurement*: armazena informações sobre a origem do sinal (um identificador que será armazenado no arquivo e parâmetros). Permite a realização de seis medidas simultâneas, ou seja, seis variáveis dependentes;

A partir dos parâmetros da aquisição definidos pelo usuário, o programa é responsável pela obtenção, processamento, apresentação na tela, e armazenamento dos dados. Um ciclo de aquisição pode ser dividido em: definição das variáveis independentes, definição das variáveis dependentes, ajuste do sinal, definição do arquivo de saída, entrada dos parâmetros da aquisição, ciclo de aquisição, e armazenamento de dados e parâmetros no arquivo.

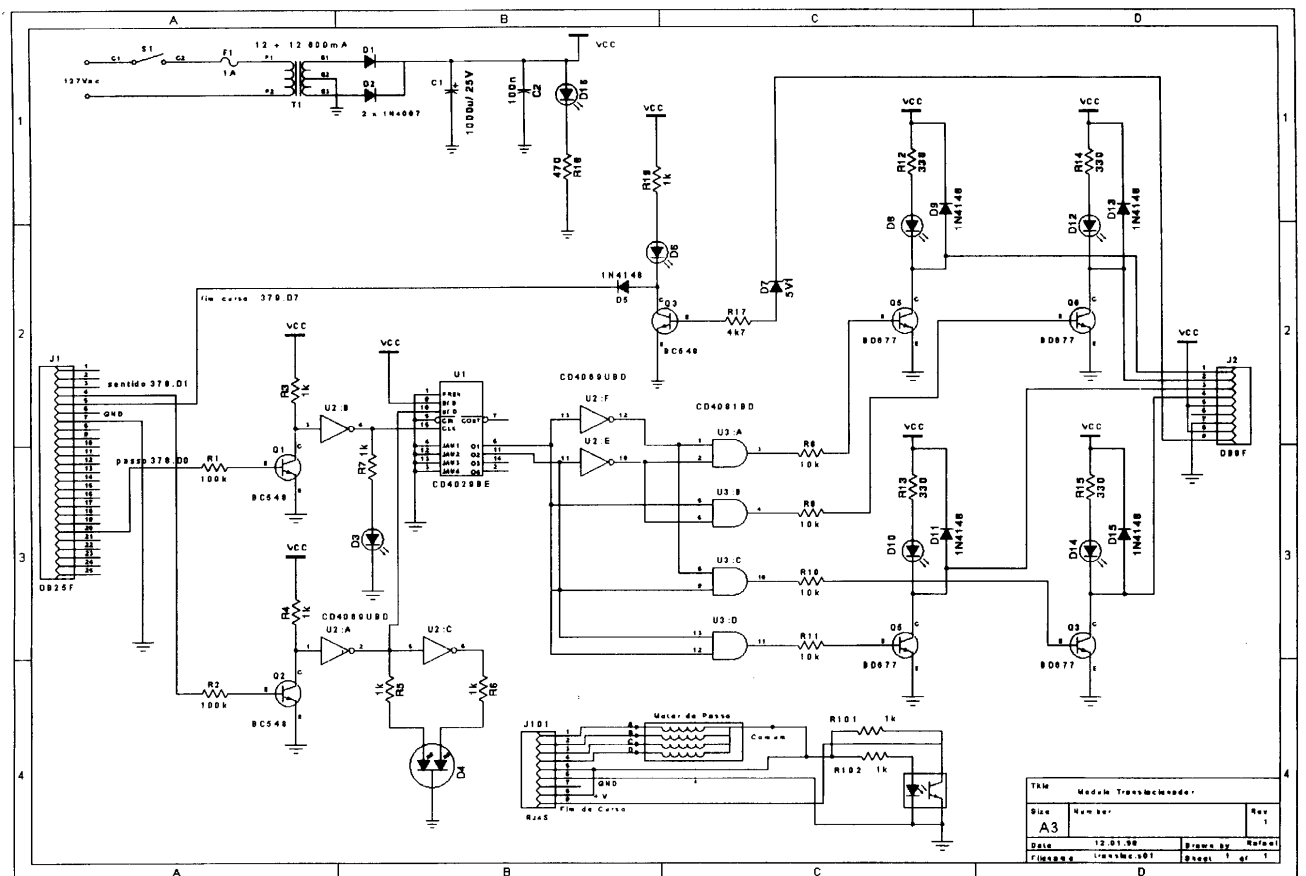


Figura 1. Circuito de excitação do motor de passo do translacionador.

III Aplicações

Apresentamos os resultados obtidos com a aplicação do sistema desenvolvido em dois diferentes tipos de experimentos usados na caracterização ótica de materiais.

- Levantamento da Birrefringência de uma Fibra Ótica PM

Existem algumas aplicações que exigem que o estado de polarização da luz incidente numa fibra ótica seja preservado ao longo da sua extensão [2,3]. As fibras circulares mantêm o estado de polarização da luz incidente por apenas alguns metros, de tal forma que é necessária a utilização de fibras construídas especialmente para este fim. Sendo assim, as fibras óticas mono-modo PM (que preservam a polarização) são de grande interesse devido ao seu uso potencial nas comunicações óticas coerentes e sensores óticos [4]. A evolução do estado de polarização em uma fibra ótica pode ser descrita em termos da birrefringência modal, ou seja, em termos da diferença entre os índices de refração para os modos normais polarizados ortogonalmente. Em fibras PM os modos ortogonais de polarização possuem constantes de propagação diferentes, e a radiação acoplada com polarização coincidente com um dos eixos de birrefringência mantém esta polarização por todo o comprimento da fibra. Para qualquer outra direção de polarização da luz incidente, as duas componentes ortogonais do campo (HE_x e HE_y do modo de propagação HE_{11} ou LP_{01}), são excitadas. Desde que as duas componentes tem diferentes constantes de propagação β_x e β_y , elas se propagam ficando em fase e fora de fase a uma periodicidade espacial determinada pela birrefringência da fibra, produzindo desta forma uma variação periódica do estado de polarização da onda guiada desde linear até circular.

Uma das maneiras de se levantar a birrefringência de uma fibra ótica é a medição do seu comprimento de batimento. Este método permite a obtenção direta da birrefringência, porém é limitado a fibras mono-modo na região espectral de análise, cujo comprimento de batimento esteja na ordem de décimos a dezenas de milímetros, e requer um laser potente (10 a 100 mW) [3]. Usamos nas medidas uma fibra mono-modo PM fabricada pela 3M modelo FS PM 2021 ($\lambda_c < 470$ nm).

Quando a seção transversal da fibra é uniforme ao longo do comprimento (eixo z) a birrefringência pode ser expressa por:

$$B_F = \frac{(\beta_x - \beta_y)}{(2\pi/\lambda)} \quad (1)$$

O estado de polarização gira num período espacial característico, o qual depende da diferença entre os índices de refração dos dois eixos da fibra, e corresponde

ao comprimento de batimento:

$$L_B = \frac{\lambda}{B_F} \quad (2)$$

A fim de se avaliar a birrefringência da fibra, foram feitas medidas do comprimento de batimento para diferentes comprimentos de onda. O método de medição consiste em levantar o padrão de distribuição espacial da radiação espalhada para a casca da fibra, numa condição em que os dois modos de polarização estejam igualmente excitados.

A montagem experimental para medição da distância entre os máximos é mostrada na figura 2. A lâmina de quarto de onda ($\lambda/4$) tem a finalidade de tornar a polarização do laser circular de modo a excitar igualmente ambos os modos ortogonais de polarização. A fibra ótica PM foi posicionada de tal modo que uma segunda fibra ótica de leitura (diâmetro do núcleo de $60 \mu\text{m}$) percorre perpendicularmente o comprimento da primeira medindo a radiação espalhada. A intensidade da radiação acoplada na fibra é modulada permitindo que após sua detecção pela fotomultiplicadora, a luz espalhada possa ser medida pelo amplificador diferencial "lock-in". A potência acoplada na fibra para os diferentes comprimentos de onda é da ordem de alguns décimos de miliwatt.

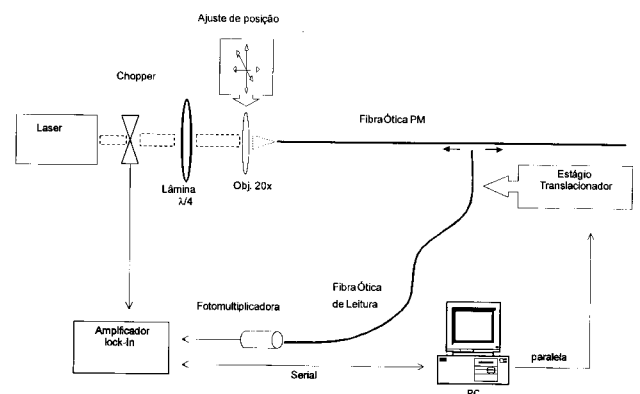


Figura 2. Montagem experimental usada para medição do comprimento de batimento.

O comprimento de batimento é obtido por meio do ajuste dos dados de intensidade de espalhamento em função da posição ao longo da fibra, a uma função cosseno do tipo:

$$y = y_0 + A \cos\left(\frac{2\pi(z - z_0)}{L_B}\right) \quad (3)$$

onde: y_0 é o "offset" de intensidade, A é a intensidade de pico da radiação espalhada, z_0 é o "offset" no eixo z da fibra, e L_B é o comprimento de batimento.

A figura 3 mostra o gráfico do levantamento da intensidade de radiação espalhada em função da posição

ao longo da fibra, para a linha em 488 nm do laser de argônio. A tabela 1 apresenta os resultados de L_B e B_F para diferentes comprimentos de onda.

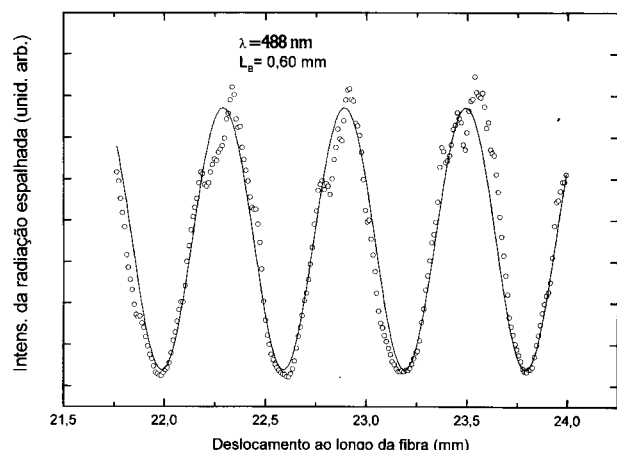


Figura 3. Intensidade da radiação espalhada em função da posição ao longo da fibra, para a linha em 488 nm do laser de Ar⁺.

Tabela 1 - Valores de comprimento de batimento e birrefringência obtidos para a fibra FSPM2021 usando diferentes comprimentos de onda.

Comprimento de onda (nm)	Comprimento de batimento (mm)	Birrefringência
476,5	0,58	$8,22 \times 10^{-4}$
488,0	0,60	$8,13 \times 10^{-4}$
496,5	0,62	$8,01 \times 10^{-4}$
514,5	0,65	$7,91 \times 10^{-4}$
632,8	0,91	$6,95 \times 10^{-4}$

Em todas as medidas realizadas com a fibra FSPM 2021, o valor obtido para a birrefringência foi da ordem de 10^{-4} , valor que está de acordo com os indicados na literatura para uma fibra altamente birrefringente [2], comprovando a eficiência do sistema experimental utilizado.

- Conversão ascendente em cristais de LiNbO₃:Er³⁺

Nos últimos anos houve um crescente interesse nas propriedades de conversão ascendente em diferentes materiais dopados com íons de terras raras [5-9], uma vez que estes materiais na forma de fibras ou cristais podem vir a ser usados em dispositivos óticos e lasers de conversão ascendente. Dentre estes materiais, o cristal de LiNbO₃ é de grande interesse para as telecomunicações, por apresentar propriedades eletro-ópticas e acusto-ópticas que possibilitam o desenvolvimento de dispositivos óticos integrados tais como moduladores e filtros.

Observamos um espectro de fluorescência do LiNbO₃:Er³⁺ resultante da conversão ascendente que

ocorre quando o cristal é bombeado a temperatura ambiente por meio de um laser de He-Ne (Uniphase, 632,8 nm, 10 mW), e fizemos um estudo da dependência da intensidade do sinal convertido com a potência do bombeio.

O laser de He-Ne excita ressonantemente a transição $^4I_{15/2} \rightarrow ^4F_{9/2}$ do íon Er³⁺, gerando as luminescências correspondentes as transições entre os níveis $^4G_{11/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ (390 nm), $^2H_{9/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ (~ 409 nm), $^4F_{7/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ (~ 490 nm), $^2H_{11/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ (~ 530 nm) e $^4S_{3/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ (~ 550 nm), além de outras duas bandas centradas em 450 nm e 470 nm (figura 4). O sinal de fluorescência de conversão ascendente deve ser proporcional a potência n da intensidade de excitação, onde n é o número de fótons absorvidos do bombeio para cada fóton emitido [5]. Os resultados obtidos com a análise das intensidades das diferentes luminescências com respeito a dependência com a potência de bombeio são apresentados (fig. 4) para as bandas centradas em 409 nm, 470 nm, 490 nm, e 550 nm. Os valores de n medidos variaram entre 1,9 e 2,2 para a banda em 409 nm, entre 2,2 e 2,5 para a banda em 470 nm, entre 1,8 e 2,3 para a banda em 490 nm, e entre 2,2 e 2,3 para as bandas no verde. Estes resultados mostram que são necessários 2 fótons do laser para gerar 1 fóton de emissão, indicando que tanto um processo de absorção de estado excitado quanto um processo de transferência de energia podem levar a população dos estados excitados do íon Er³⁺ que geram estas luminescências.

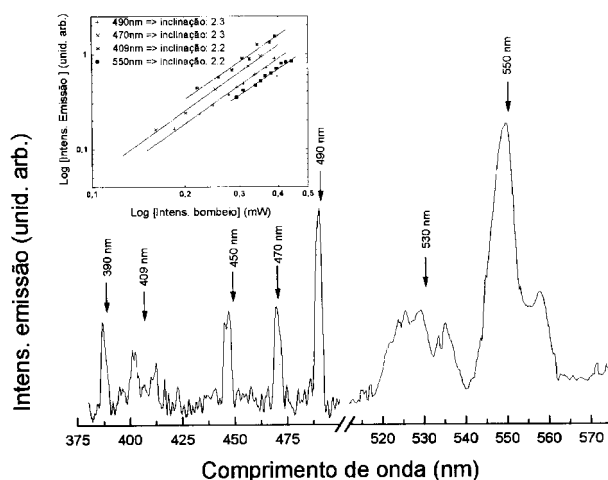


Figura 4. Espectros de fluorescência convertida sob bombeio em 632,8 nm, e dependência da intensidade da fluorescência com a intensidade do bombeio.

Nas medidas dos tempos de decaimento das luminescências obtivemos valores da ordem de 30 μ s para as bandas em 530 nm e 550 nm ($^2H_{11/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ e $^4S_{3/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$) do íon Er³⁺, sendo este valor condizente com aquele obtido por meio da excitação direta

do estado $^4S_{3/2}$. O estado $^2H_{11/2}$ deveria apresentar um tempo de decaimento da ordem de ns [10], porém como ele é repopulado termicamente a partir do $^4S_{3/2}$, o tempo medido reflete o tempo de decaimento deste último. Para estas bandas o comportamento temporal da fluorescência apresentou decaimento exponencial simples, indicando que, para a concentração de íons Er^{3+} utilizada na amostra (LiNbO_3 com dopagem nominal de 0,5% Er_2O_3), o processo de conversão ascendente dominante que gera estas emissões deve ser a absorção de estado excitado. Na figura 5 sugerimos os possíveis mecanismos responsáveis pela conversão ascendente observada na nossa amostra. Os íons Er^{3+} excitados pelo bombeio até o estado $^4F_{9/2}$ podem sofrer relaxação por multifonons para os estados mais baixos $^4I_{9/2}$, $^4I_{11/2}$ e $^4I_{13/2}$. Os longos tempos de vida dos níveis intermediários $^4I_{11/2}$ (200 μs) e $^4I_{13/2}$ (3 ms) colaboram para um processo de conversão ascendente por absorção de estado excitado. Assim, um subsequente processo de absorção de estado excitado ressonante a partir destes níveis possibilita a excitação dos íons nos níveis $^4F_{5/2}$ e $^4G_{11/2}$, sendo que as transições correspondentes são:

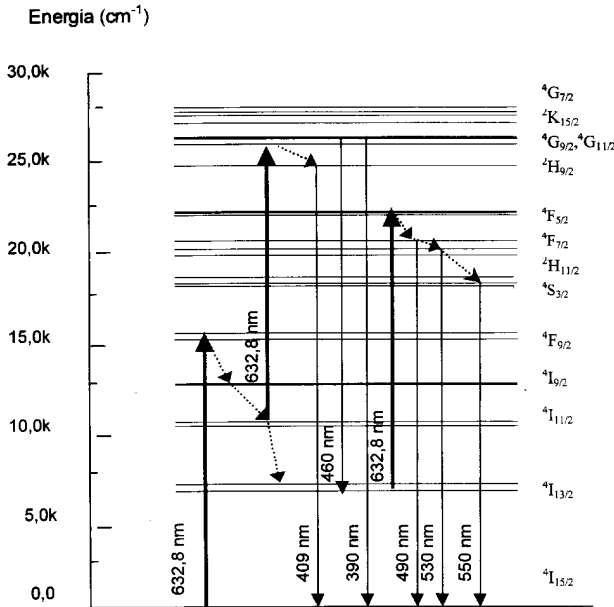
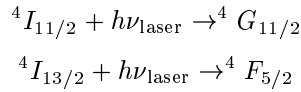


Figura 5. Processos de conversão ascendente sugeridos.

Os íons excitados no estado $^4F_{5/2}$ podem relaxar de forma não radiativa para os estados $^4F_{7/2}$, $^2H_{11/2}$ e $^4S_{3/2}$, a partir dos quais ocorrem as transições para o

fundamental gerando as emissões em 490 nm, 530 nm, e 550 nm respectivamente. Da mesma forma, os íons excitados no estado $^4G_{11/2}$ realizam transições para o estado fundamental gerando a emissão em 390 nm, enquanto que podem sofrer uma relaxação não radiativa para o estado $^2H_{9/2}$ resultando na emissão violeta observada em 409 nm. Um estudo mais aprofundado se faz necessário para um melhor entendimento do processo gerador da conversão ascendente observada por nós no $\text{LiNbO}_3:\text{Er}^{3+}$.

IV Conclusões

Desenvolvemos um sistema integrado eficiente usado na caracterização ótica de materiais, que propicia a detecção de sinais luminosos de intensidade pequena, e o deslocamento preciso tanto do monocromador quanto do translacionador. Tal sistema permite a integração entre equipamentos de diferentes fabricantes utilizando como gerenciador um microcomputador simples sem placas adicionais, o que evidencia a possibilidade de se obter maior produtividade da infra-estrutura disponível com pouco investimento. Além disso, o sistema se mostrou bastante versátil e de fácil operação podendo ser facilmente adaptado a diferentes tipos de experimentos, dependendo das necessidades de cada laboratório.

Na caracterização da fibra ótica PM, o estágio translacionador integrado ao sistema possibilitou a determinação de comprimentos de batimento menores do que 1 mm, permitindo a avaliação da birrefringência da fibra para diferentes comprimentos de onda. O mínimo valor de comprimento de batimento está limitado pela resolução do parafuso micrométrico do translacionador (0,01 mm), e pelo diâmetro do núcleo da fibra ótica de leitura (60 μm).

A utilização deste sistema para o estudo de conversão ascendente em um cristal de $\text{LiNbO}_3:\text{Er}^{3+}$ sob bombeio em 632,8 nm, permitiu a detecção e aquisição dos espectros gerados nas fracas emissões do íon Érbio a partir dos estados $^4G_{11/2}$, $^4F_{7/2}$, $^2H_{11/2}$ e $^4S_{3/2}$. Tal estudo deve ter continuidade com a realização de outros experimentos que possam fornecer dados que venham a complementar os resultados aqui apresentados.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao prof. Dr. Máximo Siu Li (DFCM-USP-SC) pela concessão da amostra cristalina usada nos experimentos, e ao CNPQ/ PIBIC pelo suporte financeiro.

References

- [1] P. P. Acarnley *Stepping Motors, a Guide to Modern Theory and Practice*, Peter Peregrinus Ltda. 1984.
- [2] John M. Senior, *Optical Fiber Communications - Principles and Practice*, Prentice Hall (1992).
- [3] Luc B. Jeunhomme, *Single-Mode Fiber Optics - Principles and Applications*, Marcel Dekker, Inc (1990).
- [4] R. H. Stolen, A. Ashkin, W. Pleibel, J. Dziedzic, *Opti. Lett.*, **9**(7), 300-302 (1984).
- [5] G. S. Maciel, C. B. De Araujo, Y. Messaddeq, M. A. Aegerter, *Physical Review B*, **55**(10), 6335-6342 (1997).
- [6] H. J. Seo, T. P. J. Han, G. D. McClure, B. Henderson; *Radiation Effects and Defects in Solids*, **135**, 217-221 (1995).
- [7] O. Witte, H. Stolz, W. Von der Osten, *J. Phys. D: appl. Phys.*, **29**, 561-568 (1996).
- [8] B. R. Reddy, S. K. Nash-Stevenson, *J. Appl. Phys.*, **76**(6), 3896-3898 (1994).
- [9] J. J. Ju, T. Y. Kwon, S. I. Yun, M. Cha, H. J. Seo, *Appl. Phys. Lett.*, **69**(10), 1358-1360 (1996).
- [10] J. Amin, B. Dussardier, T. Schweizer, M. Hempstead, *Journal of Luminescence*, **69**, 17-26 (1996).