

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA E
INFORMÁTICA INDUSTRIAL**

LARISSA NUNES DA COSTA

**PROTOTIPAÇÃO DE DISPOSITIVOS COM LASER DE
FEMTOSEGUNDOS**

DISSERTAÇÃO

CURITIBA

2014

LARISSA NUNES DA COSTA

**PROTOTIPAÇÃO DE DISPOSITIVOS COM LASER DE
FEMTOSEGUNDOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial da Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito parcial para obtenção do grau de “Mestre em Ciências” – Área de Concentração: Fotônica em Engenharia.

Orientador: Prof. Dr. Hypolito José Kalinowski

CURITIBA

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

C837p Costa, Larissa Nunes da
2014 / Prototipação de dispositivos com laser de femtosegundos
/ Larissa Nunes da Costa.-- 2014.
66 f.: il.; 30 cm

Texto em português com resumo em inglês
Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica
Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Elétrica e Informática Industrial, Curitiba, 2014
Bibliografia: f. 64-66

1. Fotônica. 2. Guias de ondas. 3. Lasers de femtossegundos.
4. Redes de Bragg. 5. Sílica. 6. Fibras óticas. 7.
Simulação (Computadores). 8. Engenharia elétrica -
Dissertações. I. Kalinowski, Hypolito José. II. Universidade
Tecnológica Federal do Paraná - Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Elétrica e Informática Industrial. III.
Titulo.

CDD 22 -- 621.3

Biblioteca Central da UTFPR, Câmpus Curitiba

Título da Dissertação Nº. 659

Prototipação de Dispositivos com Laser de Femtosegundos

por

Larissa Nunes da Costa

Orientador: Prof. Dr. Hypolito José Kalinowski

Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de MESTRE EM CIÊNCIAS – Área de Concentração: Fotônica em Engenharia do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial – CPGEI – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, às 14h00 do dia 28 de março de 2014. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta pelos professores doutores:

Prof. Dr. Hypolito José Kalinowski
(Presidente – UTFPR)

Prof. Dr. Rogério Nunes Nogueira
(IT-Av.)

Prof. Dr. Ismael Chiamenti
(UTFPR)

Visto da coordenação:

Prof. Ricardo Lüders, Dr.
(Coordenador do CPGEI)

Aos meus pais, Albaci e Walter.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. Hypolito José Kalinowski pela orientação.

Ao CNPq, CAPES e FINEP pelo fomento deste trabalho.

À minha mãe Albaci e meu pai Walter por todo amor, compreensão e confiança.

À minha irmã Michele e minha sobrinha Amanda pela amizade e paciência.

Aos amigos de laboratório: Prof. Dr. Valmir de Oliveira, Prof^a. Dr^a. Ilda Abe, Prof. Dr. Ismael Chiamenti, Rodrigo Fiorin, Rodolfo Patyk, Lucieli Rossi e Camila C Moura pela amizade e momentos compartilhados.

Ao Gabriel Goetten de Lima pelo incentivo e encorajamento durante todo este período.

Ao Prof. Dr. Julio C. K. das Neves pelo acesso aos equipamentos do Departamento de Engenharia Mecânica da UTFPR.

À todos os professores do Grupo de Fotônica.

À todos os demais amigos.

Por trás dos sonhos, há sacrifícios que as pessoas não veem.

RESUMO

COSTA, Larissa N. PROTOTIPAÇÃO DE DISPOSITIVOS COM LASER DE FEMTOSEGUNDOS. 66 f. Dissertação – Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2014.

Este trabalho descreve a produção de dispositivos protótipos em vidro e fibras óticas utilizando exposição a um laser de femtosegundos. As estruturas são caracterizadas utilizando microscopia convencional e confocal. A capacidade de guiamento de luz é investigada acoplando uma fonte de laser na entrada da estrutura e medindo o perfil de campo próximo. Foram ainda fabricadas redes de Bragg em fibras óticas submetidas à tratamento térmico após a gravação, para obter redes regeneradas. Micro-usinagem em vidro seguido de ataque químico resultou em uma estrutura 3D formada por uma matriz interconectada.

Palavras-chave: 1. Fotônica. 2. Guia de onda. 3. Laser Femtosegundos. 4. Redes de Bragg. 5. Sílica.

ABSTRACT

COSTA, Larissa N. PROTOTYPING DEVICES WITH FEMTOSECOND LASER. 66 f. Dissertação – Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2014.

This work describes the device prototyping with a femtosecond laser. The obtained structures are characterized by conventional and confocal microscopy. Light guiding is verified by launching light and measuring the near field profile at the exit facet. Fiber Bragg grating were also recorded and heated to obtain regenerated gratings. Glass micromachining followed by chemical etching resulted in a 3D structure made by an interconnected array of microchannels.

Keywords: 1. Photonics. 2. Waveguide. 3. Femtosecond laser. 4. Bragg gratings. 5. Fused Silica.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1	– Processos de fotoionização não linear. (a) Ionização de multifótons, (b) ionização por tunelamento, (c) ionização por avalanche, absorção de portadores livres seguida por ionização de impacto	28
FIGURA 2	– Ilustração da interação do laser de femtosegundos com sílica fundida. (a) Ponto focal do laser abaixo da superfície da amostra. (b) A energia é absorvida de maneira não-linear, criando plasma de elétrons livres. (c) O plasma transfere energia para a estrutura rapidamente. (d) Os três tipos de modificação permanentes: por baixa energia pulsada modificando o índice de refração de maneira uniforme, em energias intermediárias formando nanoestruturas birrefringentes, e espaços vazios em energias altas.	30
FIGURA 3	– Diagrama da sobreposição de pulsos do laser de femtosegundos, enquanto o feixe (amostra) é deslocada com velocidade v .	31
FIGURA 4	– Esquema ilustrativo de um guia de onda de Bragg.	32
FIGURA 5	– Ilustração da gravação de FBG utilizando máscara de fase.	33
FIGURA 6	– Agrupamento de amostras para polimento das laterais	37
FIGURA 7	– Ilustração da montagem para gravação à laser de femtosegundos.	38
FIGURA 8	– Esquema do arranjo experimental para acoplamento de luz e obtenção do perfil de campo próximo.	39
FIGURA 9	– Esquema do sistema de gravação de FBG no Laboratório de Fotônica.	41
FIGURA 10	– Esquema da montagem experimental para redes de altas temperaturas.	42
FIGURA 11	– Esquema de produção de valetas. Em (a) se inicia o deslocamento da amostra e em (b) termina.	44
FIGURA 12	– Imagens a partir da face (a) superior, e das faces laterais (b) 1 e (c) 2, dos guias de onda produzidos.	46
FIGURA 13	– Orientação espacial da gravação das alterações estruturais, com indicação de profundidade (Y) e largura média (X) da perturbação induzida.	47
FIGURA 14	– Imagem obtida por microscopia confocal das estruturas com filtro seletor na banda do verde.	49
FIGURA 15	– Planos a partir da superfície do guia 2 obtidos por microscopia confocal.	50
FIGURA 16	– Perfis de campo próximo dos guias 2 e 3	51
FIGURA 17	– Perfis de campo próximo dos guias 6 e 7.	51
FIGURA 18	– Perfil do feixe do laser de 635 nm passando pela amostra.	52
FIGURA 19	– Perfil da rede de Bragg em fibra padrão durante a gravação.	53
FIGURA 20	– Perfil da rede de Bragg em fibra padrão sem hidrogênio durante a gravação.	53
FIGURA 21	– Perfil da rede de Bragg em fibra fotossensível durante a gravação.	54
FIGURA 22	– Espectros de reflexão da rede semente em linhas cheia, e da rede regenerada em linha tracejada medidas a 20 graus Celsius.	54
FIGURA 23	– Evolução da temperatura em quadrados, e da amplitude do sinal refletido em círculos da rede durante a regeneração. A linha pontilhada são guias para a visão.	55
FIGURA 24	– Variação do comprimento de onda da rede de Bragg durante regeneração em quadrados pretos. Evolução da temperatura em círculos azuis	56

FIGURA 25	– Comprimento de onda de pico em função da temperatura.	57
FIGURA 26	– Canais antes da corrosão. Em (a) o foco do microscópio posicionado na superfície superior da amostra, e em (b) na superfície inferior do canal. ..	57
FIGURA 27	– Microcanal 6, em (a) antes da corrosão com HF, (b) após 20 minutos de corrosão e (c) após 40 minutos de corrosão.	58
FIGURA 28	– Escala de intensidade.	61
FIGURA 29	– Perfis de campo próximo dos guias 2 e 3 via face 1	61
FIGURA 30	– Perfis de campo próximo dos guias 4 e 5 via face 1.	62
FIGURA 31	– Perfis de campo próximo dos guias 6 e 7 via face 1.	62
FIGURA 32	– Perfis de campo próximo dos guias 8 e 9 via face 1.	63

LISTA DE TABELAS

TABELA 1	– Relação de dados de artigos sobre gravações de guias de onda em diversos tipos de silicatos utilizando laser de femtosegundos.	18
TABELA 2	– Relação de dados de artigos sobre gravações de redes de Bragg, com laser de femtosegundos, usando máscara de fase	20
TABELA 3	– Relação de dados de artigos sobre micromaquinação.	22
TABELA 4	– Energias e profundidades das estruturas gravadas.	45
TABELA 5	– Dimensões mensuradas das estruturas. Profundidade e largura a meia altura indicados nas colunas Distância Y e X, para cada face da amostra.	48
TABELA 6	– Configurações de gravação, tempo de tratamento com ácido e dimensões após a corrosão com ácido.	58

LISTA DE SIGLAS

FBG	<i>Fiber Bragg Gratings</i>
SMF	<i>Single Mode Fiber</i>
PCF	<i>Photonic-crystal fiber</i>
LMA	<i>Large mode area fiber</i>
FLICE	<i>Femtosecond Laser Irradiation followed by Chemical Etching</i>
BWG	<i>Bragg Waveguide</i>
μ -TAS	<i>Micro total analysis system</i>
He-Ne	<i>Laser de Hélio e Neônio</i>
UV	<i>Ultravioleta</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

dB	<i>Decibel</i>
fs	Femtosegundos
J	<i>Joules</i>
°C	<i>Graus Celcius</i>
E	<i>Campo elétrico</i>
H	<i>Campo Magnético</i>
ϵ	<i>Permissividade do meio</i>
μ	<i>Permeabilidade do meio</i>
λ	<i>Comprimento de Onda</i>
β	<i>Constante de propagação do meio</i>
E_{\perp}	<i>Componente perpendicular do campo elétrico</i>
H_{\perp}	<i>Componente perpendicular do campo magnético</i>

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
1.2	GUIAS DE ONDA EM SÍLICA	17
1.3	REDES DE BRAGG EM FIBRAS ÓTICAS	19
1.3.1	Redes Regeneradas	19
1.3.2	Redes de Bragg Gravadas com Máscara de Fase	21
1.4	MICROUSINAGEM - CANAIS MICROFLUÍDICOS	21
1.5	OBJETIVOS	23
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	24
2.1	TEORIA ELETROMAGNÉTICA EM MEIOS DIELETRICOS	24
2.2	INTERAÇÃO ENTRE LASER DE FEMTOSEGUNDOS E MATERIAIS	27
2.2.1	Fotoionização Não-Linear	28
2.2.1.1	Fotoionização por Avalanche	29
2.2.1.2	Relaxação e Modificação	29
2.3	GRAVAÇÃO DE GUIAS DE ONDA EM MATERIAIS TRANSPARENTES	31
2.4	REDES DE BRAGG	32
2.4.1	GRAVAÇÃO DIRETA DE REDE DE BRAGG USANDO MÁSCARA DE FASE	32
2.4.2	Dependência com a Temperatura	33
2.5	MICROUSINAGEM	34
3	MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1	GUIAS DE ONDA EM SUBSTRATO DE SÍLICA	36
3.1.1	PREPARO DE AMOSTRAS	36
3.1.2	INSCRIÇÃO DOS GUIAS DE ONDA	37
3.1.3	Guiamento de Luz	38
3.1.4	Inspeção Visual dos Guias de Onda	39
3.1.5	Inspeção por Microscopia Confocal	39
3.2	REDES DE BRAGG EM FIBRAS	40
3.2.1	HIDROGENAÇÃO DE FIBRAS ÓTICAS	40
3.2.2	PROCESSO DE GRAVAÇÃO DE REDE DE BRAGG EM FIBRAS	40
3.2.3	MONITORAÇÃO ESPECTRAL DURANTE A GRAVAÇÃO	41
3.2.4	TRATAMENTO TÉRMICO EM REDES DE BRAGG EM FIBRAS	41
3.2.4.1	Altas Temperaturas	42
3.2.5	Produção de Redes Regeneradas	43
3.2.6	Sensibilidade Térmica	43
3.3	MICROUSINAGEM	43
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
4.1	GUIAS DE ONDA	45
4.1.1	INSPEÇÃO VISUAL DAS ALTERAÇÕES ESTRUTURAIS	46
4.1.2	ESTIMATIVAS DIMENSIONAIS	47
4.2	ANÁLISE POR MICROSCOPIA CONFOCAL	49
4.3	GUIAMENTO DA LUZ E PERFIL DE CAMPO PRÓXIMO	51

4.4 REDES DE BRAGG EM FIBRAS	52
4.4.1 Redes Regeneradas	53
4.4.2 MICRO-USINAGEM	57
5 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	59
Apêndice A – PERFIS DE CAMPO PRÓXIMO PARA OS GUIAS	61
REFERÊNCIAS	64

1 INTRODUÇÃO

Sensores estão amplamente presentes no mundo moderno: no celular por exemplo, a captação do sinal da operadora, sensor de proximidade que detecta quão próximo o rosto está do celular, sensores de luz ambiente que permitem economizar bateria, GPS, entre outros. O forno de microondas é muito utilizado para esquentar alimentos e líquidos, possui sensores de temperatura, tempo, no travamento da porta, entre outros. Carros e ônibus possuem mais de 50 tipos diferentes de sensores espalhados em diversas funções de controle no veículo. Os semáforos no trânsito igualmente são controlados por sensores, existindo ainda sensores que auxiliam a prever a temperatura para os próximos dias e biossensores de análise de toxinas e agentes patogênicos em indústrias de alimentos.

O corpo humano possui uma diversidade de órgãos que podem ser associados à sensores, como os associados à audição, visão, olfato, tato e paladar, os cinco sentidos clássicos propostos por Aristóteles .

O ouvido humano é bastante sensível numa faixa bem curta do espectro de frequências entre 20Hz e 20kHz e volumes no mínimo de 10^{-12} W/m^2 (0 dB) e máximo de 1 W/m^2 (120dB). Exposição à valores acima de 90dB por tempo prolongado são considerados perigosos e podem acarretar em sérios prejuízos.

Olhos humanos podem detectar pequenas variações de cor, focalizar objetos distantes como a Lua e objetos a 25cm do olho, determinadas pela região visível do espectro eletromagnético, entre 370 nm e 750nm, o que é uma parte muito pequena de todo espectro que abrange de 10^{-11} m até 10^3 m .

O olfato corresponde ao sensor mais sensível e seletivo do corpo humano. O limite da sensibilidade varia entre partes por bilhão (ppb) até partes por milhão (ppm) no nível de ar. Permitindo, assim, perceber mudanças tênues de odor.

Tato, algo presente na pele do corpo todo se divide em quatro outros sentidos: percepção da temperatura, de texturas, dor e localização espacial do corpo.

O paladar é reconhecido nas papilas gustativas presentes na língua, assim como no céu da boca. Está intrinsecamente ligado ao olfato e à visão. Os sabores mais percebidos são doce, amargo, salgado, ácido. Uma medida ideal de sabor pode ser obtida se a comida estiver fria, onde se elimina a interferência do olfato. (VETELINO; REGHU, 2010)

Sensores podem ser construídos de diversos materiais e tamanhos, escolhendo de acordo com a aplicação necessária. Um sensor de luz ambiente em um celular é constituído de dois fotodiodos sensíveis a regiões diferentes do espectro eletromagnético, que quando combinados, resultam em medidas precisas da intensidade da luz.

Assim como fotodiodos, sensores podem ser produzidos com materiais a base de silicatos e cerâmicas que são pouco intrusivos. Desta forma produz medidas de grande precisão. Fibras óticas são um exemplo de sistemas assim, e são capazes de medir temperatura e deformação com sensibilidade elevada, assim como dispositivos construídos em substrato de sílica. Sensores óticos utilizam diferentes estruturas para confinar, processar ou interagir com a luz.

Neste trabalho serão descritos experimentos realizados para obter e caracterizar redes de Bragg em fibras, guias de onda, e dispositivos utilizando micro-usinagem com pulsos de laser de femtosegundos.

1.1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nas seções seguintes serão resumidos alguns conceitos relacionados às estruturas utilizadas neste trabalho. Primeiramente sobre guias de onda em silicatos. A seguir as redes de Bragg em fibra ótica fabricadas com máscara de fase e sua aplicação em alta e baixa temperatura, e ao final apresenta-se alguns aspectos das técnicas de microusinagem.

1.2 GUIAS DE ONDA EM SÍLICA

Na Tabela 1 são relacionados diversos artigos sobre trabalhos de gravação de guias de onda em silicatos, utilizando laser de femtosegundos, com comprimento de onda ao redor de 800nm com pulsos de aproximadamente 130 fs e taxas de repetição entre 1 e 200kHz. Alguns artigos citam a potência e outros a energia. Os valores de energia neste trabalho são calculos médios relacionando a potência pela taxa de repetição do laser.

As energias utilizadas para fabricação de guias de onda variam de acordo com a aplicação, com valores entre nJ e μ J. Aplicações com baixa energia frequentemente utilizam

Tabela 1: Relação de dados de artigos sobre gravações de guias de onda em diversos tipos de silicatos utilizando laser de femtosegundos.

Nº	Ref.	λ	pulsos	Técnica	Taxa de repetição	Potência	NA	Objetiva	Material	Velocidade	Dimensão gravada	Energia	Perda na propagação	Posição abaixo da superfície
1	(LIU et al., 2004)	800nm	130fs	Escrita lateral com assimetria corrigida	150kHz	40 – 150mW		20x	silica fundida	50 – 500 $\mu\text{m}/\text{s}$	2,45 x 9,78 $\mu\text{m}/\text{s}$		0,8dB/cm	500 μm
2	(NOLTE et al., 2003)	800nm	50fs	Guia com 1 entrada e 3 saídas	1kHz			20x	silica fundida	125 $\mu\text{m}/\text{s}$	10mm	0,5 μJ	6dB	200 μm
3	(LIU et al., 2006)	800nm	120fs	Estudo da relação entre a profundidade e a variação do índice de refração	1kHz			50x	vidro de silicato	10 $\mu\text{m}/\text{s}$	5mm	0,1 – 1 μJ	0,56dB/cm	2100 μm
4	(EATON et al., 2008)	1045nm	300fs	Guias de onda de baixa perda	100kHz até 50MHz		0,4		vidro BK7	0,05 – 40mm/s	diâmetros de 2 – 12 μm e 8 – 30 μm	2 μJ	0,3dB/cm	75 – 300 μm
5	(NASU et al., 2005)	775nm	150fs	Guias de onda de baixa perda	1kHz		0,4		vidro PLC dopado com boro e fósforo	10 $\mu\text{m}/\text{s}$	500 μm e 2 μm^2	182nJ	0,35dB/cm	26 μm
6	(CHAN et al., 2003)	800nm	130fs	Estudo da modificação da estrutura do material pelo laser de femtosegundos	1kHz			10x	silica fundida	20 $\mu\text{m}/\text{s}$	5mm	0,1 – 6 μJ		700 μm
7	(AMS et al., 2006)	800nm	120fs	Estudo da polarização do laser de fs na escrita de guias	1kHz			20x	silica fundida	25 $\mu\text{m}/\text{s}$	10 μm e 15mm	0,5 – 10 μJ		
8	(MAUCLAIR et al., 2008)	800nm	150fs	Minimização da aberração causada pelo laser usando vidros óticos sincronizados com a escrita	100kHz	80 e 125mW	0,45		vidro BK7	1 $\mu\text{m}/\text{s}$	10mm			200 μm
9	(DAVIS et al., 1996)	810nm	120fs		200kHz	470mW		10x	vidros de silica dopados com Ge	100 $\mu\text{m}/\text{s}$	6 x 180 μm			

baixa velocidade no deslocamento da amostra, no entanto em vários trabalhos a velocidade é fixa em dezenas de micrometros por segundo. Velocidades nessa ordem são necessárias para não ultrapassar o limite de dano material, entre modificar o índice de refração e erodir o material sem provocar mudanças óticas significativas. Os materiais utilizados podem ser diversos tipos de cristais, em vidros puros em sílica ou com dopagens conhecidas, como boro e germânio. As objetivas de microscópio utilizadas nos trabalhos variam entre $10\times$ e $50\times$. A profundidade em que os guias de onda são gravados depende parcialmente das dimensões da amostra, mas é em geral na ordem de centenas de micrometros.

1.3 REDES DE BRAGG EM FIBRAS ÓTICAS

As redes de Bragg (FBG) em fibras óticas são estruturas com periodicidade espacial no índice de refração ao longo da direção de propagação da luz e podem ser obtidas utilizando a técnica de iluminação com máscara de fase.

1.3.1 REDES REGENERADAS

A regeneração está associada ao tratamento térmico de aquecimento e resfriamento, conhecido como *annealing*, e ocorre quando a rede de Bragg é submetida a temperaturas entre 700°C e 1000°C . Par essas temperaturas, a amplitude do sinal refletido apaga completamente ou parcialmente, e posteriormente surge um novo sinal regenerado que cresce e estabiliza. A rede inicial é nominada de rede semente, geralmente com lóbulos laterais e maior nível de saturação. Já a rede regenerada possui espectro mais estreito e poucos lóbulos laterais (FOKINE, 2002), (CANNING et al., 2008).

Fibras fotossensíveis são obtidas com materiais e processos, que, ao serem expostos a laser com comprimento de onda e intensidade adequados, realçam a modificação do índice de refração na região atingida.

A regeneração é mais eficiente em fibras fotosensíveis, podendo ser ou não hidrogenadas. O processo ainda está em estudo e existem apenas hipóteses sobre os mecanismos responsáveis, o principal sendo compactação e densificação da estrutura molecular da sílica (LINDNER et al., 2009), (CANNING et al., 2008).

Tabela 2: Relação de dados de artigos sobre gravações de redes de Bragg, com laser de femtosegundos, usando máscara de fase

Nº	Ref.	λ	pulsos	Dados da Máscara de Fase	Taxa de repetição	Foco	NA	Lente Cl.	Material	Velocidade	Área gravada	Energia por pulso	Nº pulsos
1	(MIHAILOV et al., 2004)	800 nm	120 fs	800 nm	1 kHz e 10 kHz	80 mm		21,8 cm	SMF-28		5 mm	300 mJ	15000
2	(DRAGOMIR et al., 2003)	264 nm	246 fs	1, 07 μ m	27 Hz				Fibras padrão e comerciais		50 mm	200 mJ	
3	(KALACHEV et al., 2005)	211 nm	250 fs	LPG					Fibra padrão hidrogenada SMF-28 e fibra fotosensível sem hidrogênio B-codopada				
4	(MIHAILOV et al., 2008)	800 nm	125 fs	período 1, 07 μ m	100 kHz	12 mm			Fibra hidrogenada com NA alto coberta com polimida			180 mJ	
5	(MARSHALL et al., 2007)	800 nm	120 fs			104 mm	0,7	100 \times	PCF ESM				
6	(WIKSZAK et al., 2006)	800 nm	50 fs	período 2, 15 μ m	1 kHz	40 mm			fibra dopada com Erbó padrão	4 mm/min máscara e fibra (refletiv.)		600 mJ	
7	(MIHAILOV et al., 2006)	800 nm	125 fs	período 3, 217 μ m	200 Hz	30 mm			taper de PCF, EMS-12-01 e LMA-15	10 mm/min		1200 μ J e 110 μ J	
8	(ZAGORULKO et al., 2004)	276 nm	150 fs	período 1, 07 μ m	1 kHz	38 mm			fibra Corning SMF-28, fibra de núcleo P_2O_5 e fibra de núcleo de sílica pura com casca dopada com fluoreto			130 mJ	
9	(FANG et al., 2010)	800 nm	120 fs	chirp: 4,8 nm/cm e período 2149,95 nm	1 kHz				Microfibra com 2 – 10 mm de diâmetro		4 mm		
10	(GROBNIC et al., 2009)	800 nm	125 fs	período 3, 217 μ m	200 Hz	12 mm			fibra de borossilicato			200 - 800 mJ	
11	(GROBNIC et al., 2006)	800 nm	125 fs	período 3, 217 μ m	200 Hz	19 mm			guias de onda de transferência de fons de prata em substrato de vidro de borossilicato	10 mm/s		500 mJ 700 mJ 1000 mJ 1100 mJ 1500 mJ	400 pulsos

1.3.2 REDES DE BRAGG GRAVADAS COM MÁSCARA DE FASE

A gravação de FBG utilizando máscaras de fase é uma técnica de interesse nesta dissertação. A alteração de índice de refração é obtida por um padrão de interferência a partir de um feixe de laser difratado por uma máscara de fase.

Para estimar os parâmetros necessários para o prosseguimento dos experimentos, foi realizado um estudo das características utilizadas na literatura dispostos em forma de tabela. A Tabela 2 relaciona para laser de femtosegundos a energia empregada, diferentes tipos máscaras de fase em conjunto com diferentes lentes cilíndricas e fibras óticas empregada para gravação de FBG.

As máscaras utilizadas nos trabalhos tem principalmente periodicidade de $1,07\mu\text{m}$ e $3,20\mu\text{m}$ e entre outras, para fabricar FBG's em 1550nm . A taxa de repetição dos lasers utilizados estão entre 1kHz e 100kHz , com pulsos entre $50 - 250\text{fs}$ e comprimentos de onda entre 264nm e 800nm . As lentes cilíndricas com focos entre 12 e 80mm foram mais utilizadas, com maior uso daquelas com 40mm . As energias por pulso utilizadas cobrem uma região ampla, de acordo com as fibras usadas, entre centenas de μJ e dezenas de mJ . Foram estudadas fibras hidrogenadas SMF-125, fotossensíveis dopadas com germânio e boro, fibras monomodo (SMF), PCF e LMA e microfibras. O comprimento de FBG gravada entre 4mm e 50mm .

1.4 MICROUSINAGEM - CANAIS MICROFLUÍDICOS

Dispositivos microfluídicos podem ser fabricados em silicatos, cerâmicas, polímeros, metais, entre outros. O material escolhido está diretamente relacionada à aplicação do dispositivo e possui métodos de produção diferentes, que podem envolver fotolitografia, exposição a laser, entre outros.

Canais microfluídicos são usualmente fabricados em estruturas 2-D, e há diversas técnicas para criar estruturas 3-D. A mais usada entre essas técnicas é chamada de Irradiação de Laser de Femtosegundos Seguido por Corrosão Química, em inglês FLICE, a qual permite construir microcanais em 3-D, que podem ser aplicados em diversas áreas como na biologia, para estudar o movimento de células. Essa técnica permite criar estruturas em dois passos: primeiro a amostra é irradiada por um laser de femtosegundos focalizado, seguido por uma corrosão, geralmente ácido fluorídrico (HF), que irá modificar a área atingida pelo laser mais rápido que as não expostas.

Lasers de femtosegundos são amplamente utilizados neste tipo de técnica por ter pulsos

Tabela 3: Relação de dados de artigos sobre micromaquinação.

Nº	Ref.	λ	Pulsos	Dados	Taxa de repetição	Potência	Foco	NA	Lente	Material	Velocidade	Área gravada	Energia
1	(TSAI et al., 2009)	800 nm	120 fs	Estrutura sub-micrométrica	1 kHz	60 mW		0,3	10X	Substrato siliconado coberto com Photoresist SU8	3 mm/min		
2	(LIANG et al., 2003)	800 nm	150 fs	microusinagem	1 kHz				Cilíndrica Foco=50 mm	Cobre sólido			800 mJ
3	(BAHNISCH et al., 1999)	790 nm	250 fs	Corte 8x8	1kHz		200 mm			Discos finos de vidro e cerâmica	320 mm/s	< 1 mm	0,5 mJ

curtos, o que minimiza a região de dano volumétrica por permitir controlar as modificações em escala micrométrica, e a alta intensidade atingida com o laser focalizado.

Técnicas de micromaquinação variam de acordo com a finalidade da estrutura criada. Na Tabela 3 são citados alguns artigos sobre micromaquinação. Para lasers de femtosegundos com comprimentos de onda por volta dos 800nm e taxa de repetição de 1kHz, e energia varia entre 800 e 0,5mJ, onde as maiores energias são utilizadas em metais como cobre, e energias menores para cerâmicas e vidros. As velocidades também variam muito; entre 320 e 5800 $\mu\text{m/s}$, de acordo com a aplicação. Estas técnicas permitem, nos materiais transparentes a gravação de guias de onda e estruturas óticas.

1.5 OBJETIVOS

- Aplicar a técnica ponto a ponto para gravar guias de onda óticos e microcanais em lâminas e lamínulas de sílica e vidro comum, que sirvam como elemento de base para novos sensores;
- Inscrever redes de Bragg usando máscara de fase com laser de femtosegundos em lâminas e lamínulas de sílica e vidro comum;

No final deste capítulo apresentam-se alguns conceitos introdutórios sobre os dispositivos estudados, enquanto no capítulo 2 descreve os conceitos teóricos relevantes, separados em três categorias: os trabalhos realizados com fibras óticas, com guias de onda, e a produção de microcanais. No capítulo 3 serão detalhados os materiais e métodos experimentais utilizados para produção e análise. O capítulo 4 apresenta os resultados em cada linha de trabalho, e as correspondentes discussões. No capítulo 5 estão as conclusões obtidas e sugestões para próximos trabalhos.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo serão apresentados os diversos conceitos relevantes para este trabalho. No tocante à propagação da luz, interação entre o laser e o material, registro de estruturas e microusinagem.

2.1 TEORIA ELETROMAGNÉTICA EM MEIOS DIELÉTRICOS

Para um estudo teórico a fim de esclarecer a propagação de ondas eletromagnéticas em meios dielétricos, necessita-se estabelecer algumas condições iniciais para facilitar o entendimento:

1. O meio por onde ocorre a propagação da onda eletromagnética é homogêneo, isotrópico, linear e estacionário.
2. É um meio não condutor.
3. A densidade de cargas livres é nula, de maneira que $\nabla \cdot E = 0$.
4. A propagação ocorre em linha reta na direção positiva do eixo z.
5. A onda é senoidal.
6. Não há atenuação.

As Equações de Maxwell para os campos elétrico E e magnético H em um meio dielétrico homogêneo, sem fontes e sem perdas são definidas por:

$$\nabla \times \vec{H} = \epsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \quad (1)$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (2)$$

onde ϵ é a permissividade do meio e μ sua respectiva permeabilidade .

As equações de onda para o meio conforme descrito acima podem ser obtidas pelas Equações 1 e 2 e são escritas como:

$$\nabla^2 \vec{E} - \epsilon\mu \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = 0 \quad (3)$$

$$\nabla^2 \vec{B} - \epsilon\mu \frac{\partial^2 \vec{B}}{\partial t^2} = 0 \quad (4)$$

Que admitem uma solução em ondas planas:

$$\vec{H} = H(x,y)e^{j(\omega t - \beta z)} = (E_x \hat{x} + E_y \hat{y} + E_z \hat{z})e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (5)$$

$$\vec{E} = E(x,y)e^{j(\omega t - \beta z)} = (H_x \hat{x} + H_y \hat{y} + H_z \hat{z})e^{j(\omega t - \beta z)} \quad (6)$$

onde os coeficientes $E_x \hat{x}, E_y \hat{y}, E_z \hat{z}, H_x \hat{x}, H_y \hat{y}$ e $H_z \hat{z}$ são funções não especificadas de x e y . A dependência de z em t aparece apenas no fator harmônico. O número de onda é igual a $\lambda = \omega/v$, onde ω é a frequência angular da onda eletromagnética se propagando na direção z e v a velocidade de fase da onda, e β uma constante de propagação do meio, e x e y as posições no plano transversal ao eixo z .

Substituindo 5 em (1) e (6) em (2), são obtidos as componentes do campo eletromagnético:

$$\frac{\partial E_z}{\partial y} + j\beta E_y = -j\omega\mu_0 H_x \quad (7)$$

$$-j\beta E_x - \frac{\partial E_z}{\partial x} = -j\omega\mu_0 H_y \quad (8)$$

$$\frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} = -j\omega\mu_0 H_z \quad (9)$$

$$\frac{\partial H_z}{\partial y} + j\beta H_y = j\omega\epsilon_0 n^2 E_x \quad (10)$$

$$-j\beta H_x - \frac{\partial H_z}{\partial x} = j\omega\epsilon_0 n^2 E_y \quad (11)$$

$$\frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} = j\omega\epsilon_0 n^2 E_z \quad (12)$$

Reescrevendo as equações 8 e 10 se obtém

$$E_x = \frac{j}{\beta^2 + k^2} \left(\beta \frac{\partial E_z}{\partial x} + \omega\mu \frac{\partial H_z}{\partial y} \right) \quad (13)$$

onde

$$k = \omega\sqrt{\epsilon\mu} = \frac{1}{\lambda_{\text{meio}}} \quad (14)$$

é o número de onda da onda eletromagnética de comprimento de onda λ_{meio} que se propaga no meio em questão.

De maneira análoga é possível combinar os outros pares de equações em funções das componentes z:

$$E_y = \frac{j}{\beta^2 + k^2} \left(\beta \frac{\partial E_z}{\partial y} - \omega\mu \frac{\partial H_z}{\partial x} \right) \quad (15)$$

$$H_x = \frac{j}{\beta^2 + k^2} \left(\omega\mu \frac{\partial E_z}{\partial y} + \beta \frac{\partial H_z}{\partial x} \right) \quad (16)$$

$$H_y = \frac{j}{\beta^2 + k^2} \left(\omega\mu \frac{\partial E_z}{\partial x} + \beta \frac{\partial H_z}{\partial y} \right) \quad (17)$$

Para identificar as componentes perpendiculares de propagação, será introduzido o subíndice \perp em E_{\perp} e H_{\perp}

$$E_{\perp} = E_x \hat{\mathbf{x}} + E_y \hat{\mathbf{y}} \quad (18)$$

$$H_{\perp} = H_x \hat{\mathbf{x}} + H_y \hat{\mathbf{y}} \quad (19)$$

sendo possível reescrever as equações anteriores resumidamente

$$E_{\perp} = \frac{j}{\beta^2 + k^2} (\beta \nabla_{\perp} E_x \hat{x} + \omega \mu \nabla \times E_y \hat{y}) \quad (20)$$

$$H_{\perp} = \frac{j}{\beta^2 + k^2} (\beta \nabla_{\perp} H_x \hat{x} - \omega \varepsilon \nabla \times H_y \hat{y}) \quad (21)$$

Para obter a componente longitudinal de E podemos resolver a equação 3, onde pode se obter

$$\frac{\partial^2 E_z}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 E_z}{\partial y^2} = -\varepsilon \mu \lambda^2 E_z = -k^2 E_z \quad (22)$$

que pode ser reduzida à:

$$(\nabla_{\perp}^2 + k^2 - \beta^2) E_z = 0 \quad (23)$$

E de forma análoga para a componente magnética utilizando a equação 4

$$(\nabla_{\perp}^2 + k^2 - \beta^2) H_z = 0 \quad (24)$$

As equações acima satisfazem a equação de onda com as condições de fronteira adequadas às componentes transversais dos campos elétrico e magnético, permitindo obter as componentes transversais, em termos de um número reduzido de soluções escalares da equação de onda (LORRAIN et al., 1988).

Em situação de confinamento, tal como nos guias de onda, essas soluções apresentam múltiplas configurações de campos eletromagnéticos possíveis, associando uma distribuição transversal aos valores permitidos de β . Tais configurações são denominados modos eletromagnético de propagação.

2.2 INTERAÇÃO ENTRE LASER DE FEMTOSEGUNDOS E MATERIAIS

Lasers com pulsos de femtosegundo conseguem chegar a intensidades de pico na ordem de TW/cm^2 , que resultam em alta absorção não linear da energia focalizada em materiais. Após alguns picosegundos a energia é transferida para a rede cristalina, permitindo uma modificação permanente no material. Esse processo não é completamente conhecido, mas pode ser subdividido em três passos: a geração de plasma de elétrons livres, seguido pela relaxação e a modificação do material.

Os lasers de femtosegundo com comprimentos de onda no infravermelho próximo ou no visível não possuem energia de fóton suficiente para induzir absorção linear na maioria dos vidros. Elétrons da camada de valência recebem energia para serem promovidos para a camada de condução por fotoionização não-linear, que ocorrem por dois fenômenos: ionização por multi-fóton ou fotoionização de tunelamento, dependendo da frequência e da intensidade. Se ocorre somente o primeiro, o limite da intensidade do colapso óptico sofre uma grande variação na banda de energia devido a variação da probabilidade de absorção com o banda proibida de energia. A fotoionização por avalanche também estará presente pois depende linearmente da intensidade do laser, e há pequenas variações no limite de colapso óptico com o banda proibida de energia do material. Devido a essa baixa variação, é possível utilizar o laser de femtosegundos em uma ampla gama de materiais.

2.2.1 FOTOIONIZAÇÃO NÃO-LINEAR

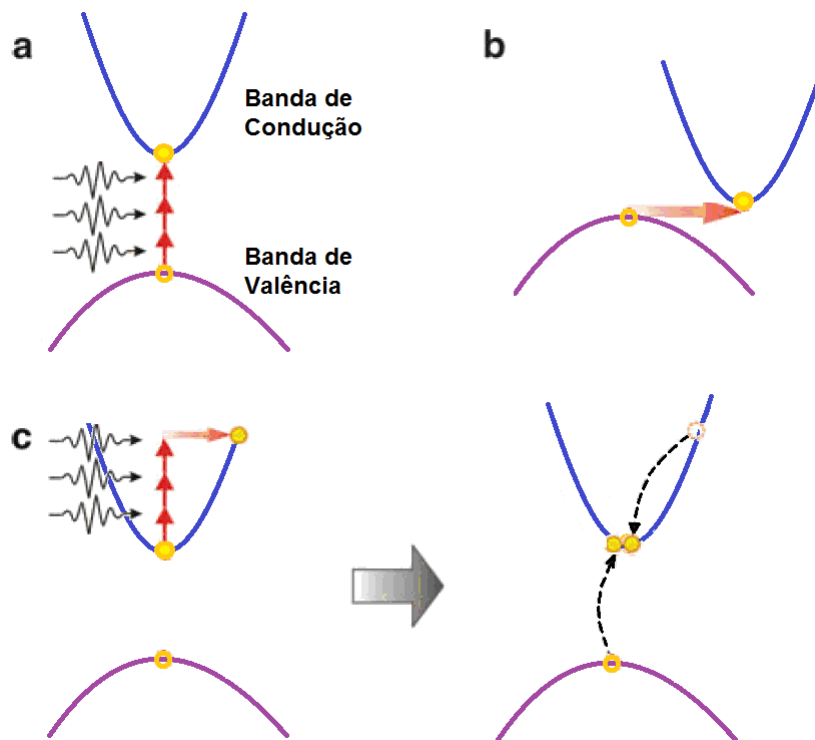


Figura 1: Processos de fotoionização não linear. (a) Ionização de multifótons, (b) ionização por tunelamento, (c) ionização por avalanche, absorção de portadores livres seguida por ionização de impacto

Absorção de múltiplos fótons simultaneamente por um elétron na camada de valência é chamada de absorção de multifótons, e está ilustrado na Figura 1a. A energia necessária para promover o elétron deve satisfazer $nhf > E_g$, onde E_g é a energia do banda proibida, f a

frequência da luz, m e h a constante de Plank.

Ionização de multi-fótons predomina em lasers de baixa intensidade e altas taxas de repetição. Em lasers de alta intensidade e baixas taxas de repetição a ionização de multi-fótons pode acontecer via tunelamento, conforme ilustrado na Figura 1b. O campo elétrico elevado distorce a estrutura de bandas e reduz a barreira de potencial entre as bandas de valência e condução. Transições diretas de uma banda a outra podem ocorrer por tunelamento quântico de um elétron da camada de valência para a camada de condução. O parâmetro de Keldysh descreve a transição entre multi-fótons e fotoionização

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \sqrt{\frac{m_e c n \epsilon_0 E_g}{I}} \quad (25)$$

onde ω é a frequência angular do laser, I é a intensidade do laser no ponto focal, m_e a massa efetiva do elétron, e a carga do elétron no estado fundamental, c a velocidade da luz, n o índice de refração e ϵ_0 a permissividade no espaço livre. Se γ é muito menor que 1,5 o efeito de tunelamento será dominante, para valores muito maiores de 1,5 o efeito de multi-fótons será o dominante. Para $\approx 1,5$ a fotoionização será uma combinação dos dois efeitos. Para um guia de onda em meio dielétrico, as propriedades do laser e do material resultam em $\gamma \approx 1$,

2.2.1.1 FOTOIONIZAÇÃO POR AVALANCHE

A Figura 1c representa a absorção de vários fótons por um elétron na banda de condução, que libera um elétron e, por ionização de impacto, gera elétrons livres, liberando outros elétrons e formando um efeito de avalanche. Esse efeito pode ser formado por multi-fótons, mas também por tunelamento de elétrons ou defeitos do material. Em lasers com pulsos entre nanosegundos e picosegundos, a energia é transferida dos elétrons para a rede de átomos durante o tempo de um pulso. A energia é transferida ao material por difusão térmica. A densidade de elétron cresce até uma densidade de plasma. a energia absorvida é transferida para a camada de latência depois do pulso do laser.

2.2.1.2 RELAXAÇÃO E MODIFICAÇÃO

A Figura 2 ilustra o processo de interação do laser de femtosegundos com amostras de sílica fundida. Tais amostras podem ser permanentemente alteradas, principalmente com a variação da energia incidente.

Para energias pouco acima do limite de modificação, em torno de 100nJ para abertura

numérica de 0,6, 800 nm e 100 fs, observa-se uma mudança do índice de refração uniforme, que é atribuído à densificação do material pela rápida têmpera do vidro que derrete na região do ponto focal.

Para taxas de repetição maiores que 100kHz o tempo entre os pulsos é menor que o tempo para a difusão do calor, resultando num acúmulo de energia no ponto focal. Para determinada energia, o vidro no ponto focal se funde, e enquanto houver incidência do laser, o volume de material derretido irá aumentar até a incidência do laser ser interrompida. Neste ponto, o vidro resfria rapidamente, formando uma estrutura com índice de refração alterado.

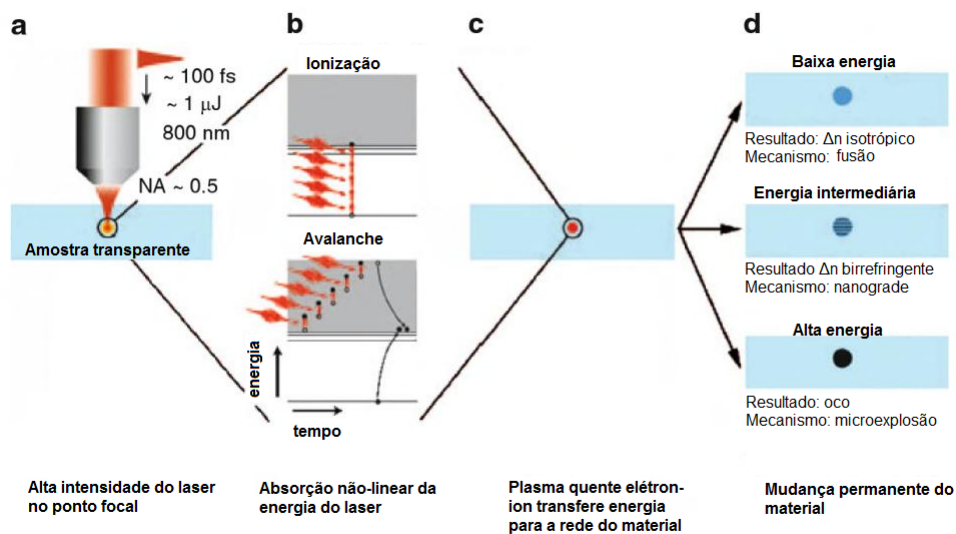


Figura 2: Ilustração da interação do laser de femtosegundos com sílica fundida. (a) Ponto focal do laser abaixo da superfície da amostra. (b) A energia é absorvida de maneira não-linear, criando plasma de elétrons livres. (c) O plasma transfere energia para a estrutura rapidamente. (d) Os três tipos de modificação permanentes: por baixa energia pulsada modificando o índice de refração de maneira uniforme, em energias intermediárias formando nanoestruturas birrefringentes, e espaços vazios em energias altas.

Para energias entre 150 e 500 nJ, abertura numérica de 0,6, 800 nm e 100 fs, mudanças do índice de refração birrefringentes são observadas em sílica fundida, devido às nanoestruturas periódicas causadas pela interferência do laser e o plasma de elétrons induzido. Nesse caso são observadas camadas periódicas que alternam o índice de refração, perpendiculares a polarização da escrita do laser.

Em energias maiores que 500 nJ para abertura numérica de 0,6, comprimento de onda de 800 nm com duração de 100 fs, deformações maiores que o módulo de Young são formadas no ponto focal, criando uma onda de choque depois dos elétrons terem transferido sua energia para os íons. Esse efeito forma um núcleo oco menos denso, dependendo das propriedades

do material e do laser. Existem aplicações para esse tipo de modificação estrutural, mas não é adequada para guias de onda fotônicas.

2.3 GRAVAÇÃO DE GUIAS DE ONDA EM MATERIAIS TRANSPARENTES

Guias de onda podem ser inscritos ponto-a-ponto utilizando laser pulsado, expondo o substrato ao feixe do laser focalizado, gerando uma região de pulsos recobertos durante um deslocamento contínuo da amostra, conforme ilustrado na Figura 3. É possível relacionar a velocidade do deslocamento da amostra com a taxa de repetição dos pulsos, segundo a relação:

$$v_{deslocamento} = \Lambda f_{rep} \quad (26)$$

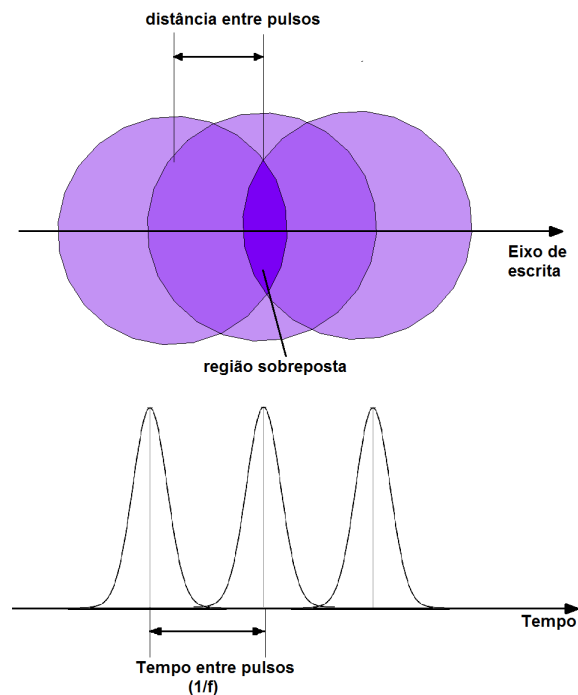


Figura 3: Diagrama da sobreposição de pulsos do laser de femtosegundos, enquanto o feixe (amostra) é deslocada com velocidade v .

onde f_{rep} é a taxa de repetição dos pulsos do laser e Λ a periodicidade espacial obtida na gravação.

Existem outras técnicas de gravação, como a que desloca a amostra com o laser bloqueado e então dispara uma sequência de pulsos, repetindo-se o processo sucessivamente ao longo do guia (ZHANG, H.; EATON, S. M.; HERMAN, 2007).

2.4 REDES DE BRAGG

As redes de Bragg consistem em uma modulação periódica do índice de refração ao longo do guia de onda, e podem ser produzidas nos núcleos de fibras e de guias de onda óticos. Guias de onda podem ser produzidos com estruturas de Bragg desde o início da estrutura de guiamento. Nesse caso são denominados guias de onda de Bragg (BWG).

Redes de Bragg permitem que fração de um espectro de banda larga incidente seja refletido para um modo contrapropagante, conforme ilustrado na Figura 4. Essa banda refletida possui um comprimento de onda central próximo ao comprimento de onda de Bragg (λ_B) coerente com a modulação do índice de refração. Essa modulação periódica Λ resulta em um comprimento de onda de Bragg (HILL; MELTZ, 1997) é definida por:

$$\lambda_B = \frac{2n_{eff}\Lambda}{N} \quad (27)$$

onde n_{eff} é o índice de refração efetivo do modo contrapropagante no guia de Bragg, Λ a periodicidade da modulação do índice de refração e N a ordem da rede.

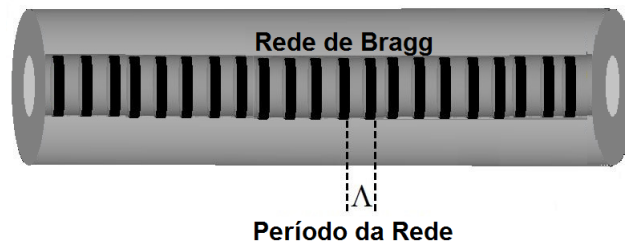


Figura 4: Esquema ilustrativo de um guia de onda de Bragg.

2.4.1 GRAVAÇÃO DIRETA DE REDE DE BRAGG USANDO MÁSCARA DE FASE

Redes de Bragg podem ser produzidas por interferometria, iluminação direta sob uma máscara de fase ou com técnica ponto-a-ponto. O método utilizado neste trabalho para produção de redes de Bragg foi a gravação por iluminação direta sob uma máscara de fase, no qual utiliza-se a máscara para criar um padrão de interferência quando iluminada por um feixe de laser, provocando a modulação do índice de refração nas regiões de interferência construtiva, conforme representado na Figura 5.

Máscaras de fase são tradicionalmente redes em sílica fundida com depressões periódicas na superfície com período Λ_{PM} e seu uso tradicionalmente ocorre na região do

ultravioleta (entre $\approx 180\text{nm}$ e 400nm). A escolha correta das depressões da rede e sua profundidade no material vai resultar no padrão de difração de forma a minimizar a ordem zero no comprimento de onda de iluminação. A ordem zero pode ser reduzida a 3% da potência transmitida. As ordens $+1$ e -1 concentram aproximadamente 35% da luz difratada.

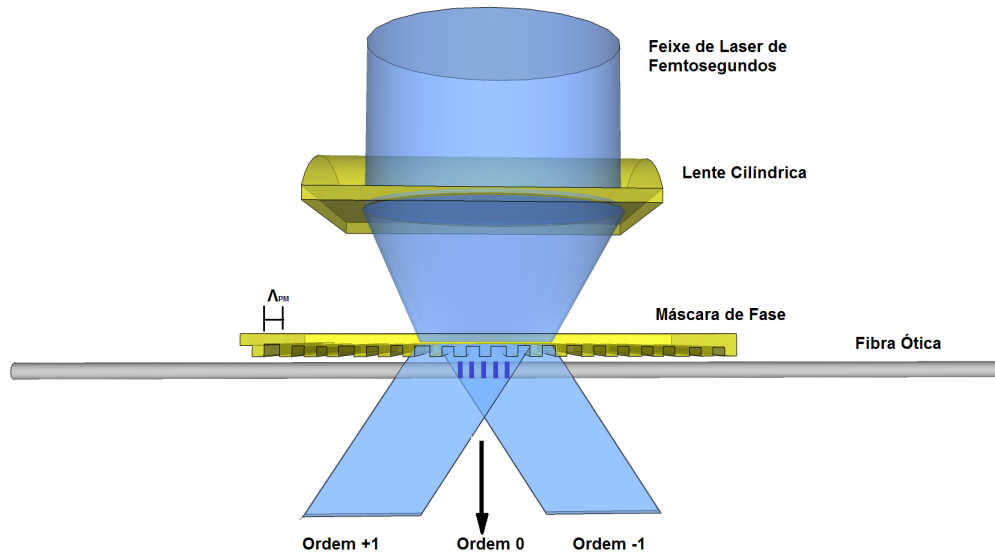


Figura 5: Ilustração da gravação de FBG utilizando máscara de fase.

O padrão de interferência com periodicidade das franjas definido por $\Lambda = \Lambda_{PM}/2$ é produzido na região próxima à máscara de fase, onde é posicionada a fibra óptica ou guia de onda.

A relação entre o comprimento de onda de Bragg λ_B e a periodicidade das franjas para incidência normal do feixe de laser sobre a máscara de fase são determinados de acordo com a Equação 27

2.4.2 DEPENDÊNCIA COM A TEMPERATURA

Alterações na temperatura afetam o índice de refração efetivo (n_{eff}) e o período Λ da FBG, relacionados ao efeito termo-ótico e à expansão térmica do material. Isso resulta em mudanças no comprimento de onda refletido. Tais mudanças podem ser estimadas utilizando a equação:

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = (\alpha + \xi)\Delta T \quad (28)$$

onde α é o coeficiente de expansão térmica da sílica e ξ é o coeficiente termo-ótico da sílica.

Devido ao efeito termo-ótico, λ_B cresce com a temperatura de maneira aproximadamente linear para variações entre a temperatura ambiente e $\approx 150\text{C}^\circ$ para guias de onda e fibras óticas fabricadas em sílica. É necessário um ajuste linear com polinômios de 2° ou 3° ordens para FBG em fibras óticas de sílica em temperaturas até $\approx 1000\text{C}^\circ$.

2.5 MICROUSINAGEM

Microusinagem é um processo de construção de estruturas em escala sub-micrométrica. Para sua construção, uma grande variedade de lasers podem ser utilizados para provocar alteração estrutural ou ablação ao material, como de lasers de nanosegundos e de femtosegundos, que são considerados ultrarrápidos; assim como lasers no UV e no IR. A escolha do laser utilizado depende do material e das aplicações desejadas. Lasers ultrarrápidos são preferidos devido ao dano térmico no material ser minimizado, pois a duração temporal do pulso é menor que o tempo característico de transmissão do calor.

A demanda por *biomicrochips* como dispositivos microfluídicos, microrreatores, *lab-on-a-chip*, sistemas de análise micrométricos (μ -TAS) e dispositivos optofluídicos em geral está crescendo e são amplamente utilizados para reduzir o volume de amostras e a quantidade de reagente utilizado em análises biológicas, médicas e reações químicas, permitindo reduzir custos. Esses dispositivos microfluídicos possuem alta sensibilidade, repetibilidade e eficiência (SUGIOKA; CHENG, 2012).

Técnicas de microfabricação em 2-D, como litografia e fotolitografia são as mais utilizadas em processos envolvendo semicondutores e também podem ser aplicadas na construção de estruturas microfluídicas em sílica e vidros. Substratos de silício permitem a integração com fotodetectores e microeletrodos, mas devido ao silício ser opaco nos comprimentos de onda no visível, não são adequados para algumas aplicações. O vidro de sílica porém possui transparência nos comprimentos de onda do infravermelho, visível e ultravioleta, e possui resistência química alta para muitas substâncias ácidas e alcalinas e resistência em temperaturas entre -100C° a 500C° (NEWPORT,), sendo estas de interesse para várias classes de dispositivos.

A aplicação de laser de femtosegundos seguida de corrosão (FLICE) para produzir estruturas micrométricas envolve dois passos. Primeiro o substrato é exposto ao laser de femtosegundos focalizado com uma objetiva. Os padrões são realizados movendo a amostra com um motor controlado por computador. A energia aplicada por área é calculada para que permita uma modificação da estrutura do substrato sem causar ablação. A modificação

estrutural ocorre quando a intensidade incidente não excede o valor crítico. A corrosão é realizada quimicamente, emergindo o substrato no agente corrosivo, em geral uma concentração baixa de ácido fluorídrico HF, em torno de 10%. a região modificada pelo laser é mais suscetível ao ataque químico. Esta técnica permite construir estruturas 3-D no interior do substrato.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão expostos os materiais, equipamentos, disposições experimentais e procedimentos utilizados durante este trabalho. Primeiramente sobre os guias de onda, seguido por trabalhos com redes de Bragg e por fim microusinagem.

Inicialmente é descrito o processo de preparo das amostras para fabricação de guias de onda. Em seguida é descrito o arranjo experimental utilizado para caracterização das estruturas criadas, verificando o confinamento da luz.

Sobre os trabalhos realizados com redes de Bragg em fibras, é discutido o processo de gravação usando o laser Ti:Safira juntamente com o amplificador OPERA. É discutido o processo de hidrogenação de fibras, assim como a monitoração em altas e baixas temperaturas e o método de análise da sensibilidade térmica.

Por fim é explanado a fabricação de microcanais para aplicação na biologia, construídos utilizando o laser de femtosegundos, seguido de corrosão química.

3.1 GUIAS DE ONDA EM SUBSTRATO DE SÍLICA

Nesta seção são descritos os métodos utilizados para a preparação das amostras utilizadas, a inscrição dos guias de onda, sua caracterização de perfil de campo próximo e por microscopia confocal.

3.1.1 PREPARO DE AMOSTRAS

As amostras foram produzidas a partir de lâminas de microscópio comerciais (Corning 4798 e Vision Glass). O primeiro passo na preparação das amostras é cortá-las com um cortador de vidro com ponta de diamante sem lubrificação, em 5 partes com comprimento de aproximadamente 1,5 cm. Entre 10 e 15 dessas partes são agrupados, conforme ilustrada em 6.

Cada grupo de amostras é trabalhado primeiramente em uma politriz lubrificada com

água no Laboratório de Materiais da UTFPR com lixas de granulação em ordem crescente: no início é usada a de número 80 até obter uma superfície uniforme, pois o vidro é duro e o uso de uma lixa de granulação maior iria requerer um tempo maior e mais pressão para obter o mesmo resultado. Essa lixa deixa a superfície bastante arranhada devido ao movimento circular da politriz, portanto são utilizadas outras lixas para suavizar as marcas. As lixas utilizadas são de graduação 320, 400 e 600 e utilizadas nessa ordem, pelo tempo necessário até obter uma superfície uniforme.

O bloco de amostras segue então para um processo de polimento, feito com tecidos de polimento de fibra Thorlabs na ordem: 5M, 3M, 1M e 0,3M, em que o código indica a granulação respectiva ($1M \cong 1\mu m$) até obter uma superfície completamente uniforme. Depois dessa etapa as amostras são soltas do bloco e verificadas em um microscópio óptico convencional.

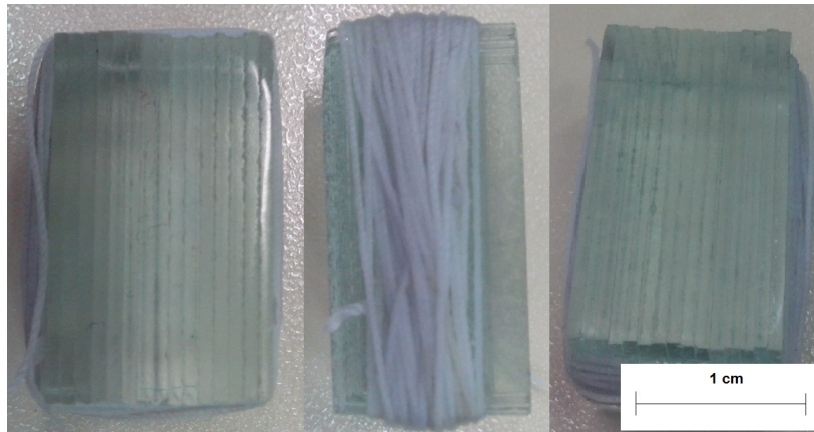


Figura 6: Agrupamento de amostras para polimento das laterais

3.1.2 INSCRIÇÃO DOS GUIAS DE ONDA

As amostras foram construídas no Laboratório de Fotônica situado na UTFPR.

Foi utilizado um laser Ti:Safira com amplificação regenerativa da marca Coherent, modelo Libra-F, com banda de emissão em 800nm, duração de pulsos de 100fs, taxa de repetição de 1kHz e potência na saída 3,24W. A energia foi ajustada usando um disco atenuador linear, com medição por um medidor de potência marca Coherent modelo Field Max II posicionado após o atenuador. Foram usadas duas objetivas diferentes para acoplamento de uma fonte de luz laser nos guias de onda, $10\times$, da marca Linos, distância focal de 15mm, diâmetro focal de aproximadamente 1,7mm abertura numérica de 0,25 e $20\times$ da marca Thorlabs, distância focal de 10mm, diâmetro focal de 10,6mm e abertura numérica de 0,40. A Figura 7 ilustra o arranjo experimental. Nesta configuração a face por onde o feixe do laser

entra primeiro na amostra é denominada face de entrada, conseqüentemente a face por onde o feixe sai da amostra é denominada face de saída.

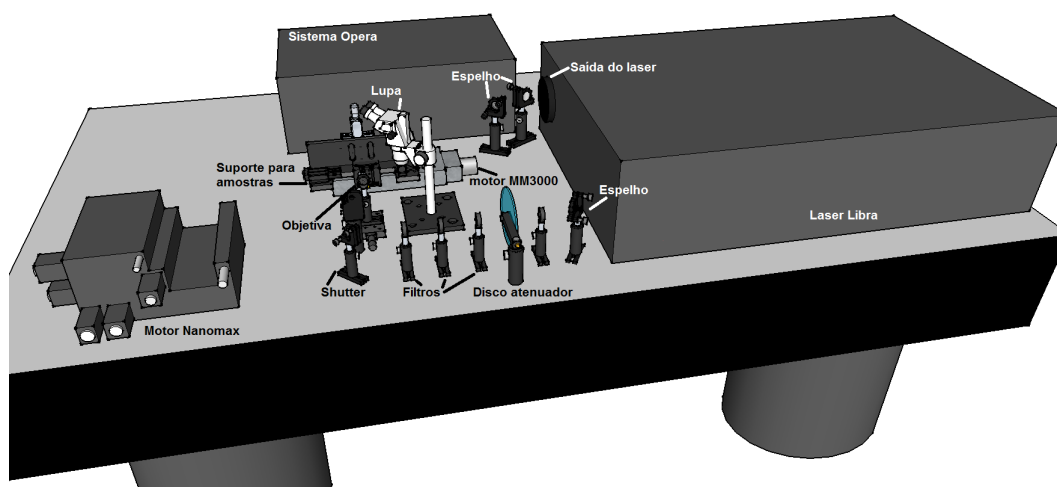


Figura 7: Ilustração da montagem para gravação à laser de femtosegundos.

Foi utilizado um motor de deslocamento de passo MM3000, e sobre ele um deslocador manual de dois eixos com micrômetros, onde fica posicionado um suporte que prende as amostras por vácuo formado por um aspirador cirúrgico marca Aspiramax modelo MA520, para deslocar a amostra perpendicularmente ao feixe do laser. Essa montagem permite registrar guias de onda longos até $\cong 5$ cm de extensão.

3.1.3 GUIAMENTO DE LUZ

As amostras foram analisadas no Laboratório de Fotônica situado na UTFPR.

O arranjo experimental utilizado para verificar o guiamento de luz nas estruturas produzidas consistiu em focalizar o feixe na face de entrada do guia utilizando uma objetiva de microscópio. Na face de saída é posicionado o foco de uma segunda objetiva de microscópio, colimando o feixe e direcionando-o para um medidor de perfil de intensidade do feixe para registro do perfil de campo próximo.

A confirmação da colimação do feixe na saída do guia é verificada deslocando o medidor de perfil ao longo da iluminação longitudinal em dezenas de centímetros no sentido do feixe e verificando se a largura a meia altura do perfil permanece constante, até obter a focalização correta. A Figura 8 ilustra o arranjo experimental utilizado.

Bases de translação XYZ Newport modelo ULTRAlign 561-D-M foram utilizadas para posicionar as objetivas de entrada e saída da estrutura. A amostra foi posicionada sobre uma

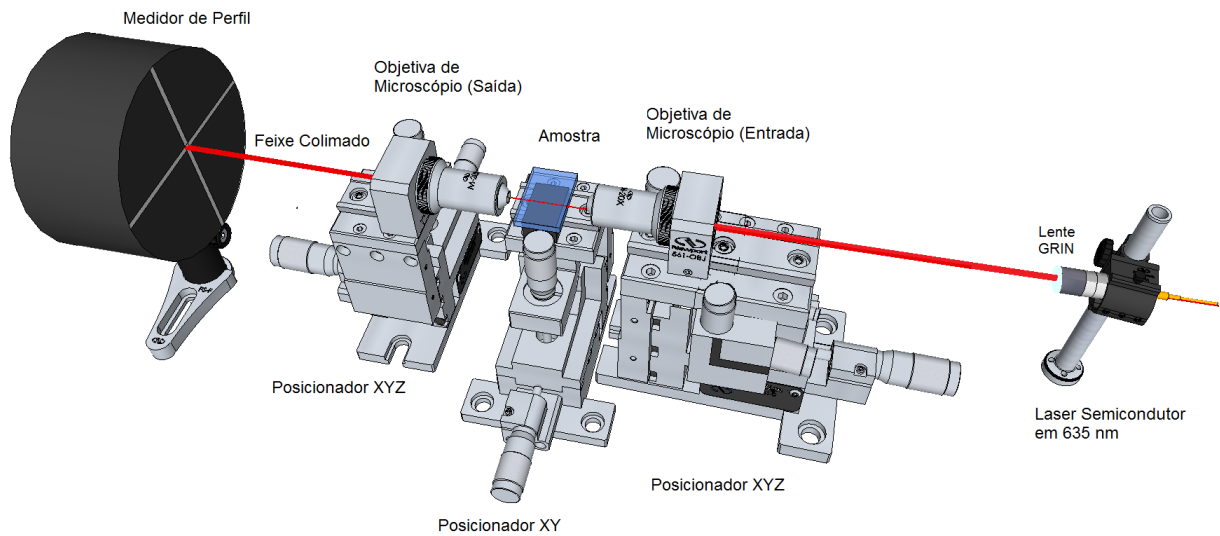


Figura 8: Esquema do arranjo experimental para acoplamento de luz e obtenção do perfil de campo próximo.

outra base de translação XY Newport modelo ULTRAlign 561-D-M.

3.1.4 INSPEÇÃO VISUAL DOS GUIAS DE ONDA

A inspeção visual das alterações estruturais produzidas na amostra de sílica foi realizada a partir de imagens obtidas usando microscópio com câmera digital acoplada que se encontra no Laboratório de Materiais da UTFPR, marca Olympus modelo BX51M-BX51RF acoplado com uma câmera CoolSNAP-Pro CF COLOR para obtenção de imagens. A determinação das dimensões visualizadas na amostra foi realizada por meio de calibração prévia com alvo padrão, para cada objetiva do microscópio. As imagens foram salvas e analisadas utilizando o programa Image-Pro Plus versão 4.0.

Foram obtidas imagens das faces laterais e superiores da amostra, nas regiões onde houve alteração devida ao laser de gravação.

3.1.5 INSPEÇÃO POR MICROSCOPIA CONFOCAL

Algumas amostras foram examinadas em um microscópio confocal localizado no Laboratório de Imagem na UTFPR, utilizando um microscópio Olympus FV1000, equipado com um laser He-Ne e vários lasers semicondutores. Foram obtidas imagens com filtros óticos utilizando a banda do verde em 563nm e na banda do vermelho em 700nm. Tais bandas permitem visualizar fluorescência induzida durante a gravação dos guias, ou o espalhamento de luz na estrutura de guia devido à iluminação com os pulsos do laser de femtosegundos,

selecionando o comprimento de onda do laser no microscópio. As imagens foram obtidas com o programa FV10-ASW 4.0, e analisadas com o programa ImageJ para determinar as dimensões das estruturas.

3.2 REDES DE BRAGG EM FIBRAS

Nesta seção serão apresentados os materiais e métodos relevantes aos trabalhos com FBG, o processo de sua gravação e o equipamento utilizado. Também é apresentado o método de hidrogenação de fibras para algumas gravações, e a monitoração das FBGs durante a gravação e nos tratamentos térmicos efetuados.

3.2.1 HIDROGENAÇÃO DE FIBRAS ÓTICAS

O sistema de hidrogenação na UTFPR é formado em por uma câmara composta por um tubo de aço inox de 6mm de diâmetro interno e 1 m de comprimento pressurizada por um cilindro de hidrogênio acoplado, onde podem ser acomodadas fibras para hidrogenação em temperatura ambiente.

A hidrogenação das fibras é realizado em um intervalo de tempo mínimo de 72h, sem limite de tempo máximo, com a câmara sob pressão de 110kgf/cm². As fibras podem ser armazenadas em congelador, caso não sejam prontamente utilizadas após sua retirada da câmara, para reduzir a difusão do hidrogênio da fibra para o meio exterior, que em temperatura ambiente ocorre em algumas horas.

3.2.2 PROCESSO DE GRAVAÇÃO DE REDE DE BRAGG EM FIBRAS

As FBG foram obtidas no Laboratório de Fotônica situado na UTFPR.

A gravação de redes de Bragg em fibras óticas foi realizada com luz vinda de um amplificador paramétrico OPERA bombeado pelo laser de femtosegundos da empresa Coherent; um computador para controlar o laser; interrogador de FBG modelo SM125 da empresa Micro-Optics com 1 canal e faixa de operação entre 1520 e 1570nm e resolução de 5 pm, com seu respectivo computador; estágios de translação manuais de precisão micrométrica Thorlabs; íris; suporte para máscara de fase e para fibra ótica.

O sistema OPERA consiste em um amplificador paramétrico ótico ultrarrápido com dois estágios de mistura de ondas, controlado por computador, para selecionar o comprimento de onda desejado na saída em uma faixa ampla (240 nm-2400 nm).

A montagem para iluminação direta na amostra sob a máscara de fase, simultaneamente à esquematizada na Figura 9. No caso do uso com pulsos de femtosegundos é necessário alinhar cuidadosamente a máscara de fase e a amostra perpendicularmente ao feixe incidente para garantir a interferência entre os feixes difratados dentro da duração temporal do pulso.

Na gravação das FBG deste trabalho foi selecionado o comprimento de onda de 250nm, na região do UV. A energia por pulso foi $45\mu\text{J}$. A lente cilíndrica utilizada possui foco de 16mm, e a máscara de fase com período de 1064nm otimizada para o comprimento de onda de 248nm.

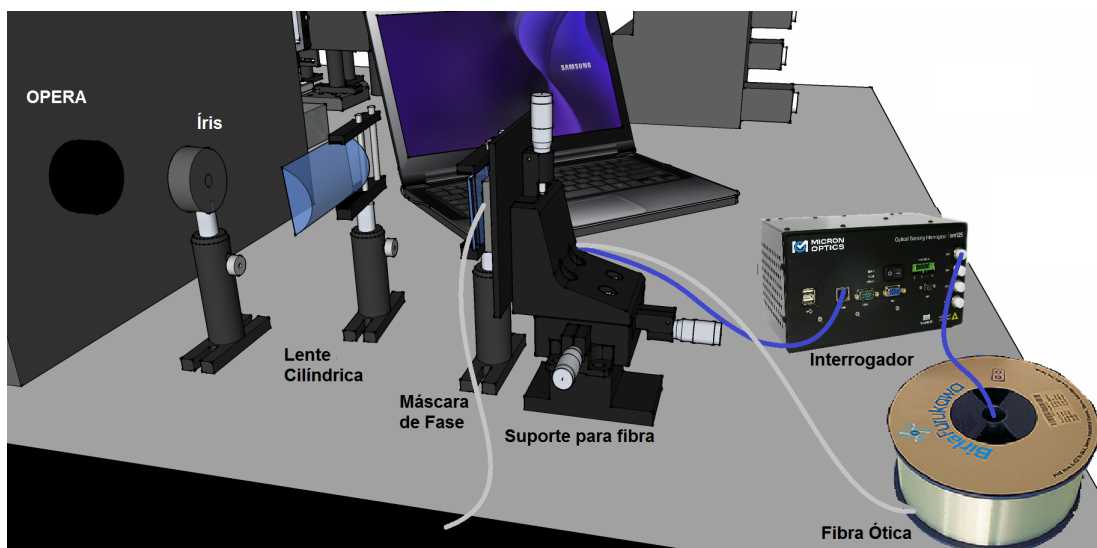


Figura 9: Esquema do sistema de gravação de FBG no Laboratório de Fotônica.

3.2.3 MONITORAÇÃO ESPECTRAL DURANTE A GRAVAÇÃO

Para a monitoração do espectro das redes foi utilizado um interrogador de sinal marca Micron Optics modelo SM125 para medir o espectro da FBG.

Para processamento dos dados obtidos foi utilizado o *software* Origin versão 8.0, para construir os gráficos necessários a este trabalho.

3.2.4 TRATAMENTO TÉRMICO EM REDES DE BRAGG EM FIBRAS

O processo de tratamento térmico foi realizado no Laboratório de Fotônica situado na UTFPR. São analisadas a durabilidade das redes de Bragg e sua sensibilidade térmica quando sujeitas à temperaturas superiores à ambiente. Os testes foram realizados em altas temperaturas.

3.2.4.1 ALTAS TEMPERATURAS

O tratamento em altas temperaturas até 800°C foi realizado utilizando um forno cilíndrico da marca Jung, modelo 0112 que atinge temperatura máxima de 1200°C. Um controlador marca Nuvus modelo N1100 permite programação de rampas e patamares de temperatura. O controlador permite estabelecer 4 programas intercalando partes de temperaturas variando - rampas - e regiões de temperaturas constantes - patamares, somando um total de até 20 segmentos.

No centro do forno fica posicionado um cilindro de aço inox com espessura das paredes de 1,3 mm e de 12 mm de diâmetro. Neste cilindro são posicionadas as fibras encapsuladas em um tubo capilar de aço inox que serão utilizadas para o tratamento térmico, juntamente com um termopar, que monitora a temperatura através do termômetro Minipa modelo ET-2040. Um esquema ilustra a montagem na Figura 10.

O encapsulamento da fibra em tubo capilar é necessário para evitar que a fibra se rompa durante o experimento, devido à fragilidade resultante do aquecimento em altas temperaturas. Esse processo é executado retirando todo acrilato da porção de fibra que estiver em contato com o aço inox, pois o acrilato não suporta altas temperaturas e funde prejudicando a integridade da fibra ótica. A rede de Bragg é posicionada no meio do forno, na mesma posição do termopar, para ter fidelidade nas medidas.

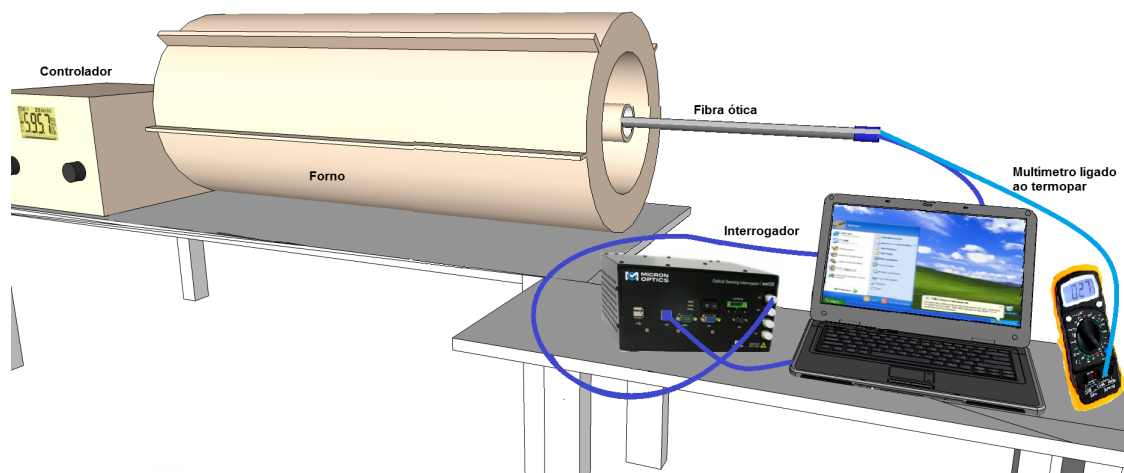


Figura 10: Esquema da montagem experimental para redes de altas temperaturas.

Os espectros da rede no interior do forno são monitorados com um interrogador Micron Optics SM125, juntamente com um computador portátil. As medidas são realizadas a partir da temperatura ambiente, seguindo por todos os patamares de temperatura, os quais posteriormente

serão usados para o tratamento de dados.

3.2.5 PRODUÇÃO DE REDES REGENERADAS

As redes regeneradas foram produzidas no Laboratório de Fotônica, na UTFPR. Foi usado o forno e a temperatura controlada com a ajuda do controlador anteriormente descrito. Uma rampa foi aplicada para modificar a temperatura de 20°C até cerca de 800°C, na qual a rede é mantida por um período longo, entre 2 e 8 horas. Esse tempo é necessário para realizar a regeneração e avaliar a durabilidade da rede na temperatura selecionada. O resfriamento foi realizado lentamente, desligando-se o forno e mantendo a rede em seu interior por aproximadamente 8 horas, até retornar a temperatura ambiente, processo conhecido como *annealing*.

3.2.6 SENSIBILIDADE TÉRMICA

A sensibilidade térmica geralmente é indicada em pm/°C, de uma FBG mede a razão entre as variações do comprimento de onda de Bragg $\Delta\lambda_B$ e da temperatura ΔT proporcional. Foi realizada uma aproximação linear na região até 200°C e entre 200°C e 880°C uma aproximação de segunda ordem.

O experimento compreende em aplicar uma mudança na temperatura na FBG a ser estudada, colocada no interior do forno. Um termômetro com termopar servem para medir a temperatura e o interrogador ótico os sinais de reflexão e variação espectral.

3.3 MICROUSINAGEM

As amostras foram produzidas em lâminas de vidro do tipo sodo-cálcico, Corning modelo 2947. As amostras foram cortadas e expostas ao laser de femtosegundos. A técnica de fabricação é baseada na produção de guias dispostas em matrizes escritas sem descontinuidade do feixe do laser, conforme indicado na Figura 11. Esta matriz tem separação entre linhas de 10 μm e, entre 0 e 10 μm a separação entre colunas. As medidas dimensionais foram realizadas usando um microscópio refrator em todas as etapas do processo.

A montagem experimental para gravação utiliza um posicionador marca Thorlabs modelo Nanomax, que possui 6 motores (x, y e z e seus respectivos ângulos de rotação), com deslocamento máximo de 4 mm, controlado remotamente por computador usando programação em C ++. Os motores de passo são modelos DVR001, os quais tem velocidade máxima de

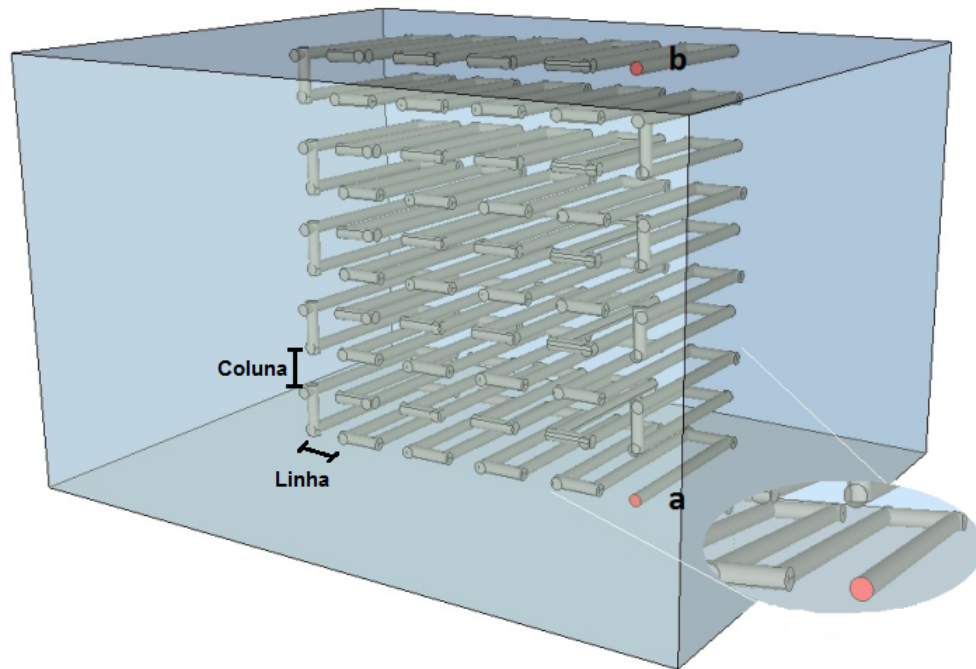


Figura 11: Esquema de produção de valetas. Em (a) se inicia o deslocamento da amostra e em (b) termina.

2,5 mm/s e velocidade mínima de 1,0 mm/s. Possui capacidade máxima de carga de 1 kg, resolução máxima de 1,25 nm ou 0,06 arcseg. Sua estabilidade bidirecional é $0,5 \mu\text{m}$ quando é controlado pela unidade de comando BSC103.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados e discussões relevantes no trabalho desenvolvido. Na primeira seção os resultados referentes aos guias de onda construídos em vidro, respectivas imagens de microscópio refrator, de microscopia confocal e medição do perfil de campo próximo. Na segunda seção estão dispostos os resultados das gravações de FBG utilizando o laser de femtosegundos, e resultados em alta temperatura e sensibilidade térmica. Na terceira seção, resultados de microusinagem com laser de femtosegundos seguida por corrosão de amostras de vidro.

4.1 GUIAS DE ONDA

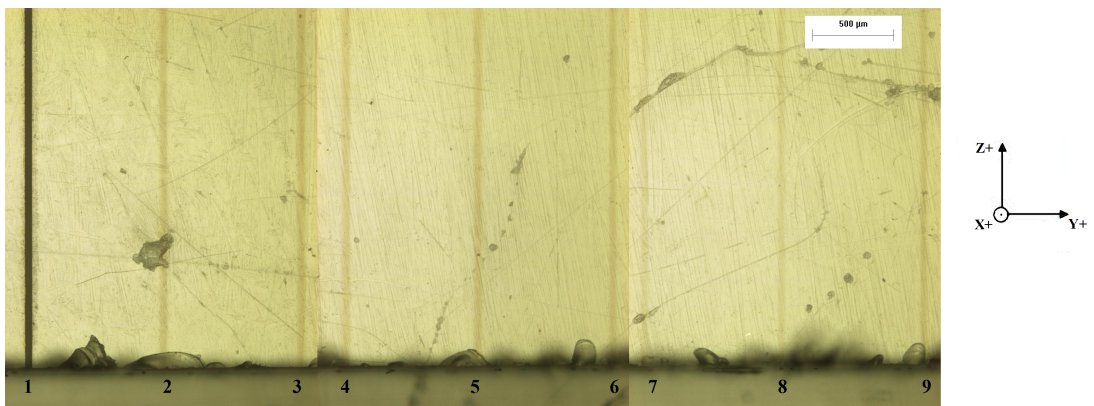
As amostras de vidro sodo-cálcico foram utilizadas na gravação de guias de onda conforme o esquema descrito na seção 3.1.2. As estruturas foram gravadas com velocidade de $25\ \mu\text{m/s}$ e objetiva de $10\times$. Demais parâmetros listados na Tabela 4. Na Figura 12 (c) percebe-se uma regularidade no padrão transversal em função das estruturas da energia utilizada, mostrando que é possível controlar a dimensão delas coma energia dos pulsos usados.

Tabela 4: Energias e profundidades das estruturas gravadas.

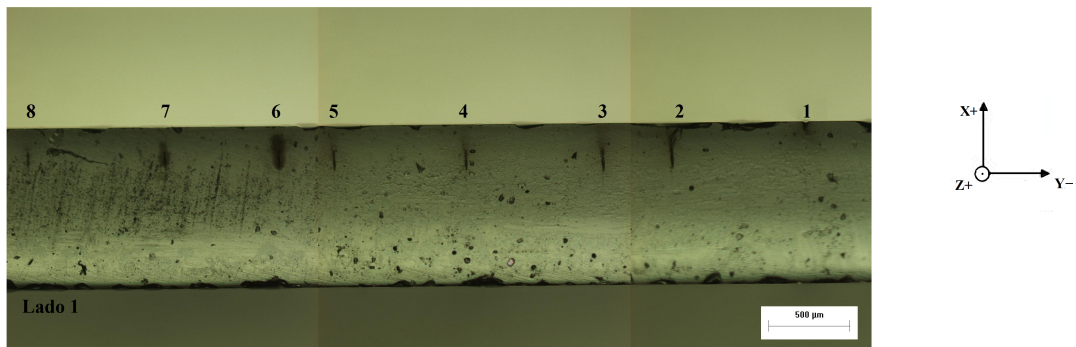
Estrutura	Profundidade [μm]	Energia [μJ]
1	0	80
2	150	40
3	150	40
4	150	30
5	150	30
6	150	20
7	150	13
8	150	13
9	150	20

4.1.1 INSPEÇÃO VISUAL DAS ALTERAÇÕES ESTRUTURAIS

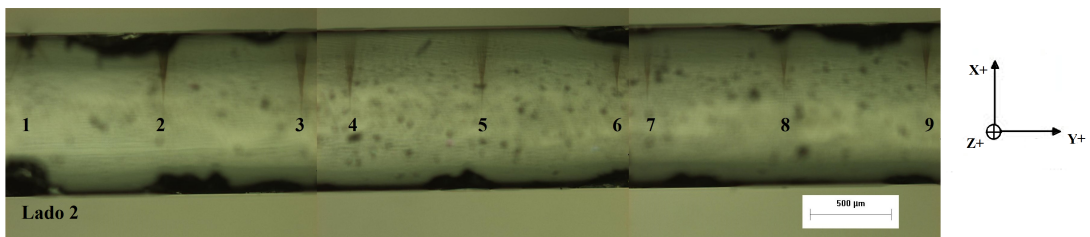
As Figuras 12 (a), (b) e (c) mostram fotos das faces superior e laterais de uma amostra de vidro borosilicato Corning, obtidas com objetiva de $5\times$ no microscópio de reflexão. A numeração é colocada para facilitar a identificação dos guias. A disposição nas fotos entre as alterações 3 e 4, 5 e 6 não corresponde ao real espaçamento entre as mesmas, já que a imagem foi disposta com partes combinadas, pois o conjunto completo não era possível de ser visualizado totalmente pelo microscópio. Entretanto, a aparência da seção transversal modificada é semelhante ao perfil transversal de focalização do feixe do laser.



(a)



(b)



(c)

Figura 12: Imagens a partir da face (a) superior, e das faces laterais (b) 1 e (c) 2, dos guias de onda produzidos.

A alteração estrutural marcada pelo número 1, foi realizada para fins de alinhamento do foco do laser com a amostra, e não é analisada. Devido ao foco do microscópio estar na superfície, a linha 1 se encontra mais nítida na Figura 12 (a) que aquelas de 2 à 9 localizadas no interior da amostra e abaixo do foco do microscópio. As linhas numeradas de 2 à 9 foram inscritos todas na mesma profundidade como pode ser observado nas Figuras 12 (b) e (c), que mostram as faces transversais da amostra. nestas fotos as faces de entrada e saída (Lados 1 e 2 respectivamente) foram polidas antes e depois da exposição ao laser. Na Figura é possível perceber que as alterações estruturais produzidas nas faces de entrada e saída, porém não há como ter certeza que este padrão se mantém por toda a estrutura, no eixo z, pois o laser causa uma ablação na entrada e saída do material durante a gravação, assim a interface ar-amostra causa irregularidades.

4.1.2 ESTIMATIVAS DIMENSIONAIS

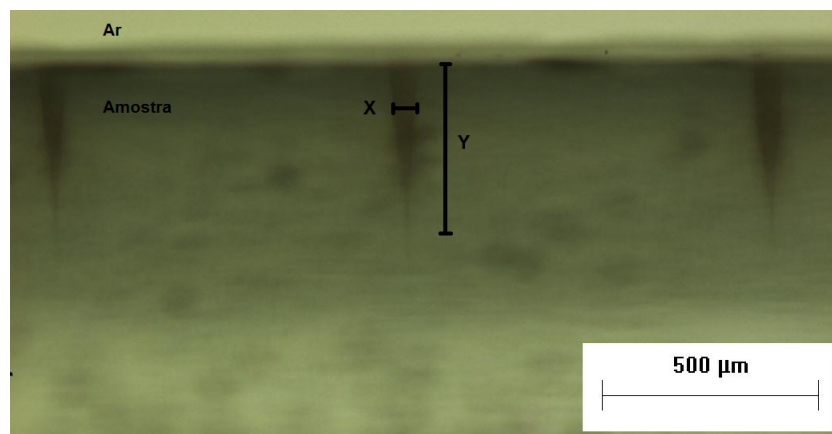


Figura 13: Orientação espacial da gravação das alterações estruturais, com indicação de profundidade (Y) e largura média (X) da perturbação induzida.

As dimensões das modificações estruturais induzidas foram medidas utilizando o programa ImageJ a partir de calibração obtida com o microscópio. Os resultados obtidos estão dispostos na Tabela 5 segundo a ordem indicada na Figura 12. Na Tabela é possível perceber um padrão entre as dimensões em X e Y, e as energias empregadas durante a gravação.

As dimensões das alterações estruturais ao longo dos eixos x e y foram mensuradas a partir da região mais próxima da face superior da amostra, por onde incidiu a luz do laser, conforme indicado na Figura 13. A Tabela 5 apresenta as dimensões verticais de Y e X e energias correspondentes para cada uma das faces de entrada e saída de cada estrutura.

Da tabela é possível perceber que os guias obtidos tem dimensões maiores no eixo y que em x . Este fato indica que a intensidade do laser na região de focalização da objetiva se

Tabela 5: Dimensões mensuradas das estruturas. Profundidade e largura a meia altura indicados nas colunas Distância Y e X, para cada face da amostra.

Estrutura	Energia [μJ]	Face	Y [μm]	X [μm]
2	40	1	347,5	62,8
		2	314,2	44,4
3	40	1	326,3	59
		2	295,7	44,4
4	30	1	229,4	55,5
		2	358,6	48
5	30	1	321,6	51,7
		2	402,9	48
6	20	1	332,7	55,5
		2	266,2	37
7	13	1	251,3	33
		2	303,1	40,6
8	13	1	251,3	37
		2	281	37
9	20	1	251,3	37
		2	299,4	37

estende na direção da propagação do feixe por centenas de micrômetros, embora na direção transversal a dimensão seja 10 vezes acima diâmetro focal da objetiva. As regiões mais escuras observadas na Figura 12(b) na face de entrada das linhas gravadas são decorrentes de ablação material, remoção do material superficial quando o ponto focal da luz encontra a amostra, vindo do ar, ocorrendo da mesma maneira na face de saída. Devido à dispersão e espalhamento que tais regiões provocam na luz ali propagada, aquelas faces foram polidas após a gravação para nivelá-las e melhorar a qualidade ótica, como observado na Figura 12(c).

4.2 ANÁLISE POR MICROSCOPIA CONFOCAL

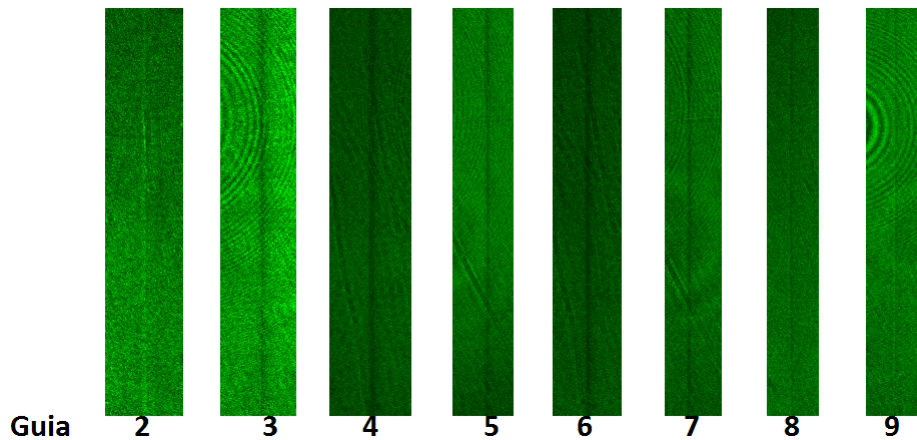


Figura 14: Imagem obtida por microscopia confocal das estruturas com filtro seletor na banda do verde.

Na Figura 14 são apresentadas imagens longitudinais vistas a partir da face superior das estruturas listadas na Tabela 4 utilizando luz com comprimento de onda de 514 nm e filtro na banda do verde. As imagens mostram o espalhamento da luz verde na região exposta ao laser de gravação, confirmando a existência de modificações no índice de refração e/ou densidade local. Essas imagens foram todas obtidas na mesma profundidade em relação à superfície superior.

Na Figura 15 estão dispostas imagens em vista superior e lateral tiradas em diversos planos do guia 2, varrendo a profundidade da amostra desde a superfície. A linha verde na vista lateral indica a profundidade. As fotos foram modificadas utilizando *software* Gimp versão 2.8 para melhor visualização das estruturas, saturando as cores para ficarem mais vivas. O laser utilizado foi He-Ne 632,8 nm, espalhando a luz vermelha nas regiões onde houve alteração devida ao laser. Em z_0 e z_1 é possível ver que as bordas sofreram maior alteração que o interior do guia e a partir de z_2 a variação estrutural começa a estreitar. As regiões z_3 e z_5 estão na região que sofreu maior variação do índice de refração. Nas regiões entre z_7 e z_9 as variações causadas pelo laser são muito sutis e pouco perceptíveis devido a estarem distantes do plano focal da objetiva de gravação e sofrerem alteração mínima em suas características materiais.

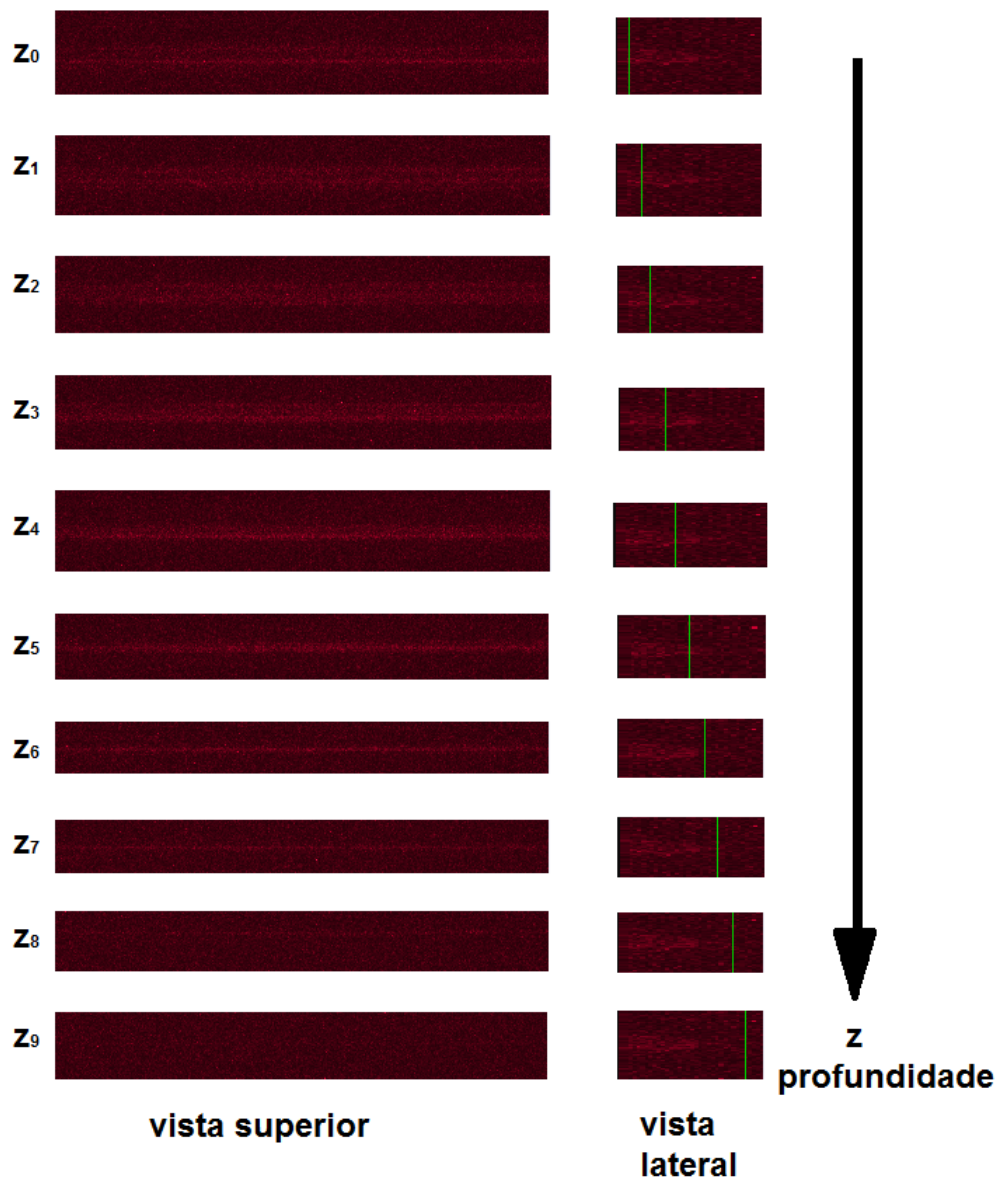


Figura 15: Planos a partir da superfície do guia 2 obtidos por microscopia confocal.

4.3 GUIAMENTO DA LUZ E PERFIL DE CAMPO PRÓXIMO

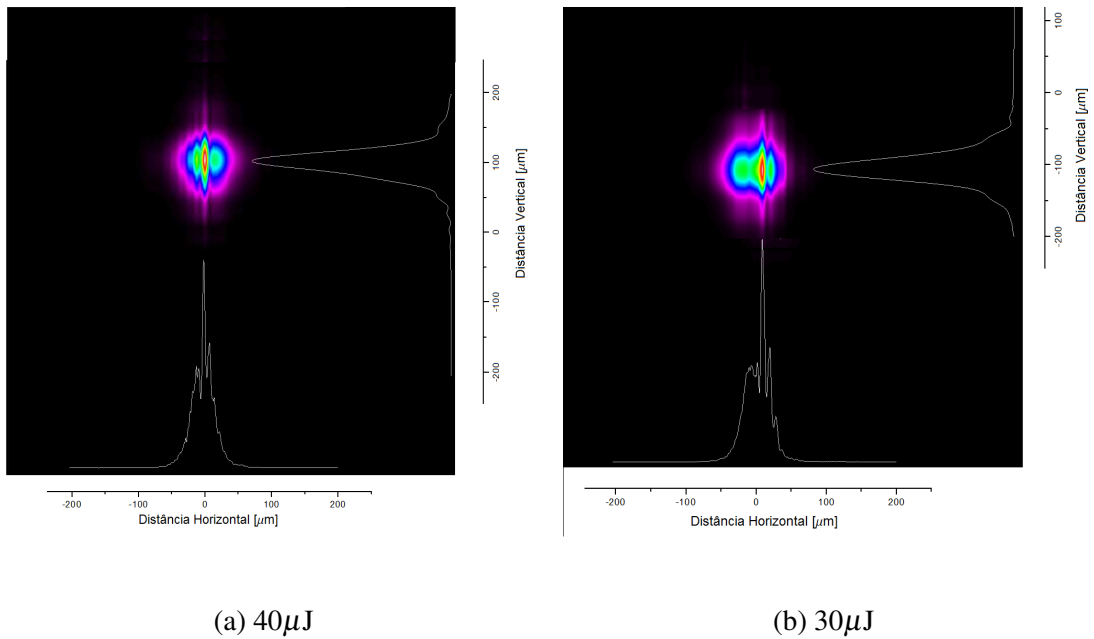


Figura 16: Perfis de campo próximo dos guias 2 e 3

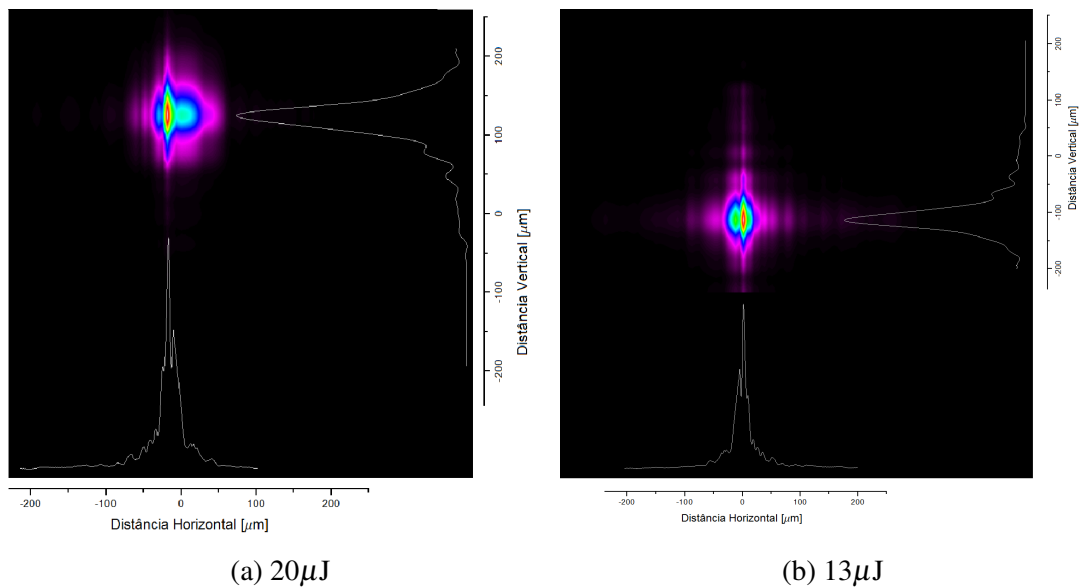


Figura 17: Perfis de campo próximo dos guias 6 e 7.

A caracterização das estruturas produzidas no interior da amostra foi realizada via análise do perfil de intensidade do campo próximo, para classificá-las como guias de onda óticos. Foi observado guiamento em todas as estruturas porém as Figuras 16 e 17 mostram os mapas bidimensionais e os cortes ao longo dos planos horizontal e vertical dos perfis de campo próximo medidos para o guia de onda 2, 3, 6 e 7. Para obter estes perfis foi acoplado uma fonte

de luz semicondutora com banda de emissão centrada em 635 nm (no vermelho). Os perfis dos demais guias se encontram no apêndice, no final deste trabalho.

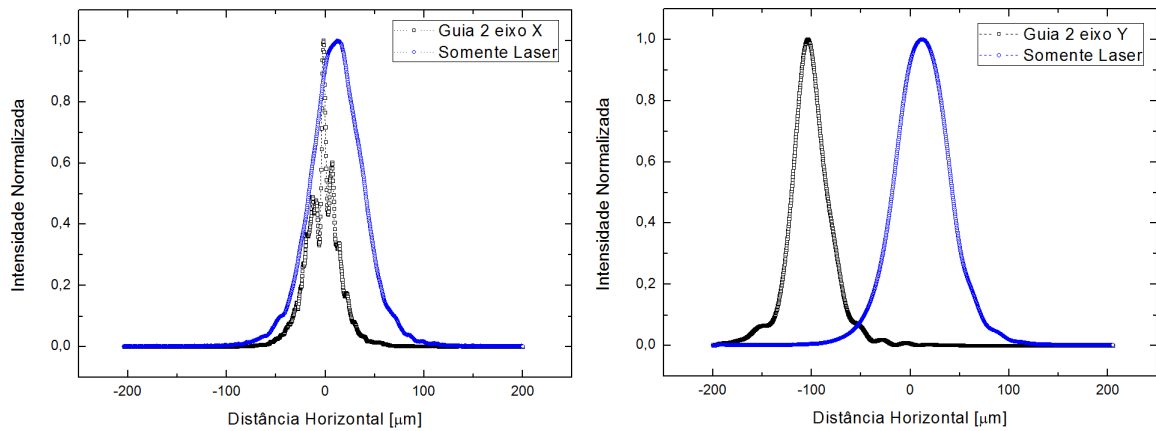


Figura 18: Perfil do feixe do laser de 635 nm passando pela amostra.

Figura 18 apresenta um gráfico do perfil do feixe do laser em 635 nm lançado e coletado pelas objetivas de microscópio em uma região da amostra sem nenhuma estrutura ótica. Observa-se que o perfil de comparação apresenta uma largura a meia altura de $57 \mu\text{m}$

4.4 REDES DE BRAGG EM FIBRAS

A seguir serão apresentados os trabalhos realizados que envolveram fibras FBG obtidas com laser de pulsos em femtosegundos, regeneração e sua sensibilidade térmica. As redes foram gravadas como descrito na seção 3.2.2 usando iluminação no comprimento de onda de 250 nm. O tempo de gravação foi na ordem de 5 minutos para fazer um estudo do comportamento das redes. A Figura 19 mostra a evolução do sinal refletido pela rede gravada na fibra padrão hidrogenada. O sinal subiu de intensidade de maneira uniforme durante a gravação.

Para a fibra padrão sem hidrogênio o processo de gravação foi prolongado por 16 minutos para observar o comportamento da fibra. A partir dos 13 minutos não se observa mudança significativa na intensidade do sinal refletido, conforme é possível observar na Figura 20.

Para a fibra fotossensível não-hidrogenada o tempo de gravação foi de 1 hora e a evolução do sinal durante a gravação está na Figura 21. Foi observada uma variação de aproximadamente 10 dB durante toda a gravação.

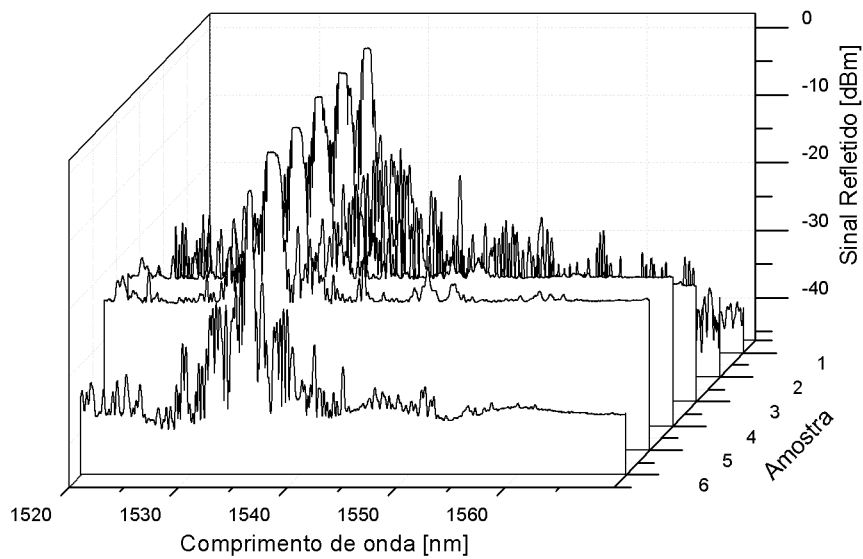


Figura 19: Perfil da rede de Bragg em fibra padrão durante a gravação.

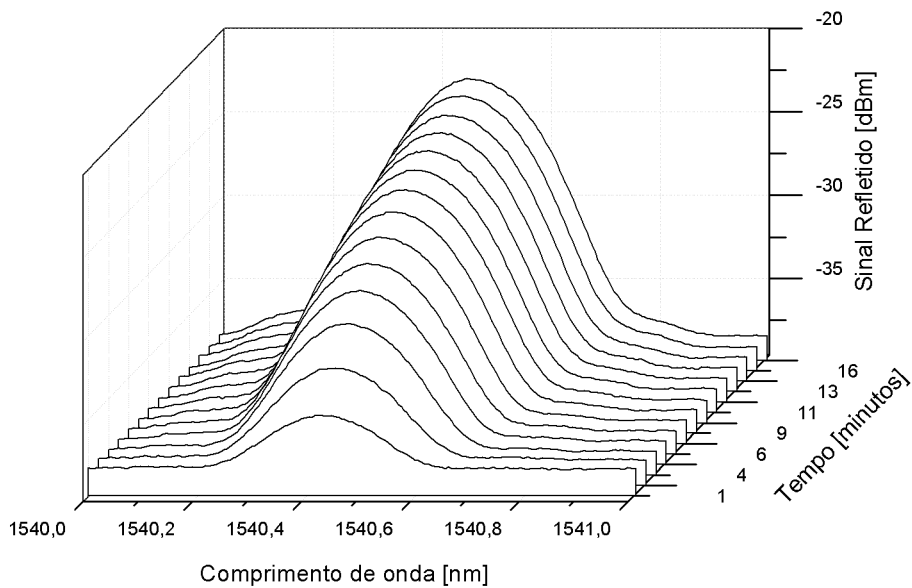


Figura 20: Perfil da rede de Bragg em fibra padrão sem hidrogênio durante a gravação.

4.4.1 REDES REGENERADAS

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos durante o processo de regeneração de uma rede gravada em fibra padrão previamente hidrogenada. A energia por pulso foi $45 \mu\text{J}$, comprimento de onda de 250 nm, taxa de repetição de 1 kHz e máscara de fase

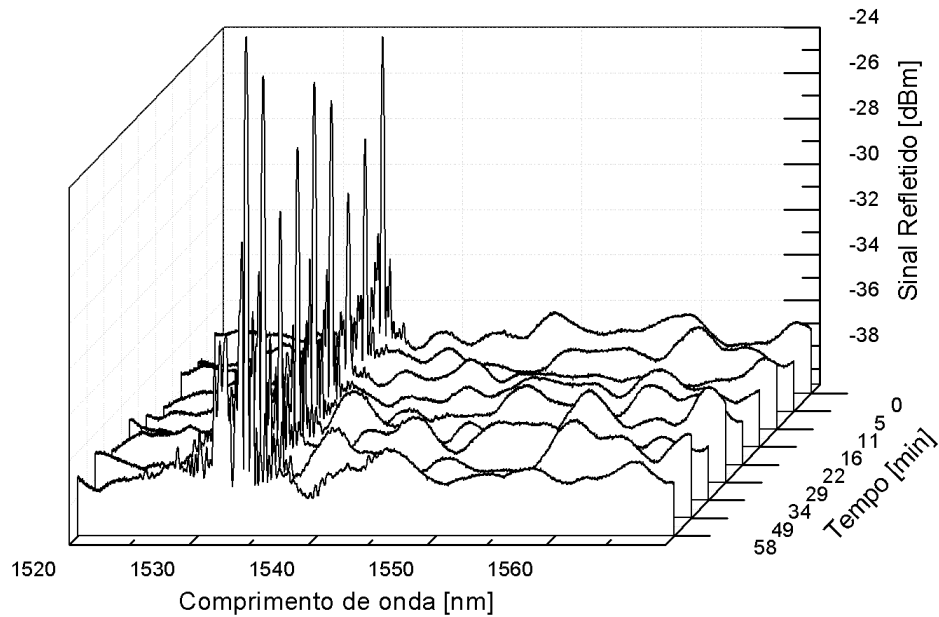


Figura 21: Perfil da rede de Bragg em fibra fotossensível durante a gravação.

Ibsen com período de 1064,50 nm. Na Figura 22 observa-se o espectro de reflexão à temperatura ambiente da rede semente obtida após 5 minutos de exposição ao laser, com uma amplitude no sinal refletido de 37,63 dB

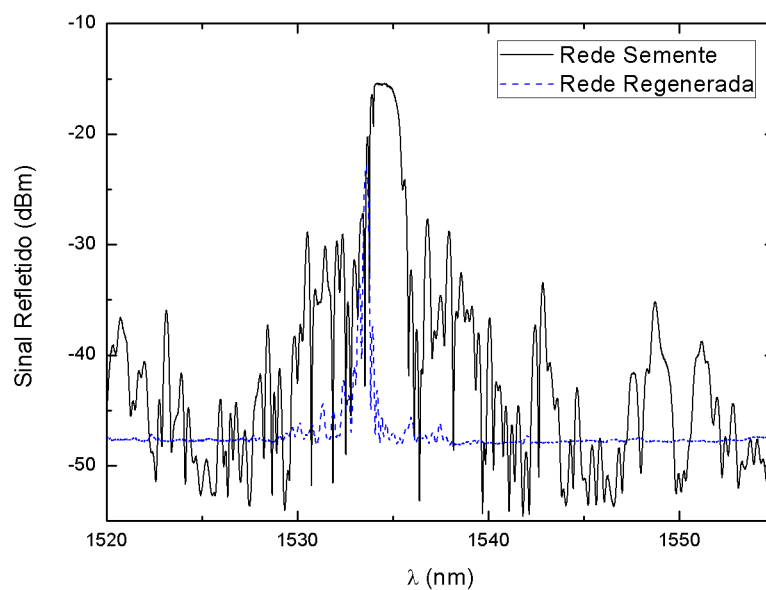


Figura 22: Espectros de reflexão da rede semente em linhas cheia, e da rede regenerada em linha tracejada medidas a 20 graus Celsius.

É possível observar como a rede semente possui espectro largo e lóbulos laterais de grande amplitude em comprimentos de onda maiores e menores que a central.

Redes produzidas com laser com pulsos de nanossegundos em 193 nm apresentavam na rede semente lóbulos laterais para comprimentos de onda maiores e amplitude entre 15 dB e 25 dB, e após a regeneração apresenta redução de amplitude de cerca de 10 dB (OLIVEIRA, 2012).

O processo de regeneração inicia com uma rampa rápida de temperatura até 800°C. Após 65 minutos na temperatura percebeu-se que a taxa de decaimento da rede estava muito lenta, então a temperatura foi elevada até 880°C, em uma rampa rápida de 10 minutos.

Na Figura 22 é exibido também o espectro de reflexão da rede regenerada com amplitude aproximada de 25 dB em comparação com a rede semente com amplitude de 37,63 dB.

Observa-se na comparação entre os dois espectros que a rede regenerada apresenta um espectro característico de rede fraca com largura de banda menor que a de semente (FWHM de 390 pm em comparação com 2000 pm).

O ponto de pico do espectro de rede regenerada desloca-se 1,02 nm para a região do azul (menor comprimento de onda) que pode estar associado ao tipo de rede semente gravada e também a uma eventual perda de hidrogênio residual, já que foi previamente hidrogenada.

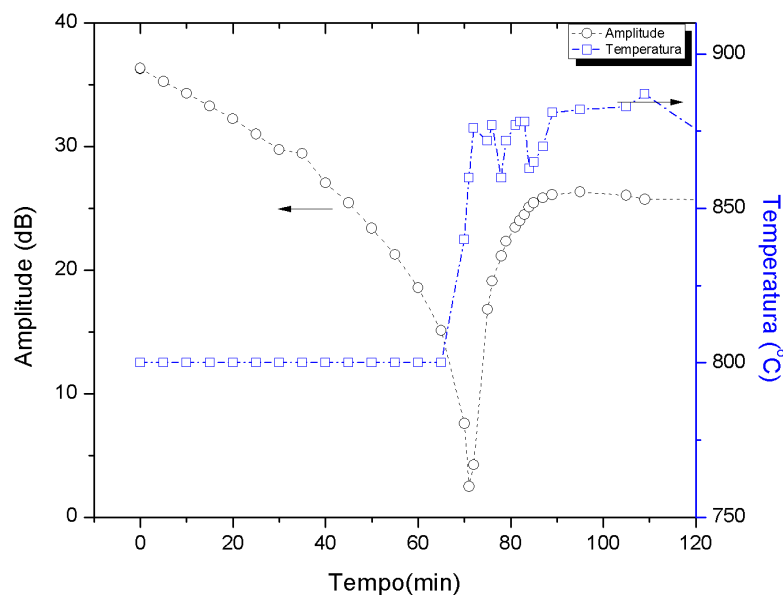


Figura 23: Evolução da temperatura em quadrados, e da amplitude do sinal refletido em círculos da rede durante a regeneração. A linha pontilhada são guias para a visão.

A Figura 23 apresenta as curvas de amplitude do sinal refletido e o perfil da temperatura durante o processo de regeneração da rede. A amplitude do sinal refletido caiu de 36,42 dB para 2,5 dB aos 71 min após o início do tratamento e cresceu até 25,74 dB após a regeneração. Desse gráfico percebe-se que a amplitude do sinal refletido começou a sofrer redução aos 106 min a partir do início do aquecimento da rede.

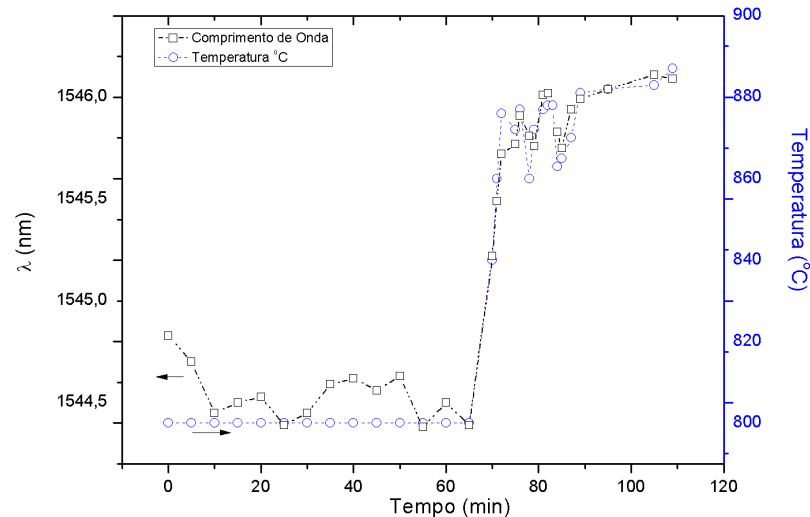


Figura 24: Variação do comprimento de onda da rede de Bragg durante regeneração em quadrados pretos. Evolução da temperatura em círculos azuis

A Figura 24 apresenta o deslocamento de comprimento de onda de pico durante a regeneração e o perfil da temperatura durante o processo. O comprimento de onda sofreu oscilações em parte deve-se ao forno não ter boa estabilidade térmica. O comprimento de onda de Bragg era de 1545,70 nm no início da regeneração aos 73 min para 1546,08 nm ao final do processo aos 110 min, resultando numa variação de comprimento de onda de 380 pm para uma variação de temperatura de 80°C.

Figura 25 apresenta o resultado da caracterização térmica para a rede regenerada. Em 20°C o comprimento de onda de pico era de 1534,53 nm e ao final do resfriamento, novamente em temperatura ambiente era de 1533,61 nm. Essa diferença é atribuída ao desvio para maiores valores do comprimento de onda durante o processo de aquecimento devido ao processo de estabilização. Entre 0 e 200°C foi realizado um ajuste linear, com sensibilidade térmica resultante de 11,51 pm/°C e ajuste polinomial do tipo $CDO = aT + b$ ($a = 11,51 \times 10^{-12}$; $b = 1534,31$ nm). Entre 200°C e 800°C um ajuste polinomial do tipo $CDO = aT^2 + bT + c$ ($a = 10,45 \mu\text{m}/^\circ\text{C}^2$; $b = 12,79$ pm/°C; $c = 1534,01$ nm) de segunda ordem foi mais adequado.

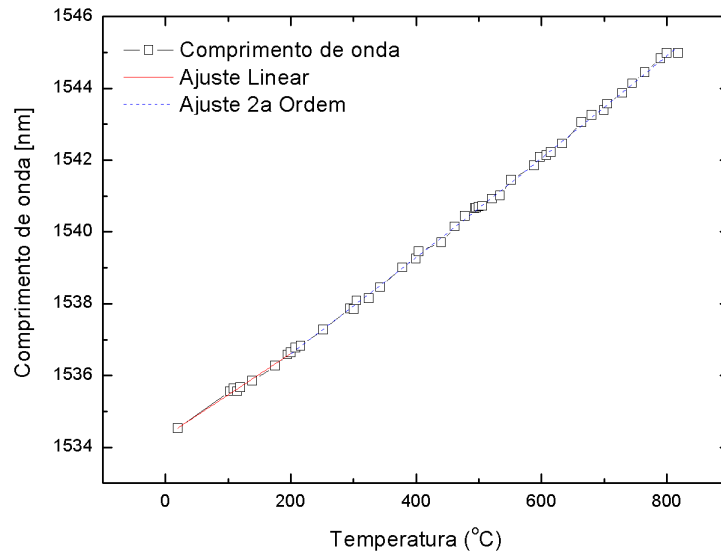


Figura 25: Comprimento de onda de pico em função da temperatura.

4.4.2 MICRO-USINAGEM

Diversas amostras foram produzidas, conforme descrição na Tabela 6. O resultado da amostra 4 após tratamento com HF está mostrado na Figura 26. As fotografias mostram as diferenças entre a focalização na superfície (Figura 26a) e na região interna da amostra (Figura 26b). É possível observar nesta última as ranhuras acentuadas a laser. Devido à alta densidade de energia que a amostra foi exposta, as regiões com variação do índice de refração foram totalmente retiradas.

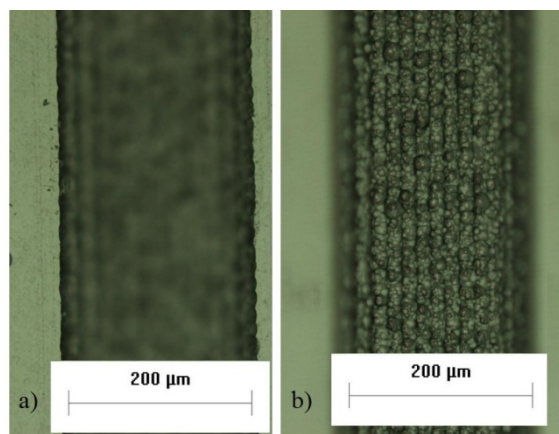


Figura 26: Canais antes da corrosão. Em (a) o foco do microscópio posicionado na superfície superior da amostra, e em (b) na superfície inferior do canal.

A Figura 27 mostra fotografias dos microcanal da amostra de número 6, ao longo das etapas do processo de FLICE. A Figura 27a mostra o resultado após o registro com o laser

Amostra	Energia μJ	Configuração da Matriz: coluna \times linha	Largura Inicial do Microcanal μm	Separação entre colunas μm	Tempo no HF (min)	Largura Final do Microcanal μm	Razão $\mu\text{m}/\text{min}$
1	10	21 \times 1	4	0	20	72	3
2	4	21 \times 1	2	0	40	62	1.1
3	10	21 \times 10	100	15	30	210	3.6
4	10	21 \times 10	100	15	30	198	3.3
5	10	21 \times 5	50	15	30	106	1.8
6	4	21 \times 3	30	15	40	90	2

Tabela 6: Configurações de gravação, tempo de tratamento com ácido e dimensões após a corrosão com ácido.

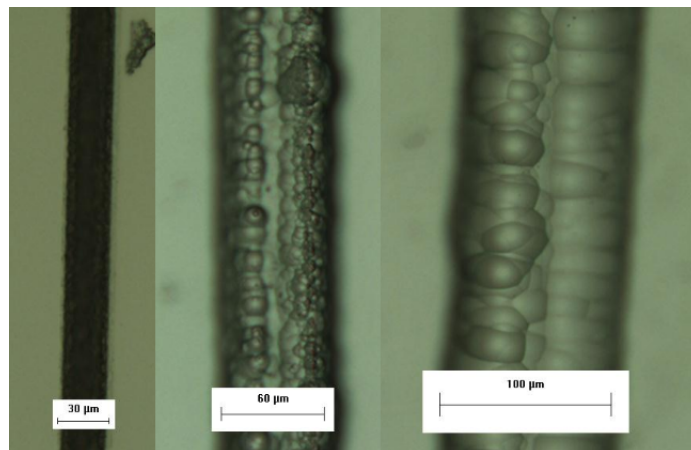


Figura 27: Microcanal 6, em (a) antes da corrosão com HF, (b) após 20 minutos de corrosão e (c) após 40 minutos de corrosão.

de femtosegundos. As Figuras 27b e 27c foram obtidas em dois momentos da corrosão, após 20 minutos e 40 minutos, e demonstram o processo não controlado do tratamento com ácido fluorídrico. Observa-se que o ataque ácido resulta em considerável remoção de material na região modificada pelo laser com ampliação dimensional de $30\ \mu\text{m}$ para $100\ \mu\text{m}$ na sua largura, aproximadamente. Os microcanais tiveram um aumento de $70\ \mu\text{m}$. Algumas áreas foram mais corroídas que outras, devido ao processo de imersão no ácido não ter controle de uniformidade.

5 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

O uso de laser de femtosegundos pode ser utilizado na prototipação de dispositivos para diversas aplicações no campo da fotônica, como guias de onda, redes de Bragg e micromaquinação.

Redes de Bragg gravadas com pulsos de femtosegundos crescem mais rápido que as redes gravadas com pulsos de laser exímero, porém a amplitude final do sinal não é maior, para todos os tipos de fibras empregados. A técnica empregada neste trabalho, porém, ainda necessita de ajustes na sua implementação, e talvez tais resultados possam se mostrar diferentes no futuro.

Os guias de onda criados em vidro sodo-cálcico foram obtidos com energia e velocidade necessárias para o substrato e o resultado desejado. A velocidade baixa empregada em conjunto com uma energia de poucas dezenas de μJ permitiu produzir guias com capacidade de guiamento ao sobrepor os pulsos do laser causando somente alteração no índice de refração sem ocorrer ablasão no material. A inspeção visual das amostras criadas comprovou que mudanças estruturais na região do ponto focal do laser. Essas alterações foram visualizadas também utilizando microscopia confocal.

Os microcanais produzidos também em vidro sodo-cálcico foram criados utilizando uma técnica de matriz, movendo a amostra para obter a geometria desejada. Uma estrutura superficial foi utilizada por outras pesquisas do grupo para visualização da ordenação de osteoblastos ao atacar a base rugosa da amostra.

Como continuação aos trabalhos desenvolvidos pode-se citar:

1. Produzir redes de Bragg no comprimento de onda fundamental do laser de femtosegundos, 800nm, e em outros comprimentos que podem ser gerados pelo amplificador paramétrico acoplado, para estudar o processo;
2. Investigar mais profundamente os guias óticos produzidos neste trabalho. Fazer um estudo quantitativo da variação do índice de refração induzida, da distribuição modal e

das perdas de propagação. Estudar tais características para outros comprimentos de onda.

3. Produzir guias de onda em outros materiais, tais como sílica fundida, lâminas e lamínulas, e inscrever guias de Bragg, de maneira a este dispositivo atuar como um sensor de pressão pequeno e de alta sensibilidade para pequenas cargas;
4. Produzir nanoaquários mais complexos, em outras aplicações na biologia e medicina, além do campo da fotônica. Trabalhos neste campo já estão sendo desenvolvidos.

APÊNDICE A – PERFIS DE CAMPO PRÓXIMO PARA OS GUIAS

Nos experimentos foi usada uma fonte de luz com banda no 635 nm, sendo registrados os perfis de campo próximo para os guias de onda 2 a 9, e mostrados nas Figuras 29 a 32.

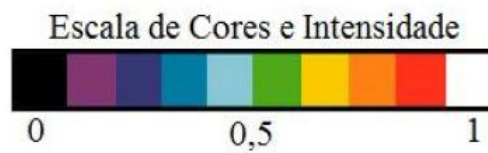
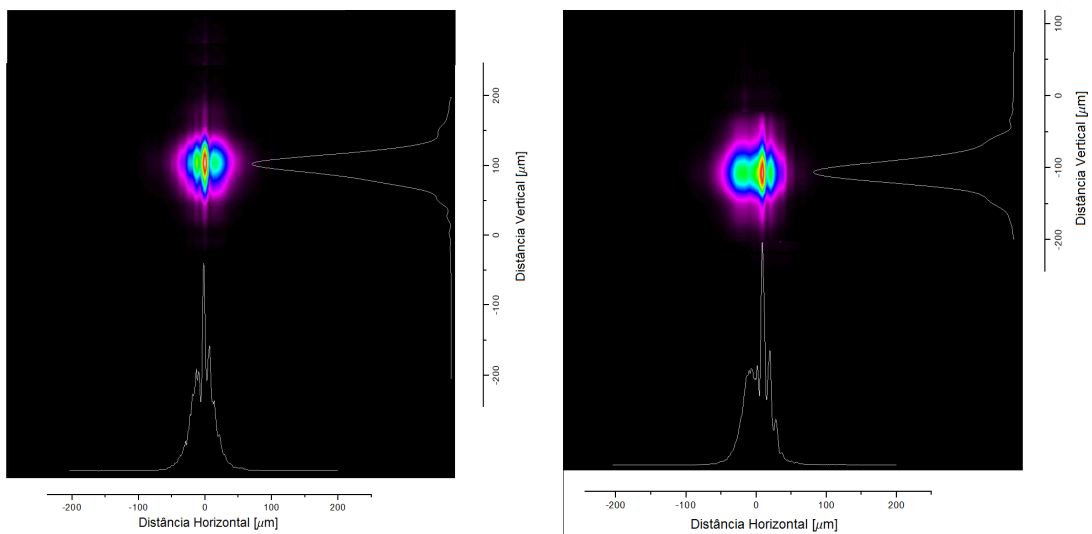


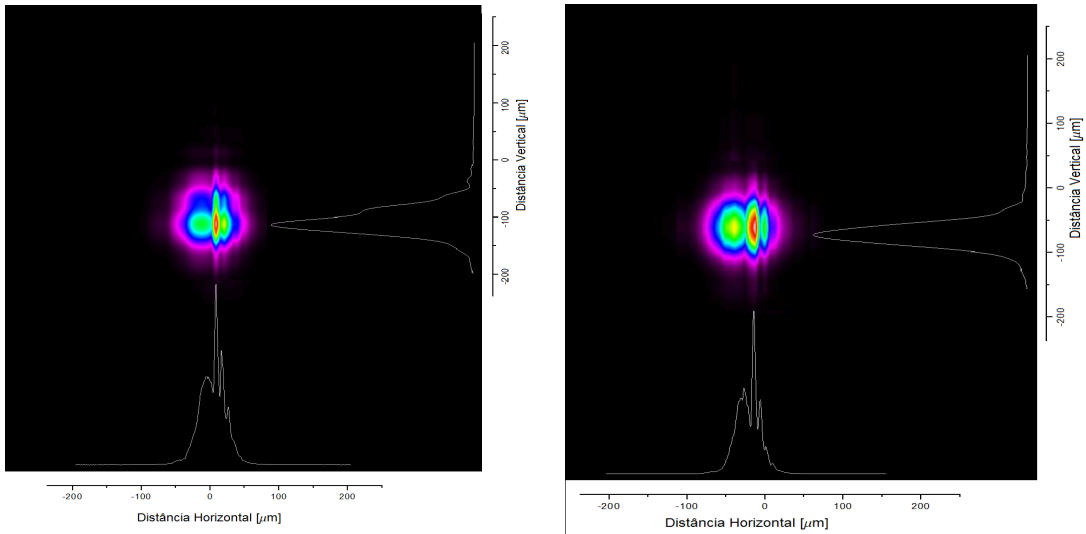
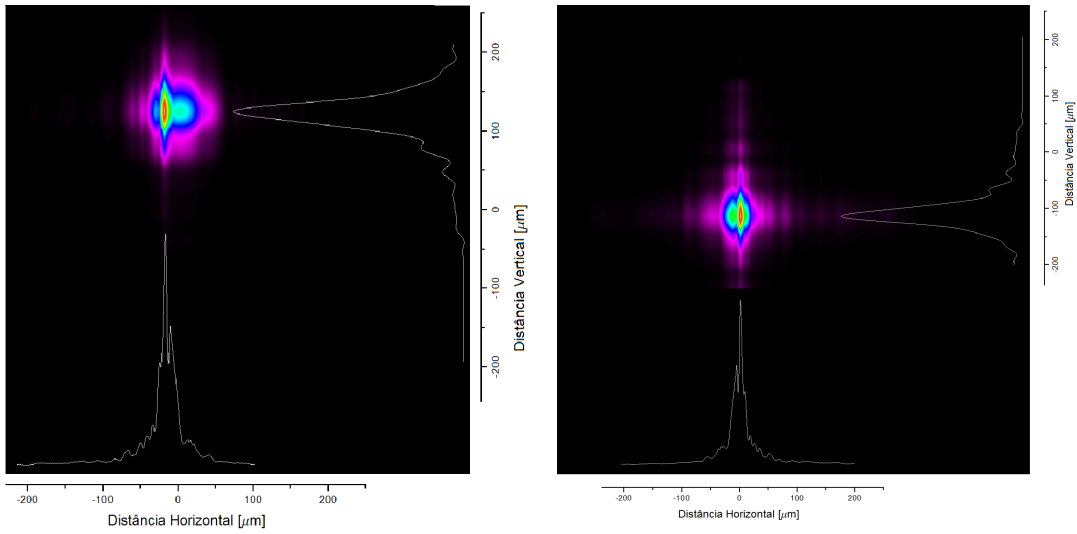
Figura 28: Escala de intensidade.

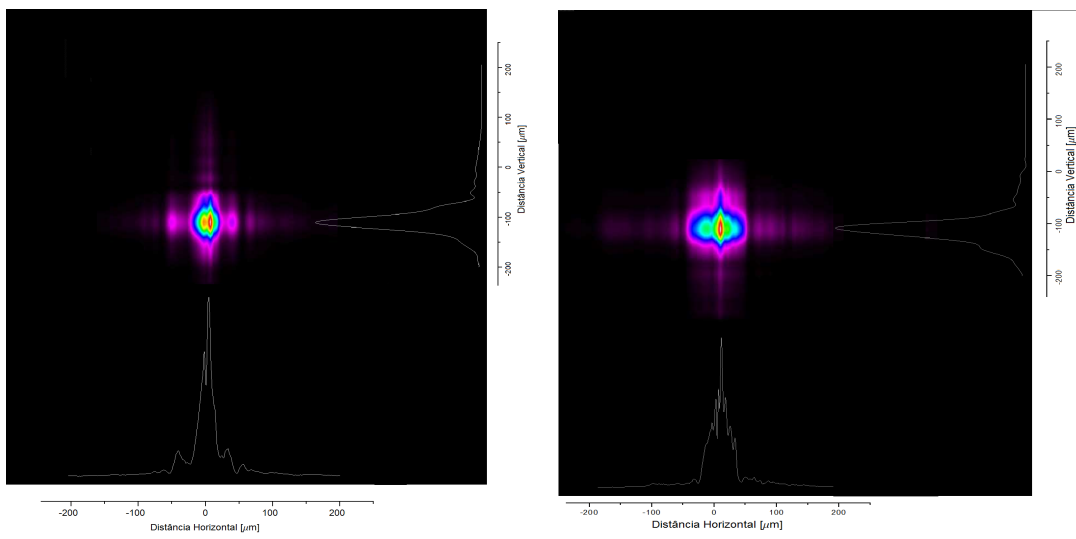


(a) $40\mu\text{J}$

(b) $40\mu\text{J}$

Figura 29: Perfis de campo próximo dos guias 2 e 3 via face 1

(a) $30\mu\text{J}$ (b) $30\mu\text{J}$ **Figura 30:** Perfis de campo próximo dos guias 4 e 5 via face 1.(a) $20\mu\text{J}$ (b) $13\mu\text{J}$ **Figura 31:** Perfis de campo próximo dos guias 6 e 7 via face 1.

(a) $13\mu\text{J}$ (b) $20\mu\text{J}$ **Figura 32:** Perfis de campo próximo dos guias 8 e 9 via face 1.

REFERÊNCIAS

- AMS, M.; MARSHALL, G. D.; WITHFORD, M. J. Study of the influence of femtosecond laser polarisation on direct writing of waveguides. **Optics express**, v. 14, n. 26, p. 13158–63, dez. 2006. ISSN 1094-4087. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19532213>>.
- BAHNISCH, R. et al. Femtosecond laser-based technology for fast development of micromechanical devices. **Sensors and Actuators A Physical**, p. 74–77, 1999.
- CANNING, J. et al. Extreme Silica Optical Fibre Gratings. **Sensors**, v. 8, n. 10, p. 6448–6452, out. 2008. ISSN 1424-8220. Disponível em: <<http://www.mdpi.com/1424-8220/8/10/6448/>>.
- CHAN, J. et al. Modification of the fused silica glass network associated with waveguide fabrication using femtosecond laser pulses. **Applied Physics A: Materials Science & Processing**, v. 76, n. 3, p. 367–372, mar. 2003. ISSN 0947-8396. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s00339-002-1822-9>>.
- DAVIS, K. M. et al. Writing waveguides in glass with a femtosecond laser. **Optics letters**, v. 21, n. 21, p. 1729–31, nov. 1996. ISSN 0146-9592. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19881782>>.
- DRAGOMIR, A. et al. Inscription of fiber Bragg gratings by ultraviolet femtosecond radiation. **Optics letters**, v. 28, n. 22, p. 2171–3, nov. 2003. ISSN 0146-9592. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/14649931>>.
- EATON, S. M. et al. Low-loss waveguides fabricated in BK7 glass by high repetition rate femtosecond fiber laser. **Applied optics**, v. 47, n. 12, p. 2098–102, abr. 2008. ISSN 0003-6935. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18425184>>.
- FANG, X.; LIAO, C. R.; WANG, D. N. Femtosecond laser fabricated fiber Bragg grating in microfiber for refractive index sensing. **Optics letters**, v. 35, n. 7, p. 1007–9, abr. 2010. ISSN 1539-4794. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/20364199>>.
- FOKINE, M. Formation of thermally stable chemical composition gratings in optical fibers. **Optical Society of America B**, v. 19, n. 8, p. 1759–1765, 2002.
- GROBNIC, D.; MIHAILOV, S. J.; SMELSER, C. W. Bragg gratings written in multimode borosilicate fibers using ultrafast infrared radiation and a phase mask. **Fiber Optic Sensors and Applications**, v. 7316, p. 73160D–73160D–6, maio 2009. Disponível em: <<http://spiedigitallibrary.org/proceeding.aspx?doi=10.1117/12.818194>>.
- GROBNIC, D. et al. Femtosecond Laser Fabrication of Bragg Gratings in Borosilicate Ion-Exchange Waveguides. **IEEE Photonics Technology Letters**, v. 18, n. 13, p. 1403–1405, 2006.
- HILL, K.; MELTZ, G. Fiber Bragg grating technology fundamentals and overview. **Journal of Lightwave Technology**, v. 15, n. 8, p. 1263–1276, 1997. ISSN 07338724. Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=618320>>.

- KALACHEV a.I.; NIKOGOSYAN, D.; BRAMBILLA, G. Long-period fiber grating fabrication by high-intensity femtosecond pulses at 211 nm. **Journal of Lightwave Technology**, v. 23, n. 8, p. 2568–2578, ago. 2005. ISSN 0733-8724. Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=1498962>>.
- LIANG, W. et al. Micromachining of circular ring microstructure by femtosecond laser pulses. **Optics & Laser Technology**, v. 35, n. 4, p. 285–290, jun. 2003. ISSN 00303992. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0030399203000094>>.
- LINDNER, E. et al. Thermal regeneration of fiber Bragg gratings in photosensitive fibers. v. 17, n. 15, p. 12523–12531, 2009.
- LIU, D. et al. Influence of focusing depth on the microfabrication of waveguides inside silica glass by femtosecond laser direct writing. **Applied Physics A**, v. 84, n. 3, p. 257–260, maio 2006. ISSN 0947-8396. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s00339-006-3610-4>>.
- LIU, J. et al. Waveguide Shaping and Writing in Fused Silica Using a Femtosecond Laser. **IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics**, v. 10, n. 1, p. 169–173, jan. 2004. ISSN 1077-260X. Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=1288087>>.
- LORRAIN, P.; CORSON, D.; LORRAIN, F. **Campos e Ondas Eletromagnéticas**. 3rd. ed. [S.l.]: Fundação Calouste Gulbenkian, 1988. 819 p.
- MARSHALL, G. D. et al. Transverse coupling to the core of a photonic crystal fiber: the photo-inscription of gratings. **Optics express**, v. 15, n. 12, p. 7876–87, jun. 2007. ISSN 1094-4087. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19547114>>.
- MAUCLAIR, C. et al. Ultrafast laser writing of homogeneous longitudinal waveguides in glasses using dynamic wavefront correction. **Optics express**, v. 16, n. 8, p. 5481–92, abr. 2008. ISSN 1094-4087. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18542651>>.
- MIHAILOV, S.; GROBNIC, D.; SMELSER, C. Femtosecond IR laser fabrication of Bragg gratings in photonic crystal fibers and tapers. **IEEE Photonics Technology Letters**, v. 18, n. 17, p. 1837–1839, set. 2006. ISSN 1041-1135. Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=1677630>>.
- MIHAILOV, S. et al. Bragg Gratings Written in All-SiO₂ and Ge-Doped Core Fibers With 800-nm Femtosecond Radiation and a Phase Mask. **Journal of Lightwave Technology**, v. 22, n. 1, p. 94–100, jan. 2004. ISSN 0733-8724. Disponível em: <<http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=1266682>>.
- MIHAILOV, S. J. et al. Bragg grating writing through the polyimide coating of high NA optical fibres with femtosecond IR radiation. **Optics Communications**, v. 281, n. 21, p. 5344–5348, nov. 2008. ISSN 00304018. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0030401808007360>>.
- NASU, Y.; KOHTOKU, M.; HIBINO, Y. Low-loss waveguides written with a femtosecond laser for flexible interconnection in a planar light-wave circuit. **Optics letters**, v. 30, n. 7, p. 723–5, abr. 2005. ISSN 0146-9592. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15832918>>.

NEWPORT. **Optical Materials**. Disponível em: <<https://www.newport.com/Optical-Materials/144943/1033/content.aspx>>.

NOLTE, S. et al. Femtosecond waveguide writing: a new avenue to three-dimensional integrated optics. **Applied Physics A: Materials Science & Processing**, v. 77, n. 1, p. 109–111, jun. 2003. ISSN 0947-8396. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s00339-003-2088-6>>.

OLIVEIRA, V. de. **Redes de bragg para medições em altas temperaturas**. Tese (Doutorado), 2012.

SUGIOKA, K.; CHENG, Y. Femtosecond laser processing for optofluidic fabrication. **Lab on a chip**, v. 12, n. 19, p. 3576–89, out. 2012. ISSN 1473-0189. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22820547>>.

TSAI, H.-Y. et al. Sub-micron-structure machining on silicon by femtosecond laser. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, The Nonferrous Metals Society of China, v. 19, p. s171–s177, set. 2009. ISSN 10036326. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S100363261060266X>>.

VETELINO, J.; REGHU, A. **Introduction to Sensors**. [S.l.]: TAYLOR & FRANCIS USA, 2010. 250 p.

WIKSZAK, E. et al. Erbium fiber laser based on intracore femtosecond-written fiber Bragg grating. **Optics letters**, v. 31, n. 16, p. 2390–2, ago. 2006. ISSN 0146-9592. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/16880832>>.

ZAGORULKO, K. et al. Fabrication of fiber Bragg gratings with 267 nm femtosecond radiation. **Optics express**, v. 12, n. 24, p. 5996–6001, nov. 2004. ISSN 1094-4087. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19488241>>.

ZHANG, H.; EATON, S. M.; HERMAN, P. R. Single-step writing of bragg grating waveguides in fused silica with an externally modulated femtosecond fiber laser. **Optics Letters**, v. 32, n. 17, p. 2559–2561, 2007.