5 Utilização de grafeno em domínio óptico

5.1 Introdução

O presente capítulo descreve como o grafeno interage com o meio optico e destaca os procedimentos realizados para a introdução de grafeno em fibras ópticas. São também descritos os métodos de medição envolvidos para a caracterização destas amostras. Os resultados obtidos são avaliados assim como as limitações dos métodos de medição utilizados.

5.2

Grafeno em fibras ópticas

Um dos primeiros trabalhos que demonstram na prática as propriedades não lineares do grafeno em domínio óptico mostra que a suscetibilidade não linear efetiva χ^3 é de aproximadamente 10⁻⁷ esu (unidades eletrostáticas) [Hendry et al, 2010). Além disso, o experimento comprovou que essa não linearidade é não dispersiva na faixa de operação de 760 a 840 nm. Cabe ressaltar que a condutividade universal dinâmica (ou seja, para sinais de altas frequências), na faixa da luz visível, é dada por [Nair et al, 2008]:

$$G = (1.01 \pm 0.04).e^2/4\hbar$$
 [11]

Essa condutividade verificada para o grafeno é o mesmo comportamento esperado para férmions de Dirac ideais.

Outra propriedade específica do grafeno é sua capacidade de propagar os modos TE e TM, dependendo das contribuições intra e inter-bandas da condutividade dinâmica. Em

dispositivos bidimensionais convencionais baseados em filmes ultra finos metálicos e poços quânticos de GaAs/AlGaAs, a condutividade dinâmica é dada por [Stern, 1967]:

$$\sigma(\omega) = in_s e^2 / m(\omega + i\tau)$$
^[12]

onde n_s é a concentração de elétrons, *e* é a carga, m a massa efetiva e τ é a taxa de espalhamento dos elétrons [Stern, 1967]. Nesses sistemas tradicionais a condutividade dinâmica possui uma parcela imaginária positiva e assim somente o modo TM pode se propagar. Devido às condições de contorno, o modo TE é proibido na interface entre o metal e o dielétrico [Mikhailov and Ziegler, 2007] e a resposta espectral dos modos eletromagnéticos são sensíveis à massa dos elétrons. No entanto, devido a presença dos férmions de Dirac no grafeno, que não possuem massa, a parte imaginária da condutividade dinâmica é sempre positiva, suportando o modo TM (quando o potencial químico é diferente de zero). Por sua vez, quando o módulo do potencial químico é menor que $\hbar\omega/2$, a parte negativa imaginária da condutividade interbanda do grafeno aumenta, permitindo a propagação do modo TE. Como esse modo TE não sofre muita atenuação quando se propaga ao longo da folha de grafeno, é possível desenvolver um polarizador do tipo "passa-TE" com grafeno [Bao et al, 2011].

Q. Bao e colaboradores [Bao et al, 2011] apresentaram um polarizador óptico a base de grafeno para a faixa de 820 a 955 nm, onde foi obtida razão de extinção de 15 dB. Outro experimento relatado no referido trabalho mostra os efeitos da polarização nos comprimentos de onda de 1300 e 1480 nm. Foi observada razão de extinção de aproximadamente 15.7 dB em 1300 nm e 18.4 dB em 1480 nm. A Figura 76 apresenta o modelo simplificado das interfaces entre fibra óptica e grafeno conforme proposto em [Bao, 2011]. O trabalho também mostra que na interface entre a fibra e o grafeno a magnitude do campo elétrico (modo TE) é diferente de zero (Figura 77), permitindo a propagação do modo TE no grafeno monocamada e que o modo TE apresenta maior magnitude que o modo TM.



Figura 76 - Modelo simplificado das interfaces entre fibra óptica e grafeno [Bao, 2011]

Nesse modelo em duas dimensões simplificado, considera-se que o grafeno é uma interface condutiva integrada entre dois dielétricos (casca de silício/grafeno/ar). A Figura 77 mostra as intensidades dos modos de propagação TE e TM (m=1) ao longo da fibra e nas interfaces [Bao, 2011]. A linha tracejada no ponto onde x=0 representa a interface entre o núcleo e o grafeno, onde a intensidade do campo elétrico é diferente de zero.

Cabe ressaltar que o acoplamento e o confinamento do sinal óptico provocado pela presença do grafeno nessa interface induz outros modos de propagação de ordens superiores [Hanson, 2008].



Figura 77 - Modos TE e TM (m=1) ao longo da fibra e nas interfaces [Bao, 2011]

Considerando que fibras ópticas convencionais com geometria simétrica circular aplainadas para receber grafeno sobre o núcleo já mostraram ser capazes de permitir propagação de sinais ópticos [Bao, 2011], imaginou-se que uma fibra com geometria assimétrica com uma parte da casca mais próxima ao núcleo que outra também pudesse sofrer interação com grafeno. Desta forma, nesta tese, a fibra-D foi escolhida para o estudo das possíveis interações do grafeno no domínio óptico.

A fibra-D é assim chamada pois possui uma "depleção" ou "chanfro" acima do núcleo ao longo do seu comprimento.

Figura 78 mostra a seção reta da fibra-D utilizada neste trabalho. A distância menor da casca ao núcleo, D1, é 2,8 microns; a distância maior da casca ao núcleo, D2, é aproximadamente 58 microns; o diâmetro da fibra, Df, é 123 microns; o diâmetro do núcleo mede aproximadamente 7 microns.





As fibras-D são normalmente utilizadas para se observar fenômenos no domínio óptico em que se necessita de uma interação diferenciada do sinal óptico com a fibra com relação à geometria do núcleo e da sua casca. Pelo fato da espessura da casca ser diferente nas partes acima (D1) e abaixo (D2) do núcleo, pode-se investigar o comportamento de sinais propagantes dentro do núcleo e sua interação com materiais que estejam fora de sua casca.

Desta forma, foram produzidas amostras de grafeno monocamada e transferidas para fibras D, justamente sobre a face mais próxima do núcleo. A fibra D foi parcialmente desencapada (parte superior, ao longo de 3 cm do comprimento da fibra) para que o grafeno fosse transferido para ela. Além disso, a espessura D1 foi diminuída ao máximo possível com

lixas especiais. A Figura 79 mostra a representação do grafeno sobre a fibra-D que foi utilizada neste trabalho. Foram produzidas amostras de grafeno monocamada medindo aproximadamente 2,0 cm x 2,5 cm sobre substrato de cobre. Posteriormente foi aplicado PMMA sobre a amostra, o cobre foi corroído e o grafeno com PMMA foi transferido para a fibra-D. Em seguida, o PMMA foi removido com acetona.



Figura 79 - Grafeno sobre fibra-D

A seguir são apresentadas as etapas de preparo das fibras e transferência do grafeno. A Figura 80 mostra duas fibras-D sobre a lâmina, sendo que uma das fibras receberá o grafeno e outra será a fibra de referência (sem grafeno).



Gotas de polímero para fixação da fibra

Figura 80 - Preparo das fibras-D sobre lâmina

A Figura 81 mostra a fase de coleta do grafeno sobre a lâmina. Nesta etapa, o grafeno já está previamente limpo e flutua na água destilada sobre uma camada de PMMA.



Figura 81 - transferência do grafeno para a fibra-D

A Figura 82 mostra a imagem da fibra-D de referência (sem grafeno) obtida no microscópio óptico. A Figura 83 mostra a imagem da fibra-D após a transferência do grafeno para sua superfície. A fibra-D sem grafeno utilizada como referência possui as mesmas dimensões da fibra D com grafeno.



Figura 82 - Imagem óptica da Fibra-D de referência (sem grafeno)



Figura 83 - Imagem óptica da Fibra-D após transferência do grafeno

Após a transferência do grafeno para a fibra, a amostra permanece em temperatura ambiente por algumas horas para secagem. Após a secagem, o PMMA é retirado da amostra com acetona. Após alguns minutos, necessários para evaporação de umidade, a amostra é caracterizada no espectrômetro Raman (AFM/STM-Raman NTEGRA-Spectra do fabricante ND-MDT). A Figura 84 mostra a imagem de espectroscopia obtida da fibra-D com grafeno.





Cabe observar que a razão Id/Ig de 2.8 obtida na espectroscopia da fibra com grafeno poderia ser melhorada com aprimoramento da técnica de remoção do PMMA residual da amostra. No entanto, evitou-se novas imersões da amostra em acetona para garantir a imobilização da fibra na lâmina, visto que as gotas de adesivo poderiam ser amolecidas com aumento demasiado da quantidade de acetona. Este processo será adaptado futuramente com novos adesivos não suscetíveis a acetona.

O teste para verificação de não linearidades do grafeno em fibras ópticas consistiu da aplicação de dois comprimentos de onda na faixa em torno de 1550 nm (1537,71 nm e 1541,05 nm) em um combinador óptico, e por meio de conectores ópticos, controladores de polarização e alinhamento mecânico, o sinal resultante é inserido na fibra-D. O sinal que sai da fibra-D é inserido do analisador de espectro óptico (Anritsu MS9740A). A Figura 85 mostra o diagrama de montagem da bancada para teste da não linearidade do grafeno.

O controlador de polarização (CP) utilizado nesse teste serve para otimizar o nível de sinal nas entradas dos conectores. Após o alinhamento inicial, os CP são mantidos na posição para permitir comparação com as medidas obtidas quando se substitui a fibra-D com grafeno pela sem grafeno.



Figura 85 - Bancada para testes de não-linearidades do grafeno em fibra-D

A Figura 86 mostra o resultado dos testes de não linearidade.



Figura 86 - Potência de saída do sinal combinado após passar através da fibra-D com grafeno (linha contínua) e sem grafeno (linha tracejada)

De acordo com os resultados obtidos, foi possível observar uma pequena diferença entre o sinal que se propaga na fibra-D sem grafeno em relação à fibra-D com grafeno. Na fibra com grafeno a amplitude do harmônico de terceira ordem é maior. Esta diferença poderia ser aumentada com o aumento da potência do sinal óptico, o que poderá ser verificado em trabalhos futuros. Desta forma, conclui-se que o grafeno interage com o sinal óptico atuando como um segundo guia de ondas que além de confinar pode induzir efeitos não lineares de terceira ordem no sinal.

Utilizando esse mesmo "setup" foi possível avaliar a variação do sinal óptico na saída da fibra com grafeno de acordo com a variação de polarização do sinal de entrada.

Variando a rotação dos controladores de polarização verifica-se a variação de amplitude do sinal transmitido através da fibra. Foi possível observar que a fibra-D com grafeno é muito mais sensível à polarização que a fibra-D sem grafeno. Enquanto a fibra sem grafeno varia a amplitude do sinal em aproximadamente 4 dB, a fibra-D com grafeno apresenta variação de até 8 dB de acordo com a polarização do sinal aplicado.

A Tabela 1 mostra os resultados obtidos nos testes, que foram realizados em baixa potência (sem amplificação com EDFA).

Grafeno\polarização	P (Polarização mínima)	P (Polarização máxima)	diferença
Fibra sem grafeno	-24,0 dBm	-19,7 dBm	4,3 dB
Fibra com grafeno	-21,5 dBm	-13,5 dBm	8,0 dB

Tabela 1 - variação da potência do sinal com a polarização na fibra-D

5.3 Grafeno em Conectores

Este experimento tem como objetivo verificar o efeito causado pelo grafeno em conectores ópticos. Desta forma, foram produzidas amostras de grafeno monocamada e transferidas para a ponta de conectores ópticos. Os testes foram realizados com conectores originais (sem grafeno) e repetidos com conectores contendo grafeno. Os resultados foram registrados em Analisador de Espectro Óptico e posteriormente analisados. A Figura 87 apresenta a bancada de testes para o grafeno em conectores ópticos.



Figura 87 - Esquema da bancada de testes de não linearidades do grafeno em conectores ópticos

O teste consiste em somar dois comprimentos de onda em um combinador óptico e amplificar o sinal obtido em um amplificador EDFA (Erbium Doped Fiber Amplifier). O sinal amplificado propaga-se através de cabo de fibra óptica até o conector que é ligado ao analisador de espectro óptico. É utilizado um conjunto de adaptadores do tipo "pig tail" para facilitar a substituição do conector em teste. Desta forma, o grafeno é transferido para uma das pontas de um conector "pig tail".

Primeiramente foram realizados testes com conectores originais, sem grafeno. Posteriormente os conjuntos de adaptadores foram substituídos por outros idênticos, porém com grafeno em uma das pontas de um adaptador "pig tail". A Figura 88 apresenta o resultado dos testes onde se utilizou conectores originais sem grafeno (linha tracejada) e onde se utilizou um dos conectores com grafeno (linha contínua). A Figura 89 mostra o gráfico da diferença de valores entre os dois casos. O sinal obtido quando se insere grafeno monocamada em apenas um conector sofre maior atenuação do que o sinal com conectores originais (sem grafeno). Verifica-se uma diferença média de 2,5 dB, sendo que nas frequências das portadoras (1537,14 nm e 1540,34 nm) a diferença é superior a 4 dB (Figura 89).

Pelo fato da diferença entre os sinais com e sem grafeno, nas frequências dos harmônicos, serem mais ressaltadas, pode-se concluir que o grafeno pode servir como indicador da presença de produtos de intermodulação de terceira ordem em um circuito. Caso se aumente a potência do sinal óptico, pode ser possível observar fenômenos não lineares como, por exemplo, mistura de quatro ondas, com esse mesmo "setup".



Adição de 2 comprimentos de onda

Figura 88 - Resultado dos testes com conectores com grafeno (linha contínua) e sem grafeno (linha tracejada)



Diferença entre sinais (com e sem grafeno)

Figura 89 - Diferença entre os sinais de saída utilizando conector com grafeno e sem grafeno

5.4 Comentários finais do capítulo

Neste capítulo foi possível verificar que a presença do grafeno amplia a sensibilidade da fibra com relação à polarização do sinal óptico; permite a transmissão de sinais ópticos em faixa larga e é sensível aos produtos de intermodulação gerados pela soma de portadoras distintas.

No teste com fibra-D, verificou-se que o grafeno induz aumento da amplitude dos produtos de intermodulação de terceira ordem. Esta diferença poderia ser ampliada com o aumento da potência do sinal óptico, o que poderá ser verificado em trabalhos futuros.

Nos testes com conectores ópticos a interação do sinal óptico com o grafeno se apresentou mais intensa, visto que o sinal atravessa a monocamada de grafeno para atingir o outro conector. No teste com fibra-D, o grafeno interage com o sinal óptico porém atua mais como um segundo guia de ondas que além de confinar pode induzir efeitos não lineares de terceira ordem.

Nos testes com conectores com grafeno observou-se atenuação do sinal óptico 2,5 dB maior do que nos testes com conectores sem grafeno.

Tanto nos testes com fibra como nos testes com conectores, as interações são mais destacadas nos produtos de intermodulação de terceira ordem. Desta forma, é possível concluir que o grafeno pode servir como indicador da presença de harmônicos de terceira ordem em um circuito, inclusive permitir o estudo de efeitos do tipo "mistura de quatro ondas" ("four-wave mixing"). Para tal, sugere-se para trabalhos futuros a utilização de sinais ópticos de maior potência na entrada dos dispositivos com grafeno.