

6

Apagamento de amostras polarizadas eletrotermicamente

6.1.

Introdução

Nesta parte do trabalho estuda-se o efeito do tratamento térmico, no apagamento da não-linearidade induzida em amostras de sílica polarizada. O estudo foi realizado através da observação da dependência da espessura da camada de depleção (w) com o tempo de apagamento. Determina-se a espessura da região de depleção em amostras de sílica Herasil e Infrasil polarizadas durante 10 minutos sob 2,7 kV, e apagadas durante diferentes intervalos de tempo.

O perfil da susceptibilidade de segunda ordem induzida durante a polarização é também estudado para amostras polarizadas e submetidas a tratamento térmico durante diferentes intervalos de tempo.

6.2.

Polarização e apagamento

Amostras de sílica Herasil e Infrasil foram polarizadas em ar, a temperaturas de aproximadamente 280°C e 250°C, e a tensão aplicada foi de 2,7 kV. O tempo de polarização foi fixado em 10 minutos, por ser um intervalo de tempo que já permite uma observação do sinal do segundo harmônico gerado.

Depois de 10 minutos de polarização, a alta tensão era desligada e a amostra era deixada no forno aquecido com a temperatura estabilizada, durante um intervalo de tempo forno aquecido com previamente determinado, chamado de tempo de apagamento. Posteriormente ao tempo de apagamento, a amostra era retirada do forno e colocada rapidamente em um copo com água, onde era deixada durante 60 segundos para baixar sua temperatura de 250°C (ou 280°C) à temperatura ambiente (23°C). O procedimento de jogar a amostra na água imediatamente após a sua retirada do forno foi importante para manter a distribuição iônica inafetada na amostra polarizada. A incerteza no tempo de

apagamento ocorre por dois motivos: devido a incerteza do momento exato em que a fonte de tensão é desligada e devido ao intervalo de tempo entre o momento em que a amostra é tirada do forno e o momento em que é mergulhada na água, durante o qual a amostra ainda está aquecida.

6.3.

Circuito, tipos de anodos usados e tempos de apagamento

O circuito utilizado para a polarização e o apagamento das amostras foi curto-circuitado entre o catodo e o anodo. Este curto-circuito garante o fornecimento infinito de cargas necessárias para qualquer neutralização, enquanto que o circuito aberto depende de correntes de fuga. Esse curto-circuito foi feito para evitar a necessidade de se manipular o circuito elétrico após o desligamento da alta tensão depois dos 10 minutos de polarização. Foi colocada uma resistência de aproximadamente $47\text{ M}\Omega$ entre o anodo e o catodo, em paralelo com a resistência de $47\text{ K}\Omega$ (figura 34). A resistência de $47\text{ M}\Omega$ consistia de 10 resistências de $4,7\text{ M}\Omega$ que dissipavam $0,5\text{ W}$ cada uma.

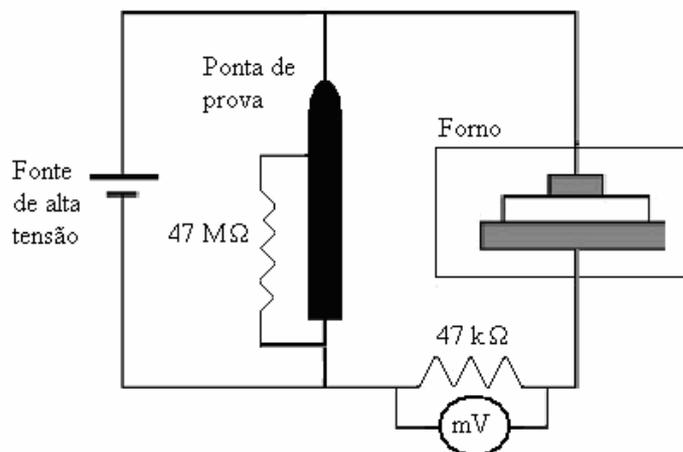


Figura 34 - Circuito para a polarização e apagamento de amostras de sílica Herasil e Infrasil. A resistência de $47\text{ M}\Omega$ está em paralelo com a resistência de $47\text{ k}\Omega$ e permite o fornecimento de cargas durante o apagamento. A potência dissipada por esta resistência é de 5 W .

A experiência de apagamento foi realizada em amostras de sílica Herasil e em amostras de sílica Infrasil polarizadas eletrotermicamente. Para a polarização e apagamento das amostras foram usados três tipos de anodo: anodo de contato de

8,4 mm de diâmetro, anodo depositado de alumínio (Al) e anodo depositado de ouro (Au). Algumas das experiências foram realizadas em colaboração com a Universidade de Lille, França. As temperaturas de polarização foram de 280°C e de 250°C.

Nas primeiras experiências de apagamento, o tempo foi medido utilizando-se um cronômetro, e a corrente foi medida utilizando-se um multímetro de resolução de 10^{-6} . Em experiências posteriores, os dados da corrente do circuito em função do tempo foram adquiridos durante a polarização utilizando o programa LabView®.

Depois do resfriamento, as amostras eram limpas nos casos em que o anodo foi depositado. O ouro era removido com um lenço de papel e as amostras limpas com álcool isopropílico. O alumínio era removido mergulhando a amostra em HCL (37%) durante 5 horas, depois eram enxaguadas e limpas com álcool isopropílico.

6.4. Medição do segundo harmônico gerado (SHG)

O efeito do tratamento térmico nas amostras polarizadas foi medido através da variação da potência óptica média do segundo harmônico gerado para diferentes tempos de apagamento. Para fazer a medição da potência óptica, as amostras eram fixas em um suporte a um ângulo θ com respeito à direção do feixe infravermelho (1064 nm) (figura 35). Os ângulos para a detecção do SHG foram de 30° e de 45°.

Seria muito importante, para chegar a uma conclusão com respeito a geração do segundo harmônico e sua evolução, medir a potência média do segundo harmônico antes e depois do apagamento. No entanto, neste caso, seria necessário retirar a amostra do forno logo após a fonte de alta tensão ser desligada, e antes de começar o processo de apagamento. Neste trabalho, este procedimento não foi feito porque as amostras eram mantidas no forno na mesma temperatura na qual foram polarizadas depois de desligar a tensão, justamente porque, desta forma, era possível um controle sobre o tempo de apagamento. Para compensar este fato, foi feito o apagamento de amostras de referência por um tempo de zero minuto, que seria equivalente a fazer a medição do SH gerado pelas amostras antes do

apagamento. Isso permitiu fazer comparações da evolução do valor da potência média do segundo harmônico gerado em amostras apagadas por tempos de apagamento maiores que zero, e conhecer a eficiência na conversão da potência de segundo harmônico com respeito à amostra de referência.

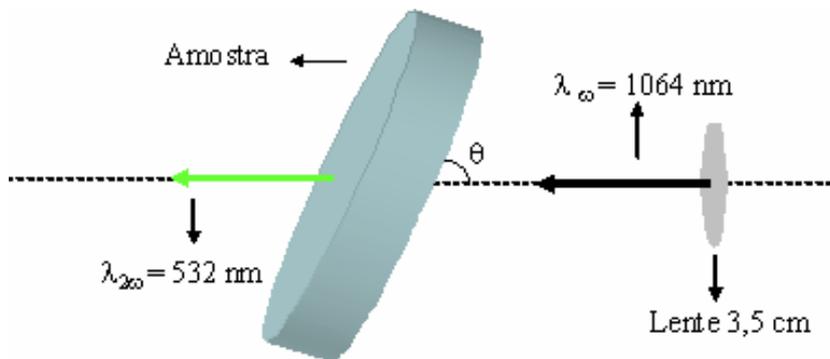


Figura 35 - A superfície da amostra apagada é irradiada com um feixe infravermelho (1064 nm) de um laser Nd:YAG. A amostra é inclinada um ângulo θ com respeito à direção do feixe. A lente que faz convergir o feixe sobre a amostra tem uma distância focal de 3,5 cm.

6.5. Medição da espessura da camada de depleção

Com o propósito de medir a espessura da camada de depleção, depois de obter a potência média do segundo harmônico gerado, as amostras apagadas eram atacadas com HF (20%) usando a montagem descrita no capítulo 4 para a técnica de ataque interferométrico. Para inferir a espessura da camada de depleção, era estudada a taxa de ataque com respeito à profundidade atacada da amostra.

6.6. Análises de resultados

Os resultados obtidos utilizando os diferentes tipos de eletrodos são resumidos em tabelas e gráficos. As tabelas contêm os seguintes dados:

Rótulo da amostra (amostra), tempo de apagamento (t_{apag}), potência óptica média do segundo harmônico gerado na amostra ($P_{\text{ot}2\omega}$), potência média do feixe infravermelho (1064 nm) que incide na superfície da amostra ($P_{\text{ot}\omega}$), a eficiência

na conversão da potência (η), número de pontos iluminados na amostra na região polarizada durante o ataque interferométrico (# de pontos analisados) e espessura da camada de depleção (w). A incerteza no tempo de apagamento ocorre por dois motivos: devido a incerteza do momento exato em que a fonte de tensão é desligada e devido ao intervalo de tempo entre o momento em que a amostra é tirada do forno e o momento em que é mergulhada na água, durante o qual a amostra ainda está aquecida.

A evolução da taxa de ataque durante o ataque interferométrico foi comparada, para algumas amostras, entre dois sinais provenientes da região polarizada. Em alguns casos, não foi possível estabelecer esta comparação entre as taxas de ataque devido à pouca resolução de um dos dois sinais causada por problemas de detecção ocasionados pela baixa intensidade do sinal. A explicação para este problema pode ser o alinhamento interferométrico antes do ataque químico, seja na abertura ótima da íris dos fotodetectores ou no posicionamento ótimo dos máximos nas íris dos fotodetectores. O valor da espessura da camada de depleção inferida das curvas das taxas de ataque obtidas dos pares de sinais provenientes de cada amostra é apresentado nas tabelas a seguir. Quando apenas um valor da espessura da camada de depleção de uma amostra é encontrado na tabela, significa que a informação proveniente de um dos dois pontos localizados na região não-linear não foi detectada com boa resolução, e não foi possível fazer a análise para este ponto. Em outros casos, ocorreu que apenas um ponto foi analisado, como por exemplo, nos casos nos quais foi utilizado o anodo de contato de 8,4 mm de diâmetro.

A eficiência na conversão da potência foi calculada utilizando a seguinte equação:

$$\eta = \frac{I_{2\omega}}{I_{\omega}^2} \quad (88)$$

onde $I_{2\omega}$ e I_{ω} são as intensidades do segundo harmônico gerado e do feixe infravermelho (1064nm) respectivamente. Estas intensidades são calculadas utilizando a relação:

$$I = \frac{P_{otP}}{A_{feixe}} \quad (89)$$

onde P_{otP} é a potência de pico do sinal e A_{feixe} é a área do feixe do laser no ponto focal. Para o feixe infravermelho ($\lambda=1064$ nm), o valor nominal da área é $A_{feixe} = 5,026 \times 10^{-23} \text{ cm}^2$ e para o segundo harmônico gerado ($\lambda=532$ nm), o valor nominal da área é $A_{feixe} = 3,84 \times 10^{-3} \text{ cm}^2$.

As potências de pico dos dois feixes foram calculadas através da seguinte equação:

$$P_{otP} = \frac{P_{ot} T_{QS} T_{ML}}{\Delta t_{QS} \Delta t_{ML}} \quad (90)$$

onde P_{ot} é a potência média do sinal, Δt_{QS} é a duração do pulso *Q-switched* (valores nominais de 200 ns para 1064 nm), e Δt_{ML} é a duração do pulso *mode-locked* (100 ps para 1064 nm). O intervalo de tempo entre pulsos *Q-switched* (T_{QS}) é da ordem de 2 ms. A taxa de repetição do *QS* é 1,2 kHz (T_{ML}) é o intervalo de tempo entre pulsos *mode-locked* (10 ns, tempo de ida e volta na cavidade).

6.6.1.

Resultados da polarização e apagamento de amostras de sílica Herasil. Anodos de contato

Para a medição do segundo harmônico, a amostra polarizada e apagada era posicionada em um ângulo de 45° com respeito ao feixe incidente (figura 35). A tabela 3 mostra os valores da potência óptica média do segundo harmônico gerado obtido para amostras de Herasil polarizadas por 10 min com anodo de contato de 8,4 mm. A temperatura de polarização foi de 280°C e a tensão aplicada foi de 2,7 kV. Os tempos de apagamento foram de 60, 180 e 5400 segundos.

Tabela 3 - Resumo da potência óptica média do segundo harmônico gerado, obtida para amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV, com anodo de contato de 8,4 mm e apagadas durante intervalos de tempo de 60, 180 e 5400 segundos. Para realizar a medição da potência do segundo harmônico gerado, as amostras foram inclinadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (ver figura 35).

Amostra	t_{apag}	$P_{\text{ot}2\omega}$	$P_{\text{ot}\omega}$	η	pontos analisados	w
Rótulo	(s)	(nW)	(mW)	(m^2/W)	#	(μm)
60	$60,0 \pm 0,2$	1,1	845	$1,56 \times 10^{-21}$	1	$5,87 \pm 0,17$
56	$180,0 \pm 0,2$	0,7	740	$1,29 \times 10^{-21}$	1	$1,95 \pm 0,44$
57	$180,0 \pm 0,2$	1,1	800	$1,74 \times 10^{-21}$	1	$3,03 \pm 0,66$
64	$5400,0 \pm 0,4$	0,011	650	$2,63 \times 10^{-23}$	1	$0,79 \pm 0,21$

A figura 36 mostra o gráfico das curvas das taxas de ataque das amostras com tempos de apagamento de 60 s (amostra 60) e 180 s (amostras 56 e 57).

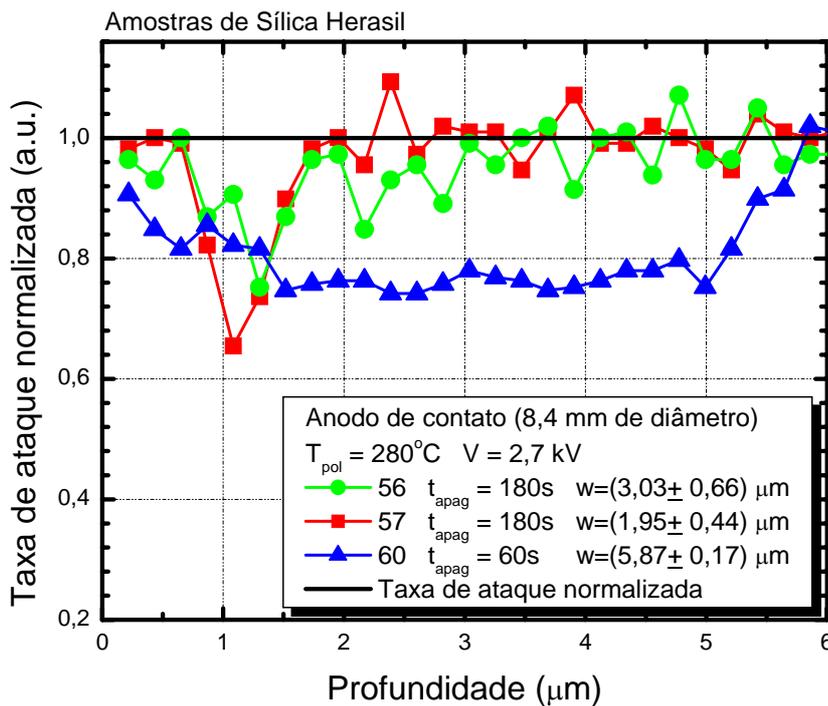


Figura 36 - Taxa de ataque de amostras de sílica Herasil polarizadas eletrotermicamente durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C e tensão de 2,7 kV. Os tempos de apagamento foram de 60 e 180 segundos. Foi utilizado anodo de contato de 8,4 mm de diâmetro.

O gráfico da figura 36 mostra que a taxa de ataque da amostra com tempo de apagamento de 60 s (amostra 60) permanece constante para profundidades de 1 μm a 5 μm , o que indica a presença de um campo elétrico constante nesta região. No caso das amostras (amostra 56 e amostra 57) com tempo de apagamento de 180s é observada uma diminuição da espessura da camada de depleção em relação a amostra apagada por um tempo menor.

A figura 37 mostra a curva da taxa de ataque da amostra 64 com tempo de apagamento de 90 min (5400 s).

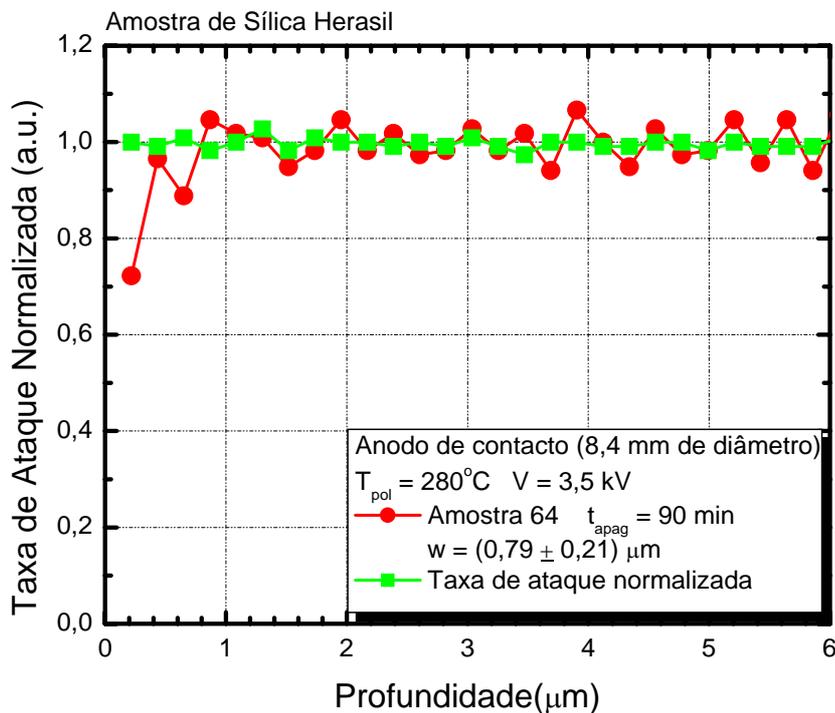


Figura 37 - Taxa de ataque de amostra de sílica Herasil polarizada eletrotermicamente durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C e tensão de 2,7 kV. O tempo de apagamento foi de 90 minutos (5400 s). Foi utilizado anodo de contato de 8,4 mm de diâmetro.

Na figura 37, referente à taxa de ataque da amostra 64, cujo tempo de apagamento é de 90 min, é interessante notar que, mesmo depois de 90 min de apagamento, a amostra ainda apresenta uma taxa de ataque menor que a referência para profundidades menores que 0,5 μm , que pode estar relacionado com alguma mudança na superfície da amostra (Capítulo 5).

Portanto, o apagamento com calor da não-linearidade induzida por polarização térmica em amostras de sílica Herasil utilizando eletrodos de contato foi observado através diminuição da espessura da camada de depleção.

De forma a compreender a influência do material utilizado como anodo durante a polarização térmica, descreve-se a seguir experimentos de apagamento utilizando-se eletrodos evaporados de alumínio e ouro.

6.6.2.

Resultados da polarização e apagamento de amostras de Sílica Herasil e Infrasil. Anodo de alumínio depositado de 50 nm e de 100 nm de espessura.

Nesta parte do trabalho foram polarizadas e apagadas amostras de sílica Herasil e Infrasil utilizando anodo de alumínio depositado de 50 nm e 100 nm de espessura.

6.6.2.1.

Anodo de alumínio de 50 nm de espessura. Amostras de sílica Herasil.

Para a detecção do segundo harmônico gerado, a amostra era posicionada em um ângulo de 45° com respeito ao feixe incidente na amostra de sílica Herasil (figura 35). A tabela 4 mostra o valor da potência óptica média do segundo harmônico gerado para amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 min com anodo depositado de alumínio de 50 nm de espessura. A temperatura de polarização foi de 280°C e a tensão aplicada foi de 2,7 kV. Os tempos de apagamento foram de 30, 60 e 180 segundos. Por cada amostra foram analisados dois pontos localizados dentro da região não-linear, exceto na amostra com tempo de apagamento de 180 s (amostra 74), na qual um dos dois pontos não teve boa resolução.

Tabela 4 - Resumo da potência óptica média do SHG para amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 minutos com anodo de alumínio (Al) de 20 mm de diâmetro (espessura do filme 50 nm) e apagadas durante os intervalos de tempo de 30, 60, 90 e 180 segundos. As amostras foram posicionadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (ver figura 35).

Amostra	t_{apag}	$P_{\text{ot}2\omega}$	$P_{\text{ot}\omega}$	η	pontos analisados	w
Rótulo	(s)	(nW)	(mW)	(m ² /W)	#	(μm)
71	$30,0 \pm 0,2$	0,05	575	$1,53 \times 10^{-22}$	2	$3,7 \pm 0,3$ $2,5 \pm 0,4$
73	$60,0 \pm 0,2$	0,05	600	$1,40 \times 10^{-22}$	2	$3,5 \pm 0,8$ $2,6 \pm 0,4$
74	$180,1 \pm 0,1$	0,0126	600	$3,54 \times 10^{-23}$	1	$0,6 \pm 0,3$

A figura 38 resume as curvas das taxas de ataque das amostras com tempos de apagamento de: 30 s (amostra 71), 60 s (amostra 73), e 180 s (amostras 74).

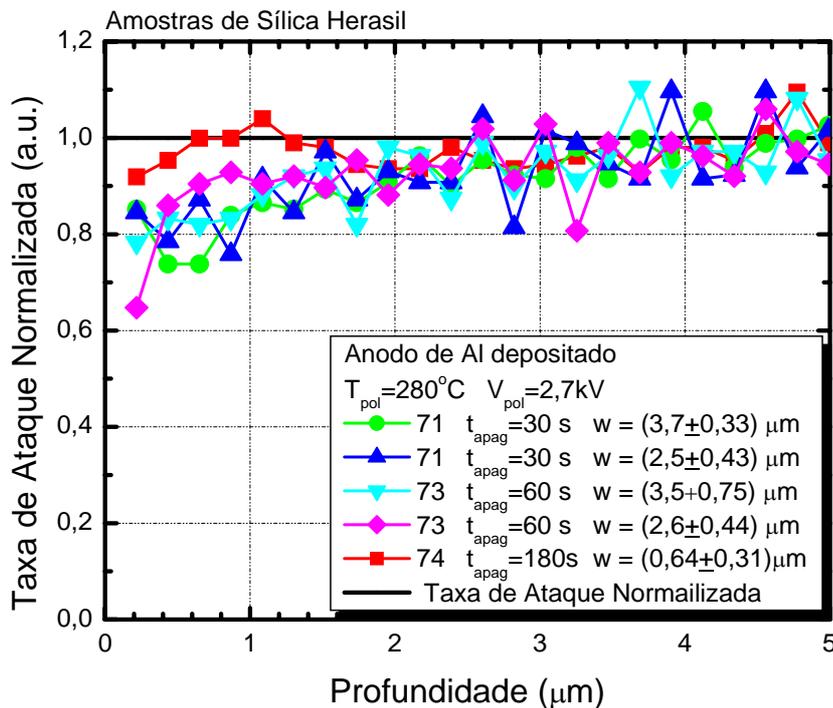


Figura 38 - Taxa de ataque de amostras de sílica Herasil polarizadas eletrotermicamente durante 10 minutos e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60 e 180 segundos. Foram utilizados anodos de alumínio depositados sobre um lado de cada amostra. O filme de Al tinha um diâmetro de 20 mm e uma espessura de 50 nm.

A espessura da camada de depleção foi inferida das curvas da taxa de ataque obtidas para dois sinais provenientes de dois pontos de uma mesma região não-linear da amostra. Para o tempo de apagamento de 30 s, a diferença no valor da espessura da camada de depleção inferida dos dois sinais foi de 1,2 μm . Para o tempo de apagamento de 60 s, a diferença foi de 0,9 μm . Para o tempo de 180 s, só foi possível obter um ponto, já que não houve uma boa resolução para o outro sinal. A média (considerando os dois pontos) da espessura de camada de depleção para o tempo de 30 s foi de $(3,1 \pm 0,4) \mu\text{m}$, para o tempo de 60 s foi de $(3,1 \pm 0,6) \mu\text{m}$. Para 180 s de pagamento, a espessura da camada de depleção medida foi $(0,6 \pm 0,3) \mu\text{m}$.

Pode-se observar que não houve uma grande diferença no valor da espessura da camada de depleção para os tempos de apagamento de 30s e 60s. No entanto, para o tempo de apagamento de 180s a espessura da camada de depleção foi reduzida ~ 17% do valor obtido para o tempo de apagamento de 30s.

6.6.2.2.

Anodo de alumínio de 100 nm de espessura. Amostras de Sílica Herasil

Outro conjunto de amostras Herasil foi submetido à polarização e apagamento utilizando-se anodos depositados de alumínio de espessura igual a 100 nm. Para o ataque químico, foram localizados dois pontos na região polarizada das amostras. Foi investigada a reprodutibilidade da experiência apagando duas amostras por cada tempo de apagamento. No entanto, o ataque químico de uma das duas amostras com tempo de apagamento de 90 s (M08) e uma das duas amostras com tempo de apagamento de 120 s (M09) não foi realizado com sucesso, devido a dificuldades na detecção dos sinais provenientes dos dois pontos iluminados nestas amostras. Para os casos em que os dois sinais provenientes de dois pontos da região não-linear de uma amostra tiveram resolução interferométrica, foi possível fazer a comparação dos resultados relacionados com esses pontos. Após a análise da evolução da taxa de ataque (figuras 38, 39 e 40), o valor da espessura da camada de depleção pôde ser inferida (tabela 5).

Os parâmetros de polarização foram: temperatura de polarização de 280°C, tensão aplicada de 2,7 kV, e tempo de polarização de 10 minutos.

A tabela 5 mostra o valor da potência óptica média do segundo harmônico gerado, para 10 amostras com tempos de apagamento de 30, 60, 90, 120 e 180 segundos.

Tabela 5 - Resumo da potência óptica média do segundo harmônico gerado e da espessura da camada de depleção obtida para amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C, com anodos de alumínio depositado (Al) de 20 mm de diâmetro (espessura do filme 100 nm) e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60, 90, 120 e 180 segundos. Para realizar a medição da potência, as amostras foram inclinadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (figura 35).

Amostra	t_{apag}	$P_{\text{ot}2\omega}$	Ângulo	$P_{\text{ot}\omega}$	η	Pontos analisados	w
Rótulo	(s)	(nW)	(°)	(mW)	(m^2/W)	#	(μm)
M04	30± 20	0,23	30	620	$6,05 \times 10^{-22}$	2	2,12± 0,67
M05	30± 15	0,04	45	560	$1,29 \times 10^{-22}$	2	2,83± 0,76 2,19± 0,88
M06	60± 12	0,37	30	620	$9,73 \times 10^{-22}$	1	2,46± 0,76
M07	60± 13	0,041	45	545	$1,40 \times 10^{-22}$	2	1,48± 1,14 1,11± 0,88
M08	90± 7	0,13	45	650	$3,11 \times 10^{-22}$	2	1,86± 0,31 2,18± 0,93
M09	120± 15	0,09	45	730	$1,71 \times 10^{-22}$	2	1,2± 0,1
M10	180± 23	0,025	30	760	$4,38 \times 10^{-23}$	2	0,96± 0,23 0,87± 0,23
M11	180± 9	0,007	45	560	$2,26 \times 10^{-23}$	2	1,5± 0,7 0,99± 0,46
MA	Não apagada	3,0	45	650	—	2	9,0

Conforme mostrado na tabela 5, o SHG foi observado com a amostra inclinada de um ângulo de 30° com respeito à direção do feixe incidente (1064 nm) em algumas experiências e de 45° em outras. Este ajuste no ângulo de

inclinação se deu devido à baixa intensidade detectada do sinal para um ângulo ou outro, dependendo da amostra. É importante ressaltar que para comparação de geração de sinal de segundo harmônico deve-se utilizar dados medidos para os mesmos ângulos de incidência de feixe de laser de prova.

O gráfico da figura 39 e o gráfico da figura 40 mostram a taxa de ataque versus a profundidade (espessura atacada da amostra) das amostras com tempos de apagamento de 30 s (M05) e de 180 s (M10).

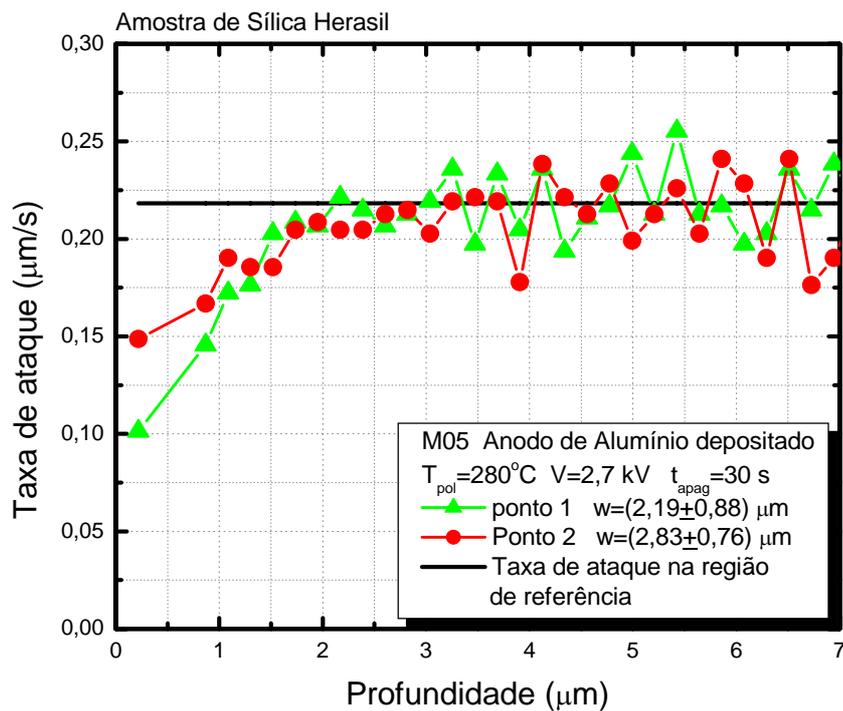


Figura 39 - Evolução da taxa de ataque da amostra Herasil (M05) polarizada durante 10 min e apagada durante 30 s (anodo de alumínio depositado de espessura igual a 100 nm). O valor médio da espessura da camada de depleção inferido da evolução da taxa de ataque foi de $(2,51 \pm 0,82) \mu\text{m}$. A informação foi obtida de dois sinais provenientes da região não-linear da amostra.

A evolução das taxas de ataque obtidas de dois pontos localizados na região não-linear da amostra M05 (tempo de apagamento de 30 s) têm um comportamento similar para ambos os pontos, e permite inferir dois valores muito próximos da espessura da camada de depleção: $2,19 \mu\text{m}$ e $2,83 \mu\text{m}$. A diferença nos valores achados é de $0,64 \mu\text{m}$, o que indica que não houve muita dispersão na informação proveniente dos dois pontos desta amostra. As duas taxas de ataque

mostram um comportamento parecido na região de depleção. Inicialmente, os valores das taxas de ataque são menores que $0,22 \mu\text{m}/\text{min}$, e crescem de forma rápida até atingir o valor de referência. Esta mudança abrupta indica um decrescimento da região de depleção.

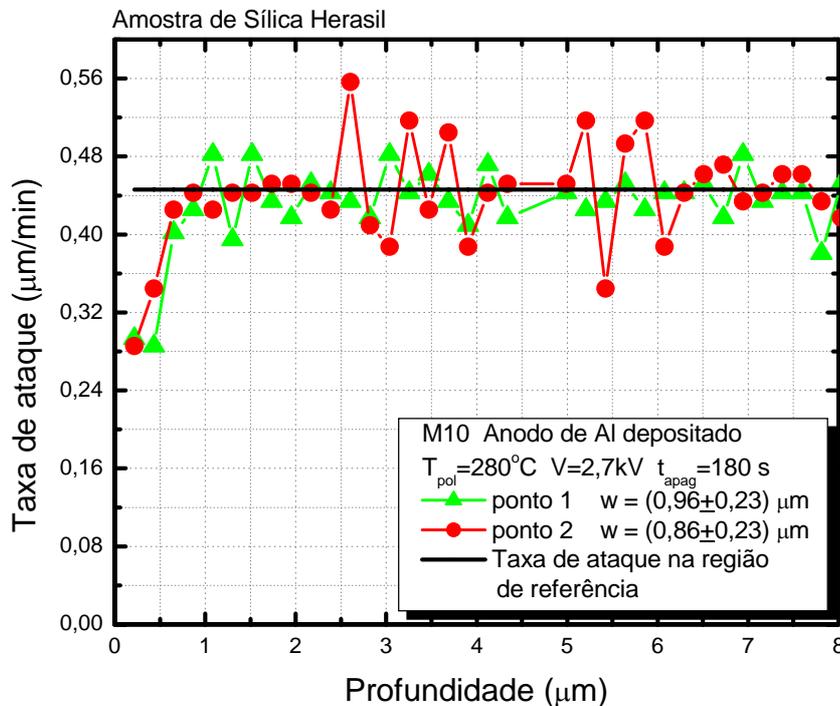


Figura 40 - Evolução da taxa de ataque da amostra Herasil (M10) polarizada durante 10 min e apagada durante 180 s (anodo de alumínio depositado de espessura igual a 100 nm). O valor médio da espessura da camada de depleção inferido da evolução da taxa de ataque foi de $(0,91 \pm 0,23) \mu\text{m}$. A informação foi obtida de dois sinais provenientes da região não-linear da amostra.

A evolução das taxas de ataque obtidas de dois pontos localizados na região polarizada da amostra com tempo de apagamento de 180 s (M10) têm um comportamento similar para ambos pontos, e permite inferir dois valores muito próximos da espessura da camada de depleção: $0,96 \mu\text{m}$ e $0,86 \mu\text{m}$. A diferença nos valores achados é de $0,10 \mu\text{m}$. A diferença pequena indica pouca dispersão entre ambas as informações. As duas taxas de ataque mostram um comportamento semelhante na região polarizada. Inicialmente, a taxa de ataque é menor que $0,44 \mu\text{m}/\text{min}$ e cresce de forma rápida até atingir o valor de referência. Esta mudança rápida mostra um decrescimento da região de depleção.

Os valores das taxas de ataque de referência apresentadas nos gráficos das figuras 39 (tempo de apagamento de 30 s) e 40 (tempo de apagamento de 180 s) são de $0,22 \mu\text{m}/\text{min}$ e de $0,44 \mu\text{m}/\text{min}$ respectivamente. A diferença nestas taxas de ataque de referência é devida ao fato de que na experiência com a amostra M05 a concentração na solução aquosa do HF usado no ataque químico era de 20%, e na da amostra M10 era de 40%.

A diferença entre os valores médios das camadas de depleção para as duas amostras é de $1,6 \mu\text{m}$, sendo maior o valor da espessura da camada de depleção para amostra com menor tempo de apagamento (M05). Este resultado é compatível com os resultados obtidos utilizando eletrodos de contato e alumínio de 50 nm durante a polarização térmica das amostras vítreas.

O gráfico da figura 41 mostra que a evolução da taxa de ataque de duas amostras cujo tempo de apagamento foi de 30 s (amostras M04 e M05) têm um comportamento semelhante

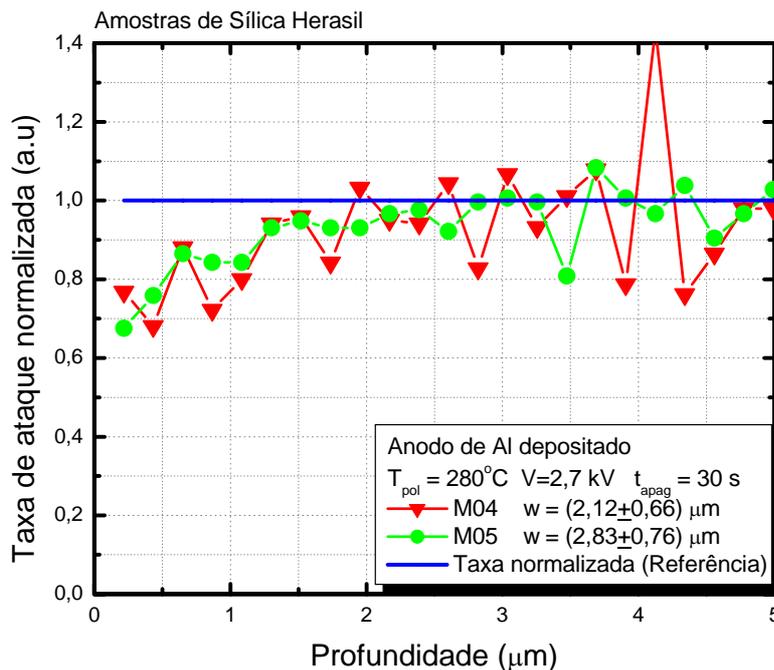


Figura 41 - Taxa de ataque das amostras Herasil M04 e M05 polarizadas durante 10 min e apagadas durante 30 s (anodo de alumínio depositado (100 nm)). Os valores das espessuras das camadas de depleção inferidas da evolução das taxas de ataque de cada amostra foram de $(2,12 \pm 0,66) \mu\text{m}$ para M04 e de $(2,83 \pm 0,76) \mu\text{m}$ para M05. A informação foi obtida de um sinal proveniente da região polarizada de cada amostra.

O valor da espessura da camada de depleção é maior que 2 μm para as amostras M04 e M05 (tempo de apagamento 30 s). A potência média do segundo harmônico gerado foi de 0,23 nW para a amostra M04 sendo irradiada com 620 mW (1064 nm) e de 0,04 nW para a amostra M05 sendo irradiada com 560 mW (1064 nm). A diferença no valor da espessura da camada de depleção para estas amostras foi de 0,71 μm , apesar de terem sido polarizadas e apagadas sob as mesmas condições: temperatura de 280°C, tensão de 2,7 kV e tempo de polarização de 10 min, utilizando anodo de alumínio depositado (100 nm). Considerando os possíveis erros devidos ao alinhamento da montagem da experiência, utiliza-se a média das espessuras encontradas para a amostra M05 ($2,51 \pm 0,82$) μm . Neste caso, a diferença entre as espessuras da camada depleção de M04 e M05 é de 0,39 μm . Este valor seria mais confiável quando envolve mais informação de uma das amostras (M05). A média para a amostra M04 não foi calculada porque um dos dois sinais provenientes desta amostra não teve a resolução necessária.

O gráfico da figura 42 mostra que o comportamento das taxas de ataque das amostras com tempo de apagamento de 60 s (amostras M06 e M07) é parecido, indicando uma boa reprodutibilidade do experimento.

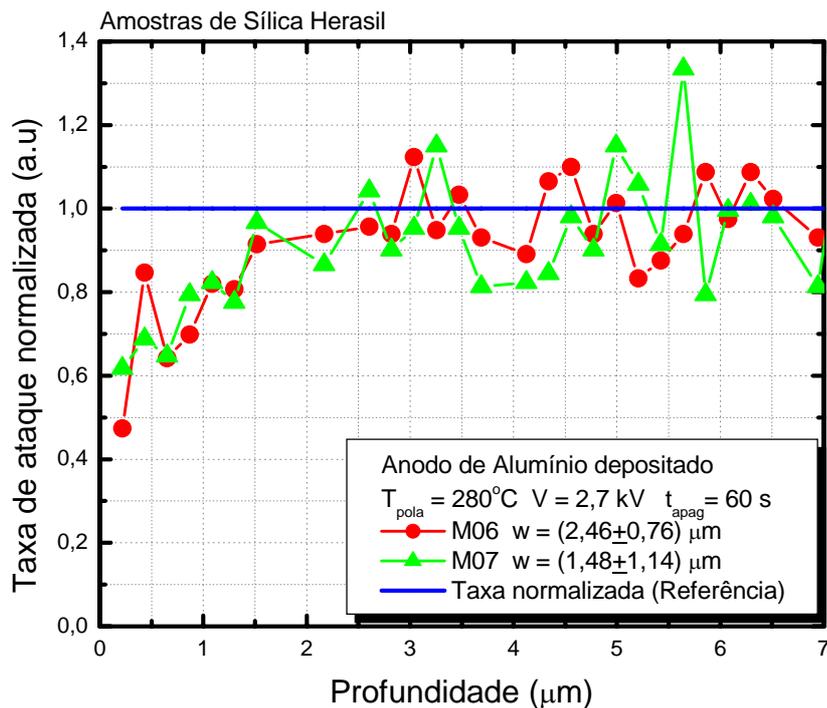


Figura 42 - Taxa de ataque das amostras Herasil M06 e M07 polarizadas durante 10 min e apagadas durante 60 s (anodo de alumínio depositado (100 nm)). Os valores das espessuras das camadas de depleção inferidos da evolução das taxas de ataque de cada amostra foram de $(2,46 \pm 0,76) \mu\text{m}$ para M06 e de $(1,48 \pm 1,14) \mu\text{m}$ para M07. A informação foi obtida de um sinal proveniente da região polarizada de cada amostra.

A potência média do segundo harmônico gerado foi de $0,37 \text{ nW}$ para a amostra M06 sendo irradiada com 620 mW (1064 nm) e de $0,041 \text{ nW}$ para a amostra M07 sendo irradiada com 545 mW (1064 nm). A diferença no valor da espessura da camada de depleção para estas amostras foi de $0,98 \mu\text{m}$, apesar de terem sido polarizadas e apagadas sob as mesmas condições: temperatura de 280°C , tensão de $2,7 \text{ kV}$ e tempo de 10 min, utilizando anodo de alumínio depositado (100 nm). Utilizando a média da espessura da camada de depleção da amostra M07 ($1,30 \pm 1,01) \mu\text{m}$ e o valor da espessura da camada de depleção da amostra M06 ($1,48 \pm 1,14) \mu\text{m}$, calcula-se a diferença entre as espessuras das respectivas camadas de depleção, $1,16 \mu\text{m}$. A média da espessura da camada de depleção para a amostra M06 não foi calculada porque um dos dois sinais provenientes desta amostra não teve resolução suficiente, o que pode ter sido uma causa da dispersão entre os valores das espessuras das camadas de depleção das

amostras M06 e M07. Analisando o gráfico da figura 42 referente à amostra M07, pode-se notar que a curva da taxa de ataque desta amostra é mais ruidosa quando comparada a da amostra M06.

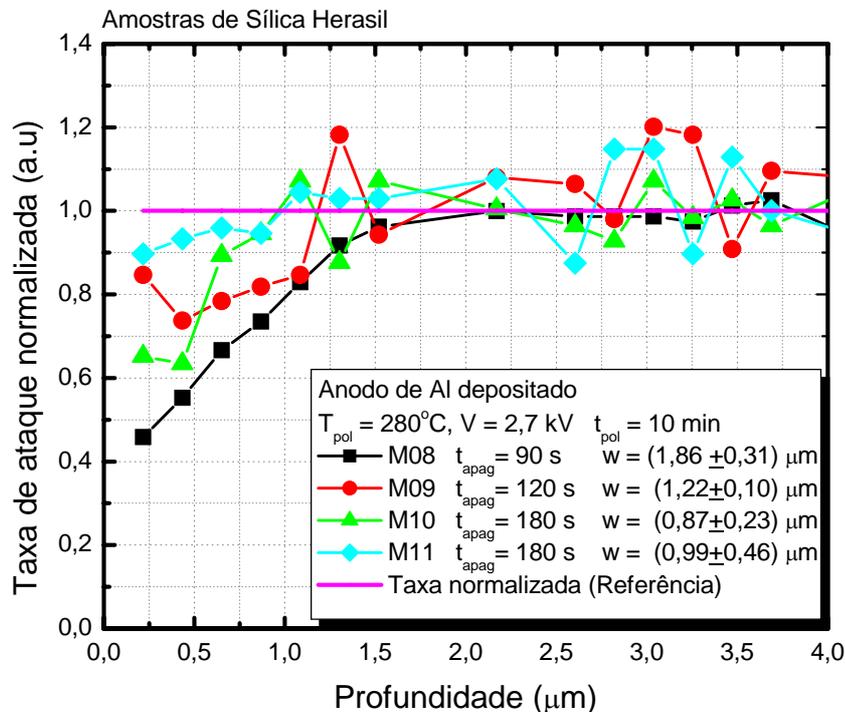


Figura 43 - Taxa de ataque das amostras Herasil com tempos de apagamento de 90 s (M08), de 120 s (M09) e de 180 s (M10 e M11), polarizadas durante 10 min (anodo de alumínio depositado (100 nm)). Os valores das espessuras das camadas de depleção inferidos da evolução das taxas de ataque de cada amostra foram de $(1,86 \pm 0,31) \mu\text{m}$ para M16, de $(1,22 \pm 0,10) \mu\text{m}$ para M14 e de $(0,99 \pm 0,046) \mu\text{m}$ para M12. A informação foi obtida de um sinal proveniente da região polarizada de cada amostra.

O gráfico da figura 43, mostra o decrescimento do valor da espessura da camada de depleção das amostras com tempos de apagamento de 90 s (M08), 120 s (M09) e de 180 s (M10 e M11), à medida que o tempo de apagamento aumenta.

As incertezas nos valores da espessura da camada de depleção são bastante grandes para todas as amostras tratadas nestas experiências de apagamento, porque, além das incertezas relacionadas com o alinhamento da montagem interferométrica, a resolução da taxa de ataque interferométrica no final da região de depleção decresce com o tempo.

Comparando os valores da espessura da camada de depleção inferida das taxas de ataque de amostras apagadas durante 30 s e 60 s (figuras 41 e 42) com as das taxas de ataque das amostras apagadas durante 90 s, 120 s e 180 s (figura 43), conclui-se que, ao aumentar o tempo de apagamento, a espessura da camada de depleção diminui (tabela 5).

O gráfico da figura 44 permite fazer uma comparação entre a taxa de ataque de uma amostra de sílica Herasil submetida à polarização durante 10 min e à apagamento durante 90 s (M16), e cuja potência média de SHG foi de 0,13 nW (tabela 5), com a taxa de ataque da amostra de referência (MA), que foi polarizada por 10 min, mas não foi apagada da mesma forma que as referências mencionadas até agora. A amostra MA foi polarizada durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C, no entanto, diferentemente das outras amostras de referência, a tensão de polarização foi desligada quando a amostra atingiu a temperatura ambiente. Ou seja, a amostra de referência não foi apagada. A potência do SHG da amostra MA foi de 3,0 nW (tabela 5).

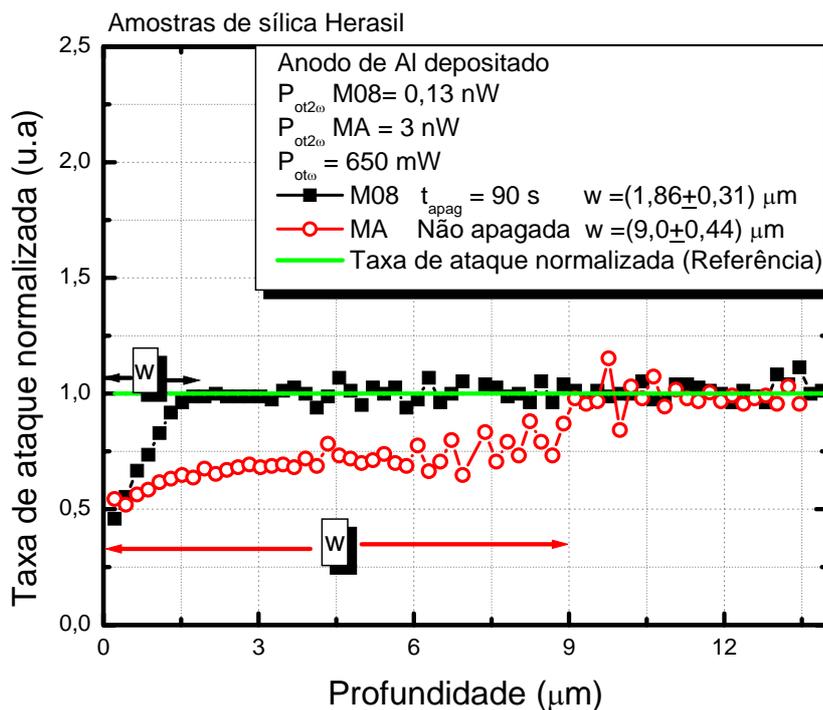


Figura 44 - Taxa de ataque da amostra Herasil com tempo de apagamento de 90 s (M08), e da amostra Herasil não apagada (amostra de referência MA), ambas polarizadas durante 10 min com anodo de alumínio depositado de 100 nm. Os valores das espessuras das camadas de depleção inferidos da evolução das taxas de ataque de cada amostra foram de $(1,86 \pm 0,31) \mu\text{m}$ para M08 e de $(9,0 \pm 0,44) \mu\text{m}$ para MA. A informação foi obtida de um sinal proveniente da região polarizada de cada amostra.

A taxa de ataque da amostra M08 varia desde a superfície até alcançar um valor constante na região de referência, onde não há camada de depleção. A curva da taxa de ataque aumenta rapidamente com a profundidade. No entanto, a curva da taxa de ataque da amostra de referência (MA) é quase constante na região polarizada como pode ser visto no gráfico 44. Quando a taxa de ataque da amostra MA atinge o valor de referência, a transição de uma região a outra é bastante definida, permitindo diferenciar as duas regiões facilmente.

No gráfico da figura 45, é observado que a espessura da camada de depleção das amostras apagadas decresce com o tempo de apagamento.

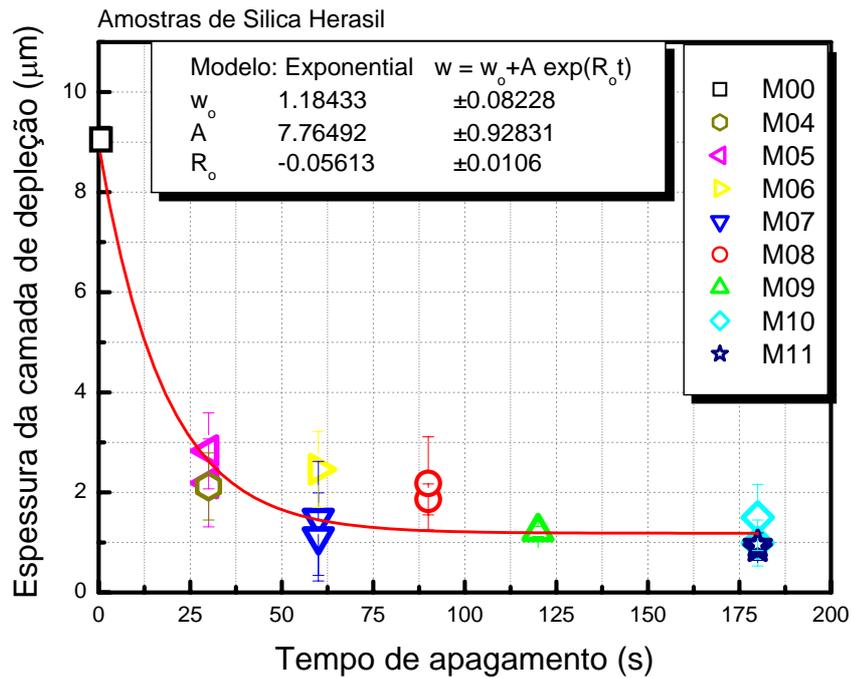


Figura 45 - Espessura da camada de depleção versus o tempo de apagamento de amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 min e apagadas durante intervalos de tempo de 30 s, 60 s, 90 s, 120 s e 180 s (anodo de alumínio depositado de 100 nm). São observados dois pontos para algumas amostras, devido ao uso dos dois sinais provenientes da amostra durante o ataque químico interferométrico. Temperatura de polarização 280°C.

A figura 46 mostra o gráfico da eficiência na conversão da potência normalizada com respeito à eficiência da amostra de referência em função do tempo de apagamento.

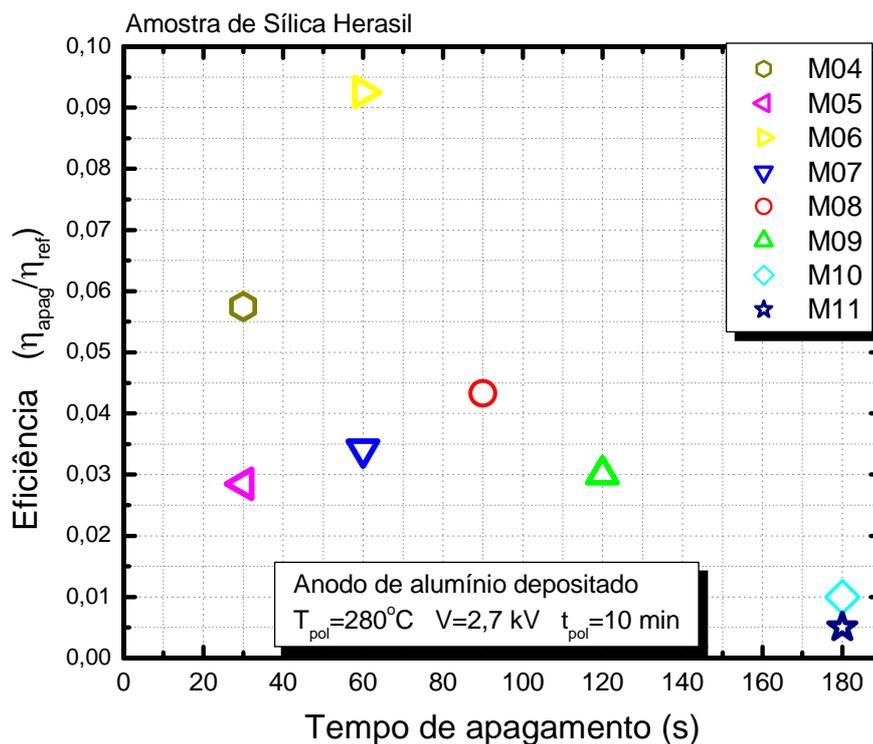


Figura 46 - Variação da eficiência na conversão da potência normalizada em função do tempo de apagamento de amostras Herasil polarizadas durante 10 min e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60, 90, 120, 180 segundos. Anodo de alumínio depositado (100 nm).

O gráfico da figura 46 mostra a variação da eficiência de geração de segundo harmônico em função do tempo de apagamento, onde são apresentados medidas de sinais de segundo harmônico realizadas para dois ângulos de incidência do feixe de prova (30° e 45°). É importante ressaltar que para comparação de geração de sinal de segundo harmônico deve-se utilizar dados medidos para os mesmos ângulos de incidência de feixe de laser de prova. Observa-se que para longos tempos de apagamento (180 s) a eficiência de geração de segundo harmônico decresce de $\sim 98\%$ do valor de sinal de segundo harmônico em uma amostra não apagada de referência.

O apagamento realizado com anodo depositado de alumínio apresentou resultados em acordo com o esperado, tanto para o filme de 50 nm de espessura como para o de 100 nm de espessura. Era esperado que a potência média do segundo harmônico gerado nas amostras apagadas diminuísse com o tempo de

apagamento, da mesma forma que a espessura da camada de depleção, o que é observado nas amostras apagadas com anodo de alumínio depositado. Os valores da espessura da camada de depleção inferidos em dois pontos da região polarizada da amostra, apresentam baixa dispersão quando as amostras são polarizadas com anodo de alumínio.

Pode-se concluir que, utilizando-se o eletrodo depositado de alumínio para se polarizar amostras de Herasil, a espessura da camada de depleção decresce com o tempo de apagamento, apresentando um decaimento mais rápido para os primeiros segundos de apagamento.

6.6.2.3.

Anodo de alumínio de 50 nm de espessura. Amostras de Sílica Infrasil

Esta parte do trabalho de apagamento (com anodo de alumínio e amostras de sílica Infrasil) foi feita em colaboração com o grupo do Prof. Yves Quiquempois da universidade de Lille na França. As amostras de sílica Infrasil foram polarizadas por 10 minutos, após os quais foram apagadas durante diferentes intervalos de tempo: 30 s, 60 s e 180 s. A temperatura de polarização foi de 280°C e a tensão aplicada foi de 2,7 kV. O anodo utilizado foi alumínio depositado. A espessura do filme depositado foi 50 nm. A tabela 6 resume os tempos de apagamento com as respectivas incertezas e o valor da espessura da camada não-linear obtida da reconstrução do perfil não-linear induzido nas amostras.

Tabela 6 - Resumo dos tempos de apagamento e das espessuras da camada não-linear de amostras de sílica Infrasil polarizadas com anodo de alumínio depositado (50 nm).

Amostra	t_{apag}	Espessura não-linear
Rótulo	(s)	(μm)
M01	30 ± 20	4,0
M02	60 ± 3	1,8
M03	180 ± 12	2,0

A espessura da camada não-linear foi inferida da análise da evolução do perfil do coeficiente não-linear e da evolução da taxa de ataque, obtidas utilizando a técnica de caracterização do segundo harmônico em tempo real (seção 3.3.6). Os gráficos das figuras 47 e 48 mostram a evolução do perfil do coeficiente não-linear, d , e a evolução da taxa de ataque respectivamente, para as amostras de sílica de Infrasil: M01 apagada durante 30 s, M02 apagada durante 60 s e M03 apagada durante 180 s.

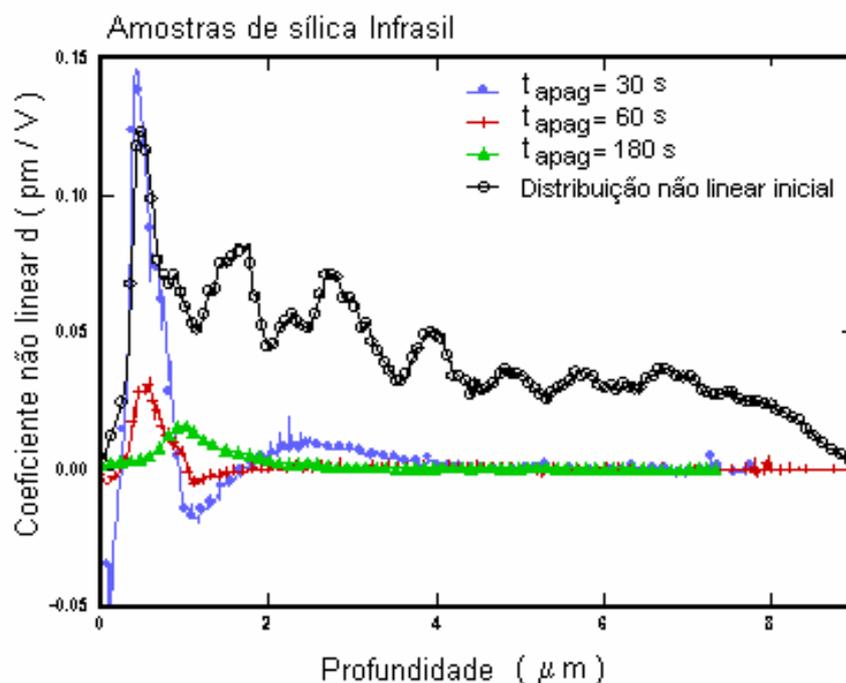


Figura 47 - Perfil não-linear, d , das amostras de sílica Infrasil com tempos de apagamento de 30 s (M01), 60 s (M02) e 180 s (M03) polarizadas durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV. Anodo de alumínio depositado (50 nm) - Universidade de Lille.

O perfil não-linear inferido das medições em tempo real do segundo harmônico gerado (SHG) durante o ataque químico se estende até uma espessura abaixo da superfície do anodo da amostra, na qual, após ter sido removida, a potência do SHG cai a zero. O valor desta espessura para cada uma das três amostras em questão é: 4,0 μm para amostra com 30 s de apagamento (M01), 1,8 μm para a amostra com 60 s de apagamento (M02), e de 2,0 μm para amostra com 180 s (M03).

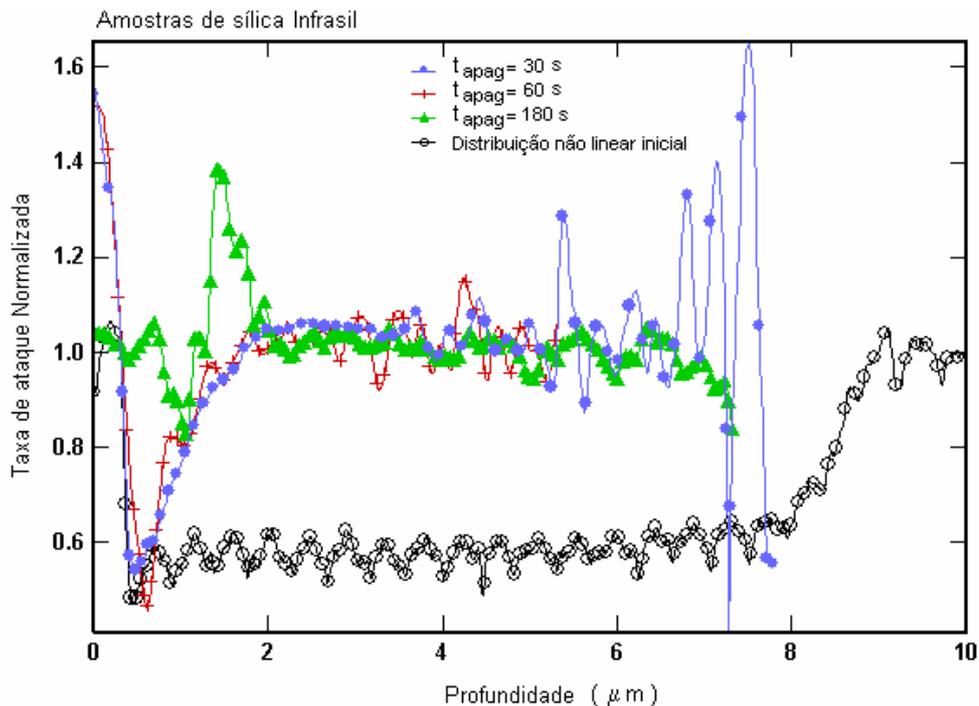


Figura 48 - Evolução da taxa de ataque normalizada. Amostras de sílica Infrasil com tempos de apagamento de 30 s (M01), 60 s (M02) e 180 s (M03) polarizadas durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV. Anodo de alumínio depositado (50 nm) - Universidade de Lille.

Analisando os gráficos da figura 47 verifica-se que a região não-linear formada durante a polarização decresce com o tratamento térmico. Para os experimentos considerados ocorreu uma variação da espessura da região não-linear de $\sim 8 \mu\text{m}$ para $2 \mu\text{m}$ após um tempo de apagamento de 180 s a 280 °C.

6.6.2.4.

Anodo de alumínio de 100 nm de espessura. Amostras de Sílica Infrasil e de Sílica Heraisil.

De forma a investigar o apagamento por calor da não-linearidade induzida em amostras de sílica dos tipos Heraisil e Infrasil utilizando anodo de alumínio evaporado de 100 nm de espessura, polarizou-se as amostras a 250 °C.

Amostras de sílica Infrasil de 1 mm de espessura e de sílica Heraisil de 2 mm de espessura foram polarizadas durante 10 min a uma temperatura de 250°C. Segundo Kudlinski et al. (2005), o tempo de polarização deveria ser menor que 10 minutos, para limitar o fenômeno de injeção de carga na amostra, e a temperatura

de polarização deveria ser de aproximadamente 250°C, para que diminuir a mobilidade das cargas positivas responsáveis pela criação da não-linearidade de segunda ordem, tornando o processo mais lento, o que forneceria mais informação em cada etapa. A tensão aplicada foi de 2,7 kV e as amostras foram apagadas, segundo o procedimento descrito na seção 6.3, durante vários tempos de apagamento. O anodo usado foi de alumínio evaporado diretamente sobre um lado da amostra (espessura do filme 100 nm). Após o esfriamento, as amostras foram mergulhadas em HCL (37%) durante 5 horas para retirar o alumínio, enxaguadas e secas.

As correntes de polarização e apagamento para as amostras de sílica Infrasil foram ruidosas, similares à mostrada na figura 49, que corresponde ao gráfico de corrente para uma amostra de sílica Infrasil apagada durante 60 s. Para as amostras de sílica Herasil, as curvas de corrente e apagamento foram suaves, similares à observada na figura 50, que corresponde ao gráfico de corrente para uma amostra de sílica Herasil apagada durante 180 s.

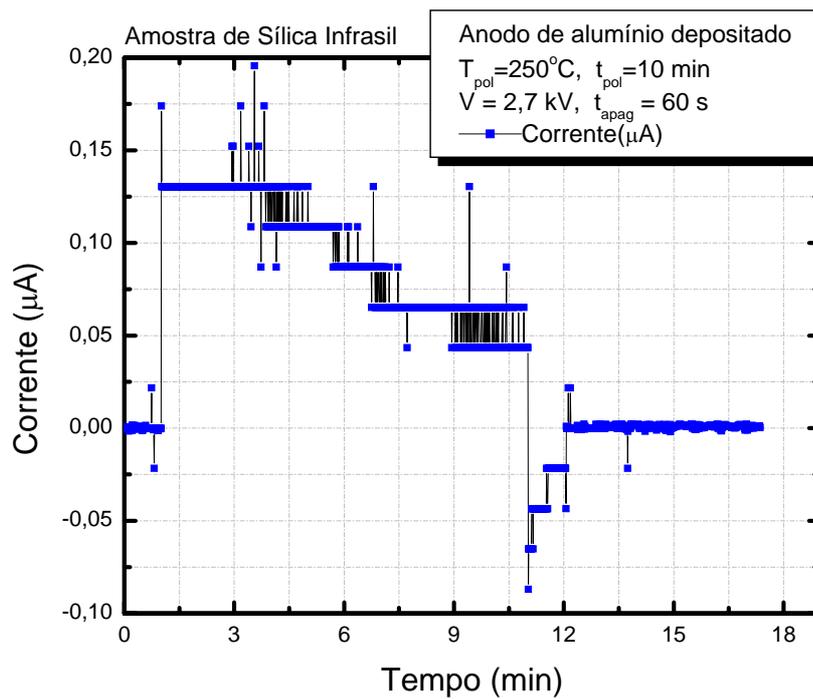


Figura 49 - Corrente de polarização e de apagamento versus tempo. Amostra de sílica Infrasil polarizada durante 10 min a uma temperatura de 250°C e tensão de 2,7 kV com anodo de alumínio (200 nm). Tempo de apagamento 60 s.

A carga integrada no circuito externo durante a polarização da amostra de sílica Infrasil, cuja curva de polarização é mostrada na figura 49, foi de $154 \times 10^{-4} \mu\text{C}$. A carga do circuito durante o apagamento foi de $5,72 \times 10^{-4} \mu\text{C}$, sendo este valor 3,7% do valor da carga no circuito externo. Este valor indica que as cargas que se movimentam não se originam de fora, mas da própria amostra.

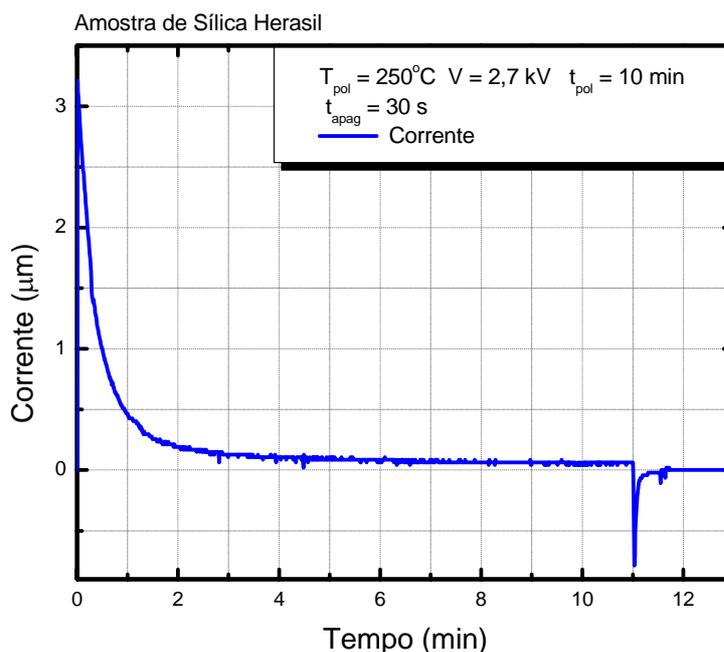


Figura 50 - Corrente de polarização e de apagamento versus tempo. Amostra de sílica Herasil polarizada durante 10 min a uma temperatura de $250^{\circ}C$ e tensão de 2,7 kV com anodo de alumínio (200 nm). Tempo de apagamento 180 s.

A carga integrada no circuito externo durante a polarização da amostra de sílica Herasil, cuja curva de polarização é mostrada na figura 50, foi de $2,2 \mu C$. A carga do circuito durante o apagamento foi de $0,06 \mu C$, sendo este último valor 1,81% do valor da carga no circuito externo. Este valor indica que as cargas que se movimentam não se originam de fora, mas da própria amostra.

A corrente de polarização máxima nas amostras de sílica Infrasil foi de aproximadamente $0,13 \mu A$. A corrente máxima de polarização para as amostras de sílica Herasil em $250^{\circ}C$ foi de $2 \mu A$ a $3 \mu A$ (de $1,5 \mu A$ a $2,5 \mu A$, para temperatura de polarização de $280^{\circ}C$).

A potência média do feixe incidente (1064 nm) usado para irradiar as amostras de Herasil foi de aproximadamente 500 mW. Para as amostras de Infrasil, foi de 350 mW, evitando-se potências maiores de forma a não danificar estas amostras. O diâmetro do feixe focalizado foi de 0,8 mm (valor nominal) e a duração do pulso do laser usado foi 100 ps.

O SHG foi medido nas amostras de sílica Infrasil inclinando-se a amostra um ângulo de 30° (figura 35), com respeito à direção do feixe incidente (1064

nm). Para um ângulo igual a 45° , foi difícil fazer a medição porque a amostra queimava neste ângulo. Para as amostras de sílica Herasil foram usados ambos ângulos 30° e 45° .

Os gráficos das figuras 51 e 52 mostram os resultados das medições da potência média do segundo harmônico para as amostras de sílica Infrasil e de sílica Herasil respectivamente. Pode-se ver, em ambos casos, que a potência diminui quando o tempo de apagamento cresce.

A potência do SHG é a mesma para ambas amostras de referência (Infrasil): 2,5 nW (L_0 e LL_0).

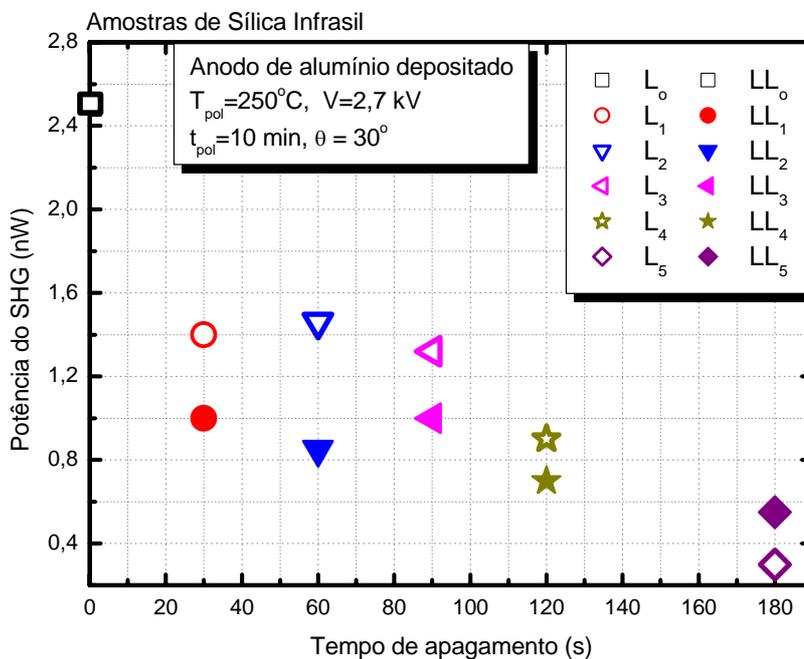


Figura 51 - Potência média do segundo harmônico gerado. Amostras de sílica Infrasil polarizadas a uma temperatura de 250°C e tensão aplicada de 2,7 kV durante 10 min. Com anodo de alumínio depositado (100 nm de espessura). Os tempos de apagamento foram de 0 s (L_0 e LL_0), 30 s (L_1 e LL_1), 60 s (L_2 e LL_2), 90 s (L_3 e LL_3), 120 s (L_4 e LL_4), 180 s (L_5 e LL_5). As amostras foram irradiadas com um feixe infravermelho (1064 nm) de potência média 350 mW.

Para realizar a medição da potência média do segundo harmônico gerado, as amostras foram inclinadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (figura 35).

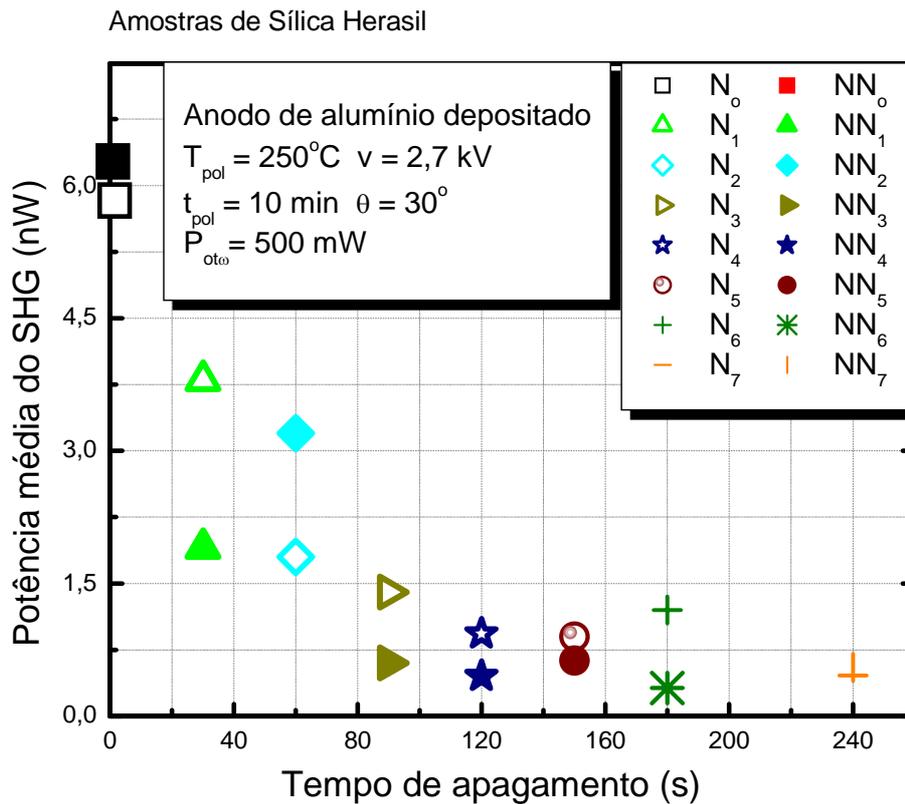


Figura 52 - Potência média do segundo harmônico gerado. Amostras de sílica Herasil polarizadas a uma temperatura de 250°C e tensão aplicada de $2,7 \text{ kV}$ durante 10 min . Com anodo de alumínio depositado (100 nm de espessura). Os tempos de apagamento foram de $0, 30, 60, 90, 120, 150, 180$ e 240 s . As amostras foram irradiadas com um feixe infravermelho (1064 nm) de potência média 500 mW . Dados na Tabela 7.

A tabela 7 resume os resultados da medição da potência média do segundo harmônico gerado para amostras de sílica Herasil posicionadas nos ângulos de 30° e de 45° com respeito a o feixe que incide sobre a amostra (figura 35).

Tabela 7 - Resumo da potência média obtida para amostras de sílica Herasil polarizadas a uma temperatura de 250°C, tensão aplicada de 2,7 kV durante 10 min e apagadas durante 0, 30, 60, 90, 120, 150, 180, 240 s. O anodo utilizado foi de alumínio depositado (100 nm de espessura). As amostras foram posicionadas nos ângulos de 30° e de 45° com respeito ao feixe em direção às amostras. A potência do feixe incidente foi de 500 mW.

Amostra	t_{apag}	P_{ot2ω}		θ	
Rótulo	(s)	(nW)		(°)	
N₀	0	6,00	5,80	45	30
NN₀		6,50	6,30		
N₁	30	3,60	3,80	45	30
NN₁		2,40	1,90		
N₂	60	1,60	1,80	45	30
NN₂		2,60	3,20		
N₃	90	1,20	1,40	45	30
NN₃		0,50	0,60		
N₄	120	0,90	0,93	45	30
NN₄		0,40	0,45		
N₅	150	0,90	0,90	45	30
NN₅		0,50	0,63		
N₆	180	1,0	1,20	45	30
NN₆		0,150	0,32		
N₇	240	0,38	0,46	45	30
NN₇		0,34	0,55		

Analisando os gráficos das figuras 51 e 52 observa-se que a potência média do sinal do segundo harmônico gerado nas amostras polarizadas decaem após o tratamento térmico mais rapidamente nas amostras de sílica Herasil do que nas amostras de sílica Infrasil.

6.6.3.

Resultados da polarização e apagamento de amostras de Sílica Herasil e de Sílica Infrasil. Anodo de ouro depositado de 50 nm e de 100 nm de espessura.

Nesta parte do trabalho, foram polarizadas e apagadas amostras de sílica Herasil e Infrasil utilizando anodo de ouro depositado de 50 nm e de 100 nm de espessura.

6.6.3.1.

Anodo de ouro de 50 nm de espessura. Amostras de Sílica Herasil

Amostras de sílica Herasil foram polarizadas durante 10 min com anodo depositado de ouro de 50 nm de espessura. A temperatura de polarização foi de 280°C e a tensão aplicada foi de 2,7 kV. Os tempos de apagamento foram de 30 s, 60 s e 180 s. Para a detecção do segundo harmônico gerado, a amostra era posicionada em um ângulo de 45° com respeito ao feixe incidente na amostra de sílica Herasil (figura 35). A tabela 8 mostra o valor da potência óptica média do segundo harmônico gerado para estas amostras.

Tabela 8 - Resumo das potências ópticas médias obtidas para amostras de sílica Herasil polarizadas durante 10 minutos com anodos de ouro (Au) depositados, de 20 mm de diâmetro (espessura do filme 50 nm) e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60 e 180 segundos. Para realizar a medição da potência média do segundo harmônico as amostras foram posicionadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (ver figura 35).

Amostra	t_{apag}	$P_{\text{ot}2\omega}$	P_{oto}	η	pontos analisados	w
Rótulo	(s)	(nW)	(mW)	(m^2/W)	#	(μm)
67	$30,0 \pm 0,1$	0,030	595	$8,5 \times 10^{-23}$	2	$3,3 \pm 0,3$ $2,26 \pm 0,66$
68	$60,0 \pm 0,2$	0,056	595	$1,59 \times 10^{-22}$	2	$3,43 \pm 0,55$ $3,69 \pm 0,43$
69	$180,0 \pm 0,3$	0,050	595	$1,42 \times 10^{-22}$	2	$5,86 \pm 1,03$ $2,47 \pm 0,54$

O gráfico da figura 53 mostra as taxas de ataque de amostras de sílica Herasil, polarizadas a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV durante 10 min e apagadas durante intervalos de tempo de 30 s, 60 s e 180 s, utilizado anodos de ouro (Au) depositado de 50 nm de espessura.

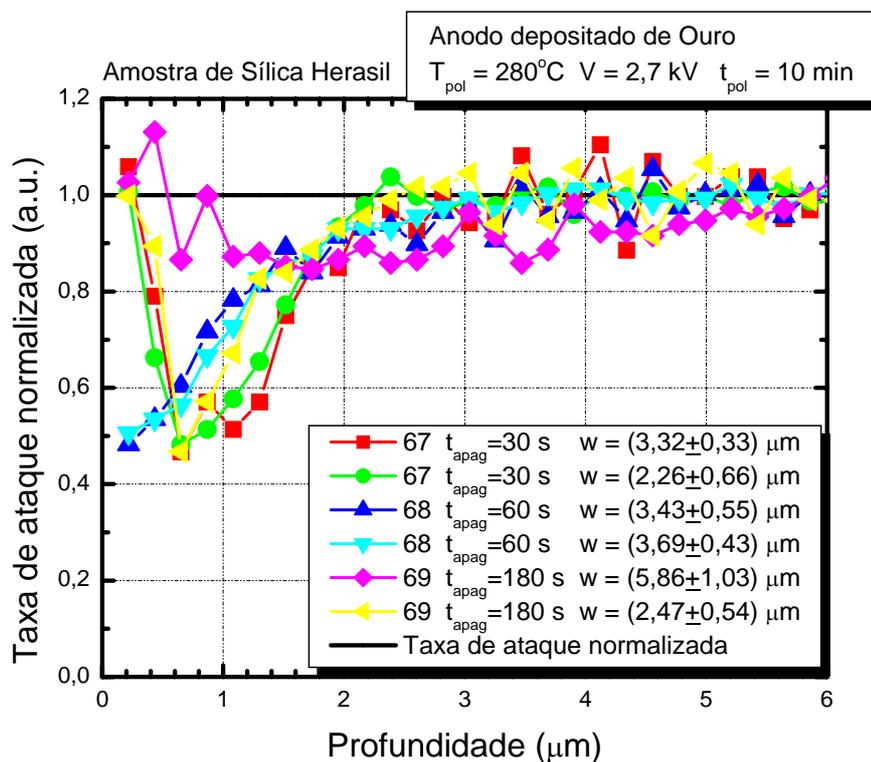


Figura 53 - Evolução da taxa de ataque de amostras de sílica Herasil polarizadas eletrotermicamente durante 10 minutos e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60 e 180 segundos. É mostrado o comportamento da taxa de ataque para os dois sinais de cada amostra. Foram utilizados anodos de ouro depositados sobre um lado de cada amostra. O filme depositado tinha um diâmetro de 20 mm e uma espessura de 50 nm.

O gráfico da figura 53 mostra que a variação do valor das espessuras das camadas de depleção (tabela 8) das amostras de sílica Herasil 67, 68 e 69 atacadas, inferido da evolução das taxas de ataque, não apresentou uma variação significativa entre os tempos de apagamento considerados.

6.6.3.2.

Anodo de ouro de 100 nm de espessura. Amostras de Sílica Infrasil

Esta parte do trabalho de apagamento também foi feita em colaboração com o grupo do Prof. Yves Quiquempois da universidade de Lille na França. As amostras de sílica Infrasil foram polarizadas por 10 minutos e apagadas durante diferentes intervalos de tempo: 0, 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. A potência média do segundo harmônico gerado foi medida no laboratório de Optoeletrônica da PUC- Rio (tabela 9).

Depois do procedimento de polarização, de apagamento e de caracterização através da técnica de segundo harmônico gerado, as amostras de Infrasil foram caracterizadas na universidade de Lille. Foram medidos o perfil do coeficiente não-linear e a espessura da camada de depleção, utilizando a técnica de caracterização do segundo harmônico em tempo real (seção 3.3.6). Esta técnica é baseada na medição simultânea do segundo harmônico gerado durante o ataque interferométrico à amostra polarizada, para cálculo da distribuição espacial de $\chi^{(2)}$ e a espessura não-linear.

As amostras de sílica Infrasil foram polarizadas utilizando anodos de ouro evaporados diretamente sobre as amostras (espessura do filme 100 nm). As condições de polarização foram: temperatura de 280°C, tensão aplicada de 2,7 kV e tempo de polarização de 10 min. Após 10 min de polarização, as amostras foram submetidas à alta temperatura durante tempos de apagamento de 0, 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. O processo de apagamento e limpeza das amostras foi igual ao descrito na seção 6.4.

A potência média do SHG foi medida em ambos laboratórios (PUC-Rio e Universidade de Lille). A potência média do segundo harmônico gerado para cada amostra foi medida de acordo com o procedimento descrito na seção 6.5. Para a medição da potência média do segundo harmônico gerado, as amostras foram posicionadas em um ângulo de 45°. A potência média do feixe fundamental (1064 nm) do laser Nd:YAG (Q-switched e mode-locked) foi de 640 mW.

Tabela 9 - Resumo da potência óptica média do segundo harmônico gerado e da espessura da camada de depleção obtida para amostras de sílica Infrasil polarizadas durante 10 minutos com anodos de ouro depositado (Au) de 20 mm de diâmetro (espessura do filme 100 nm) e apagadas durante intervalos de tempo de 0, 30, 60, 90, 120, 150 e 180 segundos. Para a realizar a medição da potência as amostras foram inclinadas em um ângulo de 45° com respeito à direção do feixe incidente na amostra (ver figura 35). A potência média do feixe fundamental (1064 nm) foi de 640 mW para todas as amostras nesta experiência.

Amostra	t_{apag}	P_{oto}	η	Espessura não-linear
Rótulo	(s)	(nW)	(m^2 / V)	(μm)
S00	$0,0 \pm 13,2$	0,56	$7,25 \times 10^{-28}$	9,5
S01	30 ± 12	0,27	$3,49 \times 10^{-28}$	5,5
S02	$60,0 \pm 8,4$	0,39	$5,05 \times 10^{-28}$	4,1
S03	$90,0 \pm 10,8$	0,051	$6,60 \times 10^{-29}$	6,6
S04	120 ± 7	0,062	$8,02 \times 10^{-29}$	6,6
S05	$150,0 \pm 7,8$	0,20	$2,59 \times 10^{-28}$	6,0
S06	180 ± 6	0,042	$5,43 \times 10^{-29}$	5,3

A eficiência na conversão da potência normalizada, obtida a partir do valor da potência média do segundo harmônico e do valor da potência média do sinal (1064 nm) que irradia a amostra (tabela 9) é mostrada no gráfico da figura 54. A medição foi feita na PUC-Rio (laboratório de Optoeletrônica).

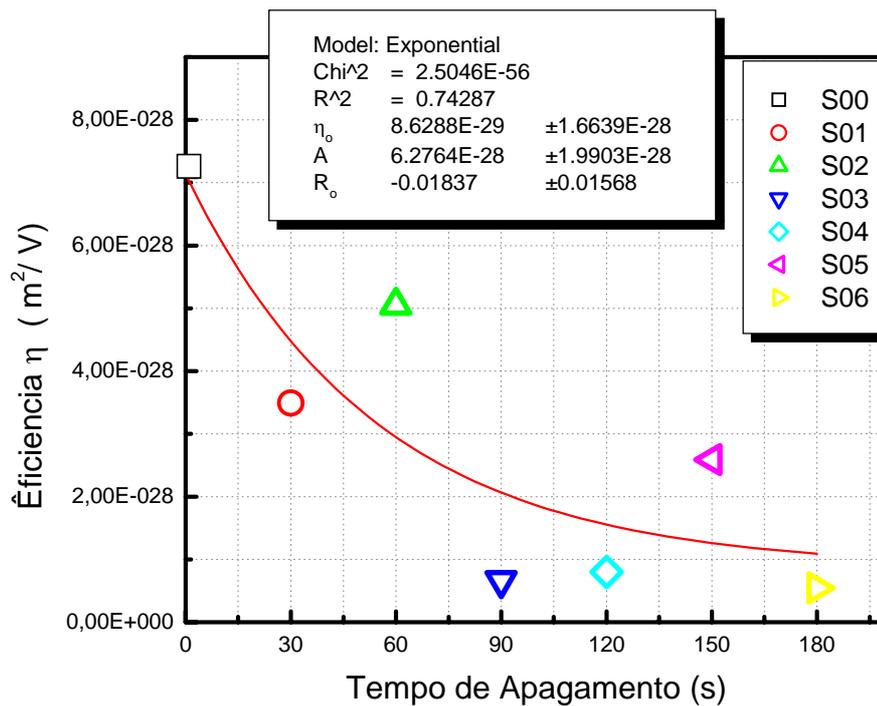


Figura 54 - Variação da eficiência na conversão da potência normalizada em função do tempo de apagamento de amostras Infrasil polarizadas durante 10 min e apagadas durante intervalos de tempo de 30, 60, 90, 120, 180 segundos. Anodo de ouro depositado (100 nm). Lab. Opto-eletrônica PUC-Rio.

A evolução do perfil do coeficiente não-linear, d , reconstruído após do ataque químico com HF e monitoramento simultâneo do SHG, para a amostra Infrasil S00 (apagada durante zero minutos) é mostrado no gráfico da figura 55, e a espessura não-linear desta amostra inferida deste gráfico é igual a $9,8 \mu\text{m}$. O eixo ordenado corresponde à magnitude real (em pm/V) do coeficiente não-linear d , e o eixo das abscissas corresponde à espessura removida do material (em μm).

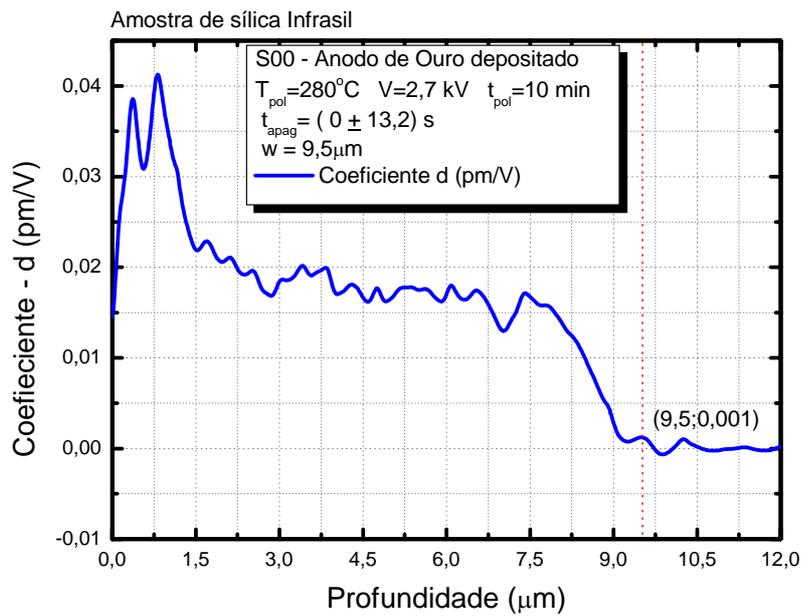


Figura 55 - Perfil não-linear d para a amostra de sílica Infrasil S00 polarizada durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de $2,7\text{kV}$ e apagada durante zero minutos. Anodo de ouro depositado (100 nm) - Universidade de Lille.

A evolução da taxa de ataque normalizada em função da espessura removida da amostra de sílica Infrasil S00 polarizada durante 10 minutos (as oscilações são somente artefatos da técnica) é mostrada no gráfico da figura 56.

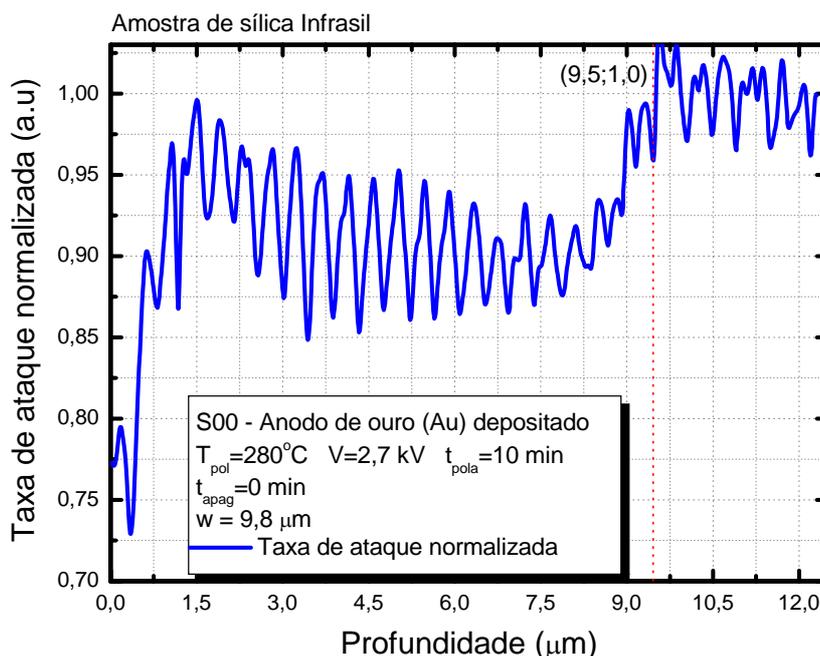


Figura 56 - Evolução da taxa de ataque normalizada para a amostra de Infrasil S00 polarizada durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV e apagada durante 0 min. Anodo de ouro depositado de 100 nm de espessura - Universidade de Lille.

A evolução do perfil não-linear d (figura 55) da amostra de sílica Infrasil S00 apagada por zero minutos mostra que a potência do segundo harmônico gerado caiu a zero quando havia sido removida uma espessura de 9,5 μm . A taxa de ataque (figura 56) deixa de ser modificada quando a espessura removida da amostra tem um valor de 9,5 μm também. Após atingir este valor, a taxa de ataque é igual à taxa de ataque de referência.

A evolução do perfil do coeficiente não-linear, d , reconstruído após do ataque químico com HF e monitoramento simultâneo do SHG, para a amostra Infrasil S04 (apagada durante 120 s) é mostrado no gráfico da figura 57 e a espessura não-linear desta amostra e é inferida deste gráfico, seu valor é de 6,6 μm .

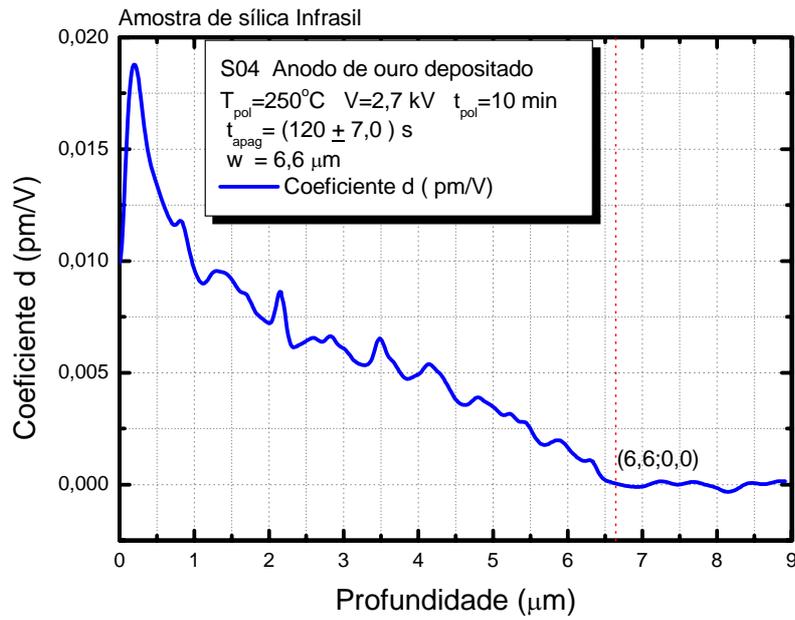


Figura 57 - Evolução do perfil não-linear d para a amostra de sílica Infrasil S04 polarizada durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV e apagada durante 120 s. Anodo de ouro depositado (100 nm) - Universidade de Lille.

A evolução da taxa de ataque normalizada em função da espessura removida da amostra de sílica Infrasil S04 polarizada durante 10 minutos e apagada durante 120 s é mostrada no gráfico da figura 58.

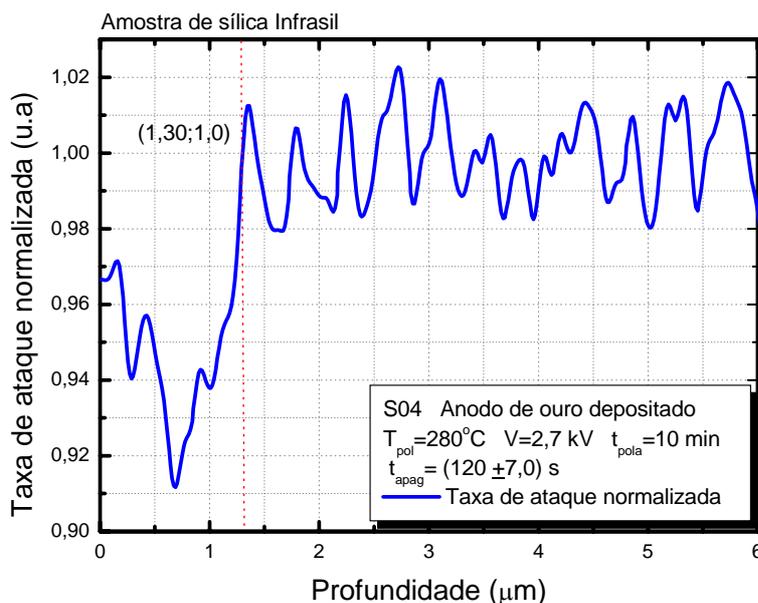


Figura 58 - Evolução da taxa de ataque normalizada para a amostra de Infrasil S04 polarizada durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV, e apagada durante 120 s. Anodo de ouro depositado (100 nm) - Universidade de Lille.

A evolução do perfil não-linear d (figura 57) e a evolução da taxa de ataque (figura 58) da amostra S04 apagada durante 120 s, são diferentes às achadas para o perfil não-linear d (figura 55) e para a taxa de ataque (figura 56) da amostra S00 apagada durante zero minutos. No caso da amostra S00 o perfil não-linear apresenta um plateau entre 1,5 μm e 8,5 μm de profundidade diferente do caso da amostra S04 na qual o perfil não-linear possui uma forma triangular.

O perfil não-linear inferido das medições em tempo real do segundo harmônico gerado (SHG) durante o ataque químico, para a amostra S04, se estende até uma espessura não-linear total de 6,6 μm (a potência do SHG cai a zero depois de remover a espessura de 6,6 μm), porém, a taxa de ataque é afetada até uma espessura de 1,3 μm abaixo da superfície do anodo. Esta diferença ocorre também para as outras amostras. A evolução do perfil do coeficiente não-linear para as amostras com tempos de apagamento de 30 s (S01), 60 s (S02), 90 s (S03), 120 s (S04), 150 s (S05) e 180 s (S06) é mostrada nos gráficos das figuras 57 e 59 e a evolução das espessuras não-lineares para estas amostras é inferida

deste gráfico. Os respectivos valores inferidos são: 5,5 μm , 4,1 μm , 6,6 μm , 6,5 μm , 6,0 e 5,3 μm (vide Tabela 9).

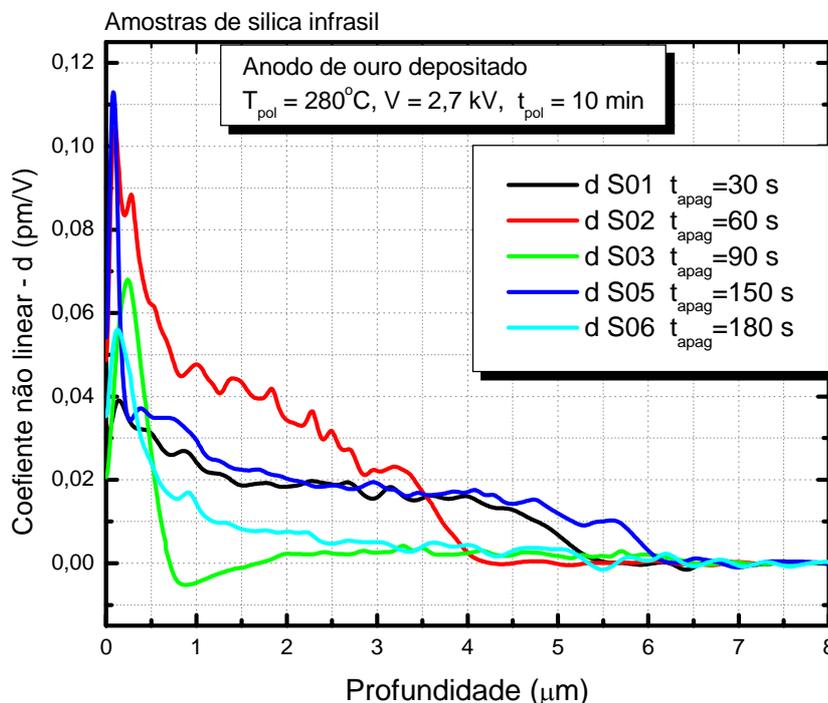


Figura 59 - Evolução do perfil não-linear d das amostras de sílica Infrasil polarizadas durante 10 minutos a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV e apagadas durante os tempos de 30 s, 60 s, 90 s, 150 s e 180 s. Anodo de ouro depositado (100 nm) - Universidade de Lille.

O gráfico da figura 60 mostra a evolução da taxa de ataque para amostras de sílica Infrasil com tempos de apagamento de 30 s, 60 s, 90 s, 150 s, e 180 s. Comparando-se os valores da espessura da região não-linear obtida a partir do gráfico do coeficiente não-linear (figura 59) com os valores obtidos a partir da taxa de ataque (figura 60) observa-se que a espessura da camada de depleção possui um valor muito menor que a espessura da região não-linear para os tempos de apagamento de 90 s e 180 s.

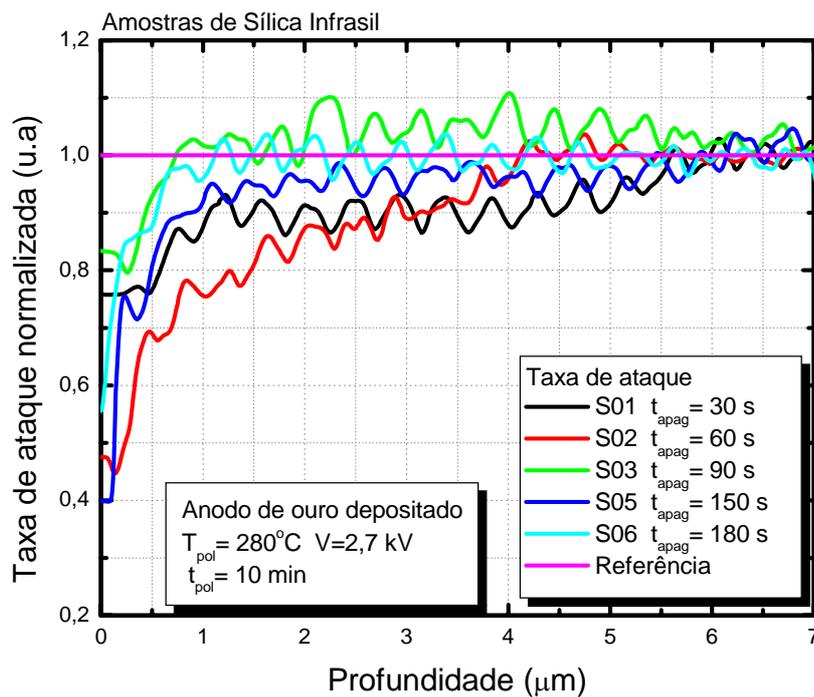


Figura 60 - Evolução da taxa de ataque normalizada para a amostras de Infrasil polarizadas durante 10 min a uma temperatura de 280°C e tensão aplicada de 2,7 kV, e com tempos de apagamento de 30 s, 60 s, 90 s, 150 s, e 180 s. Anodo de ouro depositado (100 nm) - Universidade de Lille.

6.7. Conclusões

Neste capítulo estudou-se a variação da espessura da camada de depleção e da região não-linear em amostras de sílica Herasil e Infrasil polarizadas termicamente e submetidas a um tratamento de calor. Eletrodos de contato, de alumínio e de ouro evaporado foram testados como anodo durante a polarização térmica. Observou-se que a espessura da camada de depleção de amostras de sílica Herasil polarizadas utilizando-se eletrodos de alumínio de 100 nm de espessura apresentou um decaimento com o aumento do tempo de apagamento, sendo mais rápido para tempos de apagamento menores que 30 s.

As curvas que descrevem a evolução do perfil não-linear com o tempo de apagamento de amostras de sílica Infrasil polarizadas e apagadas com eletrodos depositados de alumínio e eletrodos depositados de ouro têm uma tendência a uma forma triangular, esta forma pode ser explicada através de um modelo de

migração de cargas positivas da região perto do anodo no qual só um portador de cargas é envolvido e os mecanismos de injeção de cargas não são considerados.

Um possível modelo para explicar os resultados obtidos durante os experimentos de polarização e o apagamento das amostras de sílica Herasil e Infrasil é o seguinte: após 10 min de polarização e antes do apagamento tem-se uma distribuição de cargas negativas no final da camada de depleção seguida de uma região neutra no volume da amostra. Durante o processo de apagamento a tensão é desligada permanecendo o calor.

Sem tensão aplicada e na presença de calor, o campo elétrico no volume da amostra, e que aponta em sentido contrário ao campo elétrico induzido na região de depleção permite o deslocamento de cargas positivas da superfície catódica para a superfície anódica. Estas cargas positivas se recombinaem com as cargas negativas deixadas durante a polarização, o que faz com que a magnitude do campo elétrico induzido na região de depleção diminua.

As cargas negativas podem ser neutralizadas pela carga volumétrica positiva vizinha. As cargas negativas ao final da camada de depleção são a origem do campo elétrico induzido nesta camada e a neutralização destas cargas deve eliminar este campo. Caso o volume da amostra possa fornecer estas cargas positivas sem que com isto se torne negativamente carregado, o campo elétrico na camada de depleção deve desaparecer em segundos. Neste caso, a taxa de ataque deve apresentar uma mudança rápida perto da superfície anódica. Após esta mudança a taxa de ataque deve atingir o valor constante igual ao da taxa da região de referência. Desta forma, a espessura da camada de depleção diminuiu com o tempo de apagamento conforme observado nos resultados obtidos neste capítulo.