

JONAS HENRIQUE OSÓRIO

DESENVOLVIMENTO DE PLATAFORMAS ÓPTICAS PARA SENSORIAMENTO DE AMOSTRAS BIOLÓGICAS

CAMPINAS 2013



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN"

JONAS HENRIQUE OSÓRIO

DESENVOLVIMENTO DE PLATAFORMAS ÓPTICAS PARA SENSORIAMENTO DE AMOSTRAS BIOLÓGICAS

Orientador: Prof. Dr. Cristiano Monteiro de Barros Cordeiro

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Instituto de Física "Gleb Wataghin" da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Física.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO ALUNO JONAS HENRIQUE OSÓRIO E ORIENTADO PELO PROF. DR. CRISTIANO MONTEIRO DE BARROS CORDEIRO

Assinatura do Orientador 181ah 5 Lello

CAMPINAS 2013

Ficha catalográfica Universidade Estadual de Campinas Biblioteca do Instituto de Física Gleb Wataghin Valkíria Succi Vicente - CRB 8/5398

Os5d	Osório, Jonas Henrique, 1989- Desenvolvimento de plataformas ópticas para sensoriamento de amostras
	biológicas / Jonas Henrique Osório Campinas, SP : [s.n.], 2013.
	Orientador: Cristiano Monteiro de Barros Cordeiro.
	Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de
	Física Gleb Wataghin.
	1. Fibras óticas. 2. Sensor. 3. Rede de período longo. 4. Microfibra ótica. 5.
	Fibra ótica birrefringente. I. Cordeiro, Cristiano Monteiro de Barros, 1973 II.
	Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Física Gleb Wataghin. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Development of optical platforms for biological samples sensing Palavras-chave em inglês: Optical fibers Sensor Long-period grating Optical microfiber Birefringent optical fiber Área de concentração: Física Titulação: Mestre em Física Banca examinadora: Cristiano Monteiro de Barros Cordeiro [Orientador] Christiano José Santiago de Matos Luis Eduardo Evangelista de Araújo Data de defesa: 10-07-2013 Programa de Pós-Graduação: Física



MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE JONAS HENRIQUE OSÓRIO - RA 071288 APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN", DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 10/07/2013.

COMISSÃO JULGADORA:

100

Prof. Dr. Cristiano Monteiro de Barros Cordeiro Orientador do Candidato - DEQ/IFGW/UNICAMP

Prof. Dr. Christiano José Sántiago de Matos EE/Mackenzie

Dr. Luis Eduardo Evangelista o

Prof. Dr. Luis Eduardo Evangelista de Araújo DEQ/IFGW/UN/CAMP

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por me conceder a possibilidade de concluir mais uma etapa de minha vida.

A meus pais Hélio e Claudia, meu irmão Tales e minha namorada Camila, bem como a todos os familiares e amigos (não falo aqui o nome de todos pois são muitos; porém, sintam-se todos abraçados!) pelo apoio, conversas e inúmeros momentos de descontração durante todo o período de realização do mestrado. Agradeço, igualmente, aos amigos que, com a música (mais uma vez Tales e Hélio, Bruno, Gabriel, Pedro, Rafael, Marcos...), permitem-me obter situações de espairecimento e de felicidade sobre quatro, cinco, seis ou doze cordas.

A meu orientador, Prof. Dr. Cristiano M. B. Cordeiro, pela disposição e disponibilidade quanto à realização de discussões acerca dos temas abordados durante o projeto de pesquisa, bem como a todos os meus colegas do Laboratório de Fibras Especiais por criarem um ambiente propício ao desenvolvimento científico e pessoal. Agradeço, da mesma forma, a todos os funcionários do Departamento de Eletrônica Quântica (em especial a José Aparecido) pela dedicação e afinco que aplicam em seus trabalhos.

Ao Prof. Dr. Fiorenzo G. Omenetto pela orientação realizada durante o período de estágio no exterior e a todos os membros de seu grupo por terem me recebido de forma tão agradável e contribuído ativamente em meu processo de aprendizagem. Igualmente, agradeço a Jan Arabas e Rick Ochberg, por terem me acolhido em sua casa durante a realização do estágio e me proporcionado inúmeras situações de alegria enquanto estive viajando.

Finalmente, agradeço à Fapesp pelo apoio financeiro.

NOTA

Adotar-se-á, nesta dissertação, o ponto (.) como separador decimal. Todos os valores numéricos apresentados seguirão tal convenção.

RESUMO

Nesta dissertação apresenta-se o desenvolvimento de sensores baseados em fibras ópticas para os quais se projeta a aplicação como sensores biológicos. A primeira montagem abordada é baseada na utilização de microfibras birrefringentes as quais são obtidas a partir do processo de afinamento de fibras ópticas convencionais lateralmente polidas. Tal configuração provém um sensor de índice de refração de altíssima sensibilidade – $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nanometros por unidade de índice de refração - mas de baixa robustez. A fim de se obter um sensor mais robusto, estudase um sensor baseado em redes de período longo mecanicamente induzidas. Tal sensor é menos sensível que o primeiro – (700 ± 30) nanometros por unidade de índice de refração – mas permite a realização de medidas de monitoramento de pequenas variações de índice de refração - como se mostra numa medida da evaporação de etanol quando dissolvido em água. Como variações de temperatura podem interferir nas medidas baseadas em variações de índices de refração, apresenta-se, também, uma configuração para sensoriamento baseada na associação de fibras birrefringentes, a qual permite o monitoramento de dois parâmetros físicos quaisquer (que são definidos de acordo com a escolha das fibras que compõem a configuração) e de forma independente. Uma medida de sensoriamento de temperatura para ambientes desconectados é apresentada para demonstrar a versatilidade do sensor. Finalmente, apresenta-se o início do desenvolvimento de configurações ópticas construídas a partir de um material biocompatível - a seda -, o que amplia as possibilidades de aplicação dos sensores ópticos no sentido do desenvolvimento de biosensores.

Palavras-chave: Fibras ópticas, sensores, microfibras, fibras birrefringentes, redes de período longo, seda.

ABSTRACT

In this dissertation, the development of fiber optic-based sensing platforms which can be projected to act as biological sensors is presented. Firstly, a setup which employs birefringent microfibers obtained from tapering down side-polished standard telecom optical fibers is exposed. This configuration provides a highly sensitive refractive index sensor – $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nanometers per refractive index unit – but with poor robustness. In order to obtain a more robust setup, a configuration which employs two in-series mechanically induced long-period gratings was studied. Although this setup presented lower sensitivity than the sensor obtained from birefringent microfibers – (700 ± 30) nanometers per refractive index unit –, it allowed the performance of measurements for monitoring small refractive index variations. As temperature fluctuations can influence refractive index measurements, a setup in which two birefringent optical fibers are spliced in an in-series configuration for temperature sensing is also presented. By using this setup, it is also possible to independently sense two different physical parameters (which are defined according to the choice of the birefringent fibers to be used). Finally, it is presented the development of optical configurations by employing a biocompatible material: silk. The use of silk-based configurations is very promising since it broadens the optical biosensors applications possibilities.

Keywords: Optical fibers, sensors, microfibers, birefringent optical fibers, long-period gratings, silk.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Desenho esquemático (ada	aptado de [3])	da fibra óptica co	om núcleo exposto para
atividades de sensoriamento			
Figura 1.2 Desenho esquemático do tap	<i>er</i> com o nanof	ïlme de gliadina. [7]3
Figura 1.3 Gráfico da potência lumino	osa em função c	lo tempo para dife	erentes concentrações de
anticorpos. [7]			
Figura 2.1 Desenho esquemático de um	na fibra óptica c	onvencional. O ín	lice de refração da casca
(n_2) é menor que o índice de refraçã	o do núcleo (n	n_1), o que confere	a condição para que o
fenômeno de reflexão interna total poss	a acontecer. Fig	gura extraída da rei	ferência [2] 7
Figura 2.2 Desenhos esquemáticos de u	uma (a) fibra de	núcleo elíptico (e	- <i>core</i>) e de uma (b) fibra
PANDA. Figuras	extraídas	de	http://www.optique-
ingenieur.org/en/courses/OPI_ang_M00	6_C04/co/Conte	enu_14.html	
Figura 2.3 Imagens da secção reta da f	fibra óptica reta	angular para const	rução do sensor baseado
em microfibras retangulares. O valor de	e a na figura id	entifica o comprin	nento da maior dimensão
da fibra óptica retangular. Imagem extra	aída da referênc	cia [18]	
Figura 2.4 (a) Diagrama do processame	ento da fibra pel	o <i>laser</i> de femtose	gundos para obtenção de
uma fibra assimétrica. (b) e (c) Esque	ma para as vist	as da fibra após o	processamento a laser.
Figura extraída da referência [19]			
Figura 2.5 (a) Esquema e (b) fotografia	u do arranjo exp	erimental utilizado	para o polimento lateral
de fibras ópticas			
Figura 2.6 (a) Imagem de microscopi	ia óptica da lat	eral de uma fibra	polida. (b) Imagem de
microscopia eletrônica da seção transve	ersal de uma fit	ora polida. O círcu	lo vermelho indica que a
fibra perdeu sua simetria circular			
Figura 2.7 (a) Desenho esquemático	do processo o	de fabricação de	um taper (Extraído da
referência [23]). (b) Fotografia do siste	ema disponível	em nosso laborat	ório para fabricação dos
tapers			
Figura 2.8 Simulação para a distribuiçã	ão de energia tr	ansportada por un	n taper de fibra lixada de
0.75 µm de diâmetro. Preto identifica	alta intensidad	e e amarelo baixa	intensidade. Simulação
realizada por Dr. Felipe Beltrán-Mejía.			

Figura 2.9 Esquema do experimento para a medida da birrefringência de grupo. P1 identifica o
primeiro polarizador e P2 o segundo polarizador. OSA: optical spectrum analyzer (analisador de
espectro óptico)
Figura 2.10 Espectro de transmissão de um <i>taper</i> de 1µm de diâmetro e 54.3 mm de comprimento
produzido a partir de uma fibra lateralmente polida disposto segundo a configuração apresentada
na Figura 2.9
Figura 2.11 Resultados de simulação para o comportamento da birrefringência de grupo em
função do diâmetro do taper para diferentes profundidades da região polida. O inset consiste de
um desenho esquemático da secção transversal da fibra polida (h identifica a profundidade de
polimento). Simulação realizada para o comprimento de onda de 1550 nm
Figura 2.12. Resultados de simulação para a evolução da birrefringência de fase e de sua derivada
com relação ao comprimento de onda em função do diâmetro do taper. As diferentes cores
identificam diferentes profundidades da região polida: 10 µm (azul escuro); 20 µm (verde); 30
μm (vermelho); 40 μm (azul claro)19
Figura 2.13 Espectros de transmissão medidos (segundo a configuração da Figura 2.9) durante a
fabricação de um taper de fibra polida. As curvas se encontram verticalmente deslocadas para
melhor visualização20
Figura 2.14 Dados experimentais (pontos) correspondentes à evolução do valor do módulo da
birrefringência de grupo em função do diâmetro do taper. Os dados correspondem a tapers
fabricados a partir de fibras submetidas a diferentes períodos de polimento (3, 5 e 7 minutos). São
também apresentadas curvas de simulação (linhas tracejadas) correspondentes a profundidades de
polimento $h = 3 \ \mu m \ e \ h = 5 \ \mu m$
Figura 2.15 Resultados da simulação referente ao comportamento do valor da sensibilidade da
microfibra birrefringente em função do diâmetro do taper para diferentes profundidades de
polimento (h). Simulação realizada para o comprimento de onda de 1150 nm24
Figura 2.16 Medida da transmitância de um <i>taper</i> de fibra lixada de 4 μ m de diâmetro e 140 mm
de comprimento (segundo a configuração da Figura 2.9) para as situações em que o mesmo
estava imerso em ar e em etanol. Valores calculados para a birrefringência de grupo: $G_{ar} = 1.60 x$
10^{-4} e G _{etanol} = 4.08 x 10^{-5} (valores calculados para λ = 1130nm)

Figura 2.17 Espectro de transmissão para a configuração da Figura 2.9 correspondente a uma
microfibra birrefringente de 4 µm de diâmetro imerso em soluções de etanol e água de diferentes
concentrações
Figura 2.18 Posição espectral de uma das franjas do espectro apresentado na Figura 2.17 em
função do índice de refração do meio externo à fibra
Figura 3.1 Espectro de transmissão de uma LPG. Nota-se a existência de vales no espectro de
transmissão os quais identificam os comprimentos de onda nos quais se observou o acoplamento
do modo de núcleo aos modos de casca. Figura extraída da referência [27]
Figura 3.2 Esquema para a gravação e medida da transmitância da rede. O sinal de entrada,
proveniente de uma fonte de luz de espectro largo, é medido em um analisador de espectro óptico
(OSA) após passar pela fibra
Figura 3.3 Sistema de gravação das redes mecânicas
Figura 3.4 Espectro de transmissão de uma rede de período longo em função da pressão aplicada
sobre a fibra ($\Lambda = 500 \ \mu m$ e L = 20 mm). Uma imagem de campo próximo para o modo de casca
ao qual o modo fundamental do núcleo foi acoplado (LP06; comprimento de onda: 1549 nm) é
apresentada no inset. P1, P2 e P3 identificam valores crescentes para a pressão exercida pela peça
corrugada sobre a fibra
Figura 3.5 Esquema do interferômetro formado pelas duas redes de período longo em série 37
Figura 3.6 Respostas individuais e combinadas para a configuração de duas redes em série.
Parâmetros das redes: $\Lambda = 500 \ \mu m \ e \ L = 20 \ mm$. Distância entre as redes: $2L_{cav} = 40 \ mm$
Figura 3.7 Esquema do interferômetro obtido a partir da rede de período longo e do filme de ouro
depositado na extremidade da fibra óptica. Um circulador óptico é utilizado na montagem para
que o sinal refletido possa ser medido
Figura 3.8 Efeito do aumento do valor de L_{cav} . Medida para a configuração da Figura 3.7 39
Figura 3.9 Diagrama para a configuração na qual se dispõe uma região de fibra afinada (taper)
entre as redes de período longo para aumento de sensibilidade
Figura 3.10 Resposta espectral do sensor para diferentes concentrações de soluções de água e
etanol envolvendo a região do <i>taper</i> . A configuração da Figura 3.9 foi utilizada. Parâmetros: $\Lambda =$
600 μ m, L = 20 mm, 2L _{cav} = 175 mm
Figura 3.11 Posição espectral da franja de interferência em função do índice de refração do meio
externo ao <i>taper</i>

Figura 3.12 Localização da franja interferométrica em função do tempo.Linhas horizontais indicam o deslocamento da franja em função de concentrações conhecidas de etanol dissolvido Figura 3.13 Esquema do sistema de gravação de redes de período longo ao se utilizar um laser de dióxido de carbono......45 Figura 3.14 Microscopia óptica da lateral da fibra óptica sobre a qual se incidiu o laser de CO₂ Figura 3.15 Espectros de transmissão medidos durante a fabricação de uma LPG induzida por um *laser* de CO₂. Período da rede: $\Lambda = 600 \ \mu\text{m}$. Potência do *laser*: 4.375W. Tempo de exposição em Figura 3.16 Microscopia da lateral de uma fibra óptica polimérica após a incidência do laser de Figura 4.1 Esquema do sensor baseado em fibras birrefringentes dispostas em série. SC: supercontínuo gerado por uma fibra de cristal fotônico (fonte de luz de espectro largo). P₁: primeiro polarizador; α: ângulo do primeiro polarizador; P₂: segundo polarizador; θ: ângulo do segundo polarizador; L₁: comprimento da primeira fibra; L₂: comprimento da segunda fibra; G₁: birrefringência de grupo da primeira fibra; G₂: birrefringência de grupo da segunda fibra; φ : ângulo da segunda fibra com relação ao plano horizontal; OSA: analisador de espectro óptico Figura 4.2 Resultado da simulação teórica da transmitância para o sistema esquematizado na Figura 4.1 nos casos em que as respostas individuais da primeira e da segunda fibra e a resposta mista foram acessadas. Ângulos utilizados para cada situação: Resposta da primeira fibra: α = $\pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$; Resposta da segunda fibra: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$; Resposta mista: $\alpha = 0$ $\pi/4$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$. Parâmetros utilizados: L₁ = 40 cm; L₂ = 80 cm; G₁ = G₂ = 1 x 10⁻⁴......54 Figura 4.3 Simulação para a resposta da primeira fibra referente ao caso no qual a birrefringência de grupo da mesma era variada. Parâmetros: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, Figura 4.4 Simulação para a resposta da segunda fibra referente ao caso no qual a birrefringência de grupo da mesma era variada. Parâmetros: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm,

Figura 4.5 Simulação para a resposta da primeira fibra quando a birrefringência da segunda era variada. Parâmetros: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 10^{-4}$ Figura 4.6 Simulação para a resposta da segunda fibra quando a birrefringência da primeira era variada. Parâmetros: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 10^{-4}$ Figura 4.7 Resposta do sistema para um arranjo de duas fibras de núcleo elíptico (e-core) dispostas em série (configuração da Figura 4.1). Comprimentos das fibras: $L_1 = 18.1$ cm e $L_2 =$ Figura 4.8 Verificação da não existência de sensibilidade cruzada – pedaços de fibras e-core emendados segundo a configuração da Figura 4.1. (a) Resposta da primeira fibra enquanto a segunda fibra era aquecida ($L_1 = 42.0$ cm e $L_2 = 102.5$ cm). (b) Resposta da segunda fibra Figura 4.9 Esquema do sensor com uma fibra convencional (SMF-28) entre as fibras birrefringentes. SC: supercontínuo gerado por uma fibra de cristal fotônico (fonte de luz de espectro largo). P₁: primeiro polarizador; α: ângulo do primeiro polarizador; P₂: segundo polarizador; θ : ângulo do segundo polarizador; L₁: comprimento da primeira fibra; L₂: comprimento da segunda fibra; G₁: birrefringência de grupo da primeira fibra; G₂: birrefringência de grupo da segunda fibra; o: ângulo da segunda fibra; OSA: analisador de espectro óptico Figura 4.10 Respostas individuais segundo a configuração da Figura 4.9 para as situações em que se dispôs uma fibra convencional (SMF-28) reta e curva entre as fibras birrefringentes (fibras ecore). Comprimento da fibra SMF-28: 113.0 cm. Raio de curvatura típico: 4 cm; Comprimento Figura 4.11 Espectros medidos para a situação de aquecimento da primeira fibra PANDA. Ângulos dos polarizadores: $P_1 = 350^\circ$; $P_2 = 145^\circ$. Comprimento das fibras PANDA: $L_1 = 31.2$ cm; $L_2 = 91.1$ cm. Comprimento de fibra SMF-28 entre as fibras PANDA: 15,2 cm.

Figura 4.12 Espectros medidos para a situação de aquecimento da segunda fibra PANDA. Ângulos dos polarizadores: $P_1 = 5^\circ$; $P_2 = 90^\circ$. Comprimento das fibras PANDA: $L_1 = 31.2$ cm; L_2

= 91.1 cm. Comprimento de fibra SMF-28 entre as fibras PANDA: 15,2 cm. Comprimento de
fibra aquecido: 10 cm
Figura 4.13 Deslocamento espectral dos pontos de mínimo ($\Delta\lambda$) em função da variação de
temperatura (ΔT). Sensibilidades a temperatura: S ₁ = sensibilidade primeira fibra = - (0.74 ±
0.04) nm/°C e S ₂ = sensibilidade segunda fibra = $-(0.25 \pm 0.03)$ nm/°C64
Figura 5.1 Preparação dos elementos ópticos a partir dos casulos da larva Bombyx mori. Um
holograma obtido a partir da solução de seda é também apresentado (extraído de [47])70
Figura 5.2 (a) Filme de seda dopado com a enzima horseadish peroxidase. O filme sofre uma
mudança de coloração (1, 2, 3, 4) quando é exposto ao composto tetrametilbenzidina. A alteração
de cor está associada à redução da enzima. (b) Microscopia eletrônica de um filme de seda
nanopadronizado (extraído de [47] e [49])71
Figura 5.3 (a) Filme de seda; imagem através de uma (b) lente de seda e de um (c) arranjo de
microlentes de seda; (d) elemento difrativo bidimensional; (e) rede de difração; (f) holograma de
luz branca (extraído de [47])71
Figura 5.4 Ilustração da fabricação de guias de onda a partir da solução de seda (extraído de [50])
Figura 5.5 Casulos da larva <i>Bombyx mori</i> 74
Figura 5.6 Seda após o processo de secagem75
Figura 5.7 Solução de seda e brometo de lítio75
Figura 5.8 (a) Cassete de diálise preenchido com solução de seda. (b) Cassete de diálise inserido
em um béquer com água deionizada para realização da filtração76
Figura 5.9 Solução aquosa de fibroína da seda76
Figura 5.10 Esquema da fabricação do interferômetro. Uma gota da solução de seda é depositada
sobre a superfície da ponta da fibra óptica e, após a secagem, obtém-se o filme de seda77
Figura 5.11 Configuração utilizada para a medida da resposta do interferômetro. Luz de espectro
largo é inserida na entrada do sistema e a resposta do mesmo é medida em um analisador de
espectro óptico (OSA)
Figura 5.12 Espectro de reflexão referente ao interferômetro formado pelo filme de seda
depositado sobre a ponta da fibra óptica79
Figura 5.13 (a) Gota da solução de seda dopada com hemoglobina depositada sobre a ponta da
fibra óptica. (b) Extremidade da fibra óptica depois da secagem

Figura 5.14 Câmara construída para posicionar a ponta da fibra sob os fluxos dos gases de
interesse
Figura 5.15 Resposta do interferômetro para as situações de (a) câmara aberta e (b) sob fluxo de
nitrogênio. Filme de seda dopado com hemoglobina
Figura 5.16 Evolução da localização de uma franja do espectro em função do tempo para uma
medida que alternou situações de câmara aberta (CA) e fluxo de nitrogênio. Filme de seda
dopado com hemoglobina
Figura 5.17 Bolhas de seda produzidas sobre superfície de vidro
Figura 5.18 (a) Sistema utilizado para aproximar as bolhas ao taper. O taper está abrigado na
caixa a direita e um sistema de translação é utilizado para aproximar as bolhas ao taper. (b) Vista
superior (obtida em um microscópio óptico) para a ocasião na qual a bolha foi aproximada ao
taper. Diâmetro do taper: 3 µm. O círculo colorido observado na parte central da bolha de seda é
apenas efeito da iluminação do sistema de microscopia
Figura 5.19 Espectro de transmissão do taper para situação em que foi aproximado da bolha de
seda
Figura 5.20 (a) Asa de borboleta. (b) Bolha de seda produzida sobre a asa de borboleta
Figura B.1 Resposta do interferômetro para as situações nas quais o taper estava imerso em solu-
ções de etanol e gasolina em diferentes proporções. Parâmetros das LPGs: $\Lambda = 600 \ \mu m$ e L = 20
mm. Distância entre as redes: 410 mm. Diâmetro do <i>taper</i> : 10 μm101
Figura B.2 Posição espectral de três franjas de interferência em função do índice de refração as-
sociado às soluções de etanol e gasolina102
Figura D.1 Representação de um espectro típico de interferência entre duas ondas109
Figura E.1 Diagrama para análise das diferenças entre as sensibilidades medidas para fibras de
diferentes comprimentos. A fibra é dividida em três porções, cada uma associada a valores de
constantes de propagação $\beta_{x,i}$ e $\beta_{y,i}$ e de comprimento D_i . Assume-se que a parte central é a por-
ção de fibra aquecida114

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Profundidade da região polida para diferentes tempos de polimento
Tabela 2.2 Características geométricas dos tapers cujos espectros foram apresentados na Figura
2.12
Tabela 2.3 Sensibilidades típicas à variações de índice de refração em torno de 1.333 para
diferentes configurações baseadas em fibras ópticas. Tabela extraída de [18]
Tabela 4.1 Valores dos ângulos dos polarizadores de entrada (α) e de saída (θ) que devem ser
verificados para obtenção das respostas individuais da primeira e segunda fibra birrefringente 54
Tabela C1. Representação de alguns elementos ópticos por matrizes de Jones106

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

OSA	Optical spectrum analyzer - Analisador de espectro óptico
LPG	Long period grating – Rede de período longo
LED	Light emmiting diode – Diodo emissor de luz
RIT	Reflexão interna total
UV	Ultra-violeta
RIU	Refractive index unit – Unidade de índice de refração

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
CAPÍTULO 2	7
OBTENCÃO DE MICROFIBRAS BIRREFRINGENTES	

OBTENÇÃO DE MICROFIDIÃO DIRREI RITOLIVIED.
MEDIDA DA BIRREFRINGÊNCIA DE GRUPO10
SENSIBILIDADE A VARIAÇÕES NO ÍNDICE DE REFRAÇÃO DO MEIO EXTERNO À MICROFIBRA
CONCLUSÕES

CAPÍTULO 3	. 31
REDES DE PERÍODO LONGO MECANICAMENTE INDUZIDAS	. 33
AUMENTO DE RESOLUÇÃO: REDES DE PERÍODO LONGO EM SÉRIE	. 36
SENSORIAMENTO DE VARIAÇÕES DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO	. 41
GRAVAÇÃO DE REDES DE PERÍODO LONGO UTILIZANDO <i>LASER</i> DE DIÓXID DE CARBONO	00 . 44
CONCLUSÕES	. 47

CAPÍTULO 4	49
FUNDAMENTAÇÃO DO SENSOR: ANÁLISE TEÓRICA	50
CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DO SISTEMA E DESENVOLVIMENTO DE	, 50
UM SENSOR DE TEMPERATURA	39
CONCLUSÕES	66

CAPÍTULO 5	69
PRODUÇÃO DA SOLUÇÃO DE FIBROÍNA DA SEDA	74
INTERFERÔMETRO: FILME DE SEDA DEPOSITADO SOBRE A PONTA DE UMA FIBRA ÓPTICA CONVENCIONAL	77
PRODUÇÃO DE BOLHAS DE SEDA E TENTATIVA DE ACOPLAMENTO DE LUZ	33
CONCLUSÕES	36

CAPÍTULO 6	
REFERÊNCIAS	91
APÊNDICES	95
APÊNDICE A	97
APÊNDICE B	
APÊNDICE C	
APÊNDICE D	
APÊNDICE E	
ANEXOS	
ANEXO A – PUBLICAÇÕES, PATENTE E TRABALHOS CONGRESSOS	S APRESENTADOS EM 114

xxviii

CAPÍTULO 1

Introdução

Biosensores ópticos consistem em dispositivos os quais, por meio da utilização de técnicas ópticas, tornam-se capazes de detectar e identificar compostos bioquímicos ou microorganismos. Assim, tais elementos podem ser empregados em um amplo leque de aplicações, a saber, no âmbito dos diagnósticos clínicos, desenvolvimento de drogas, controle de qualidade de alimentos e, principalmente, no campo de monitoramento ambiental (e.g. atmosfera, meios aquáticos). [1]

De forma geral, os principais componentes de um biosensor óptico são a fonte de luz, o meio de transmissão (um guia de onda, por exemplo), uma região sensível ao parâmetro que se deseja medir e um sistema de detecção óptica. As principais vantagens oferecidas por tal classe de biosensores, por sua vez, são a alta sensibilidade e especificidade na detecção, a possibilidade de que o sensoriamento seja realizado remotamente e de forma rápida, além da possibilidade de se obter um *design* bastante compacto. [1]

Uma ampla variedade de manifestações ópticas pode ser analisada no âmbito do biosensoriamento óptico. Variações de índice de refração, alterações de amplitude, modificações em estados de polarização são grandezas as quais podem ser utilizadas para que uma medida de biosensoriamento possa ser realizada. Por exemplo, uma mudança de fase produzida por uma alteração na parte real do índice de refração pode se manifestar como uma mudança no estado de polarização da luz, como uma mudança nas características de propagação ou como uma alteração na distribuição do campo óptico. [1]

O campo dos biosensores baseados em fibras ópticas consiste na área mais estudada no âmbito dos biosensores ópticos, tendo sido objeto de investigação extensiva por mais de duas décadas. Tal tipo de biosensores apresenta diversas vantagens, dentre as quais está o fato de a tecnologia de fibras ópticas estar altamente desenvolvida, o que permite ao pesquisador escolher a fibra com as melhores características para seu experimento. Ademais, como os dispositivos baseados em fibras ópticas podem ser construídos de forma muito compacta, o volume da amostra necessário para a realização da medida de sensoriamento é muito reduzido. [1]

Grosso modo, fibras ópticas convencionais consistem em guias de onda que transmitem luz pelo fenômeno de reflexão interna total, sendo fabricadas a partir de materiais dielétricos como sílica ou materiais poliméricos. As fibras ópticas apresentam em sua estrutura uma região central, chamada núcleo – com índice de refração mais alto –, e uma região mais externa chamada casca – com índice de refração mais baixo. Desse modo, as fibras ópticas são capazes de transmitir sinais luminosos por grandes distâncias. [2]

Como o ramo das telecomunicações consiste em uma das mais importantes áreas de aplicação das fibras ópticas, estas são fabricadas de forma a serem insensíveis ao meio externo (no intuito de possibilitar que a informação seja transportada com a melhor qualidade possível). No entanto, para aplicações em sensoriamento, torna-se necessário que as fibras sejam sensíveis a algum parâmetro físico do meio que as circunda.

Os primeiros estudos com relação à realização de sensoriamento biológico a partir da utilização de fibras ópticas se baseavam em montagens nas quais se expunha o núcleo da fibra óptica ao meio externo de tal sorte que o campo evanescente da luz confinada no núcleo pudesse interagir com a amostra de interesse (Figura 1.1). No entanto, o comprimento de penetração do campo evanescente – comprimento para o qual o valor do campo decresce de um fator 1/e do valor assumido na interface entre o núcleo da fibra óptica e o meio externo – para tal situação é reduzido para aplicações de sensoriamento (da ordem de 0.145 µm para o caso em que o núcleo está imerso em um líquido de índice de refração 1.33 e o comprimento de onda utilizado é 470 nm; para detecção de bactérias, é desejável que o comprimento de penetração seja da ordem de 1 µm). [3]



Figura 1.1 Desenho esquemático (adaptado de [3]) da fibra óptica com núcleo exposto para atividades de sensoriamento.

A fim de se construir biosensores ópticos com elevada sensibilidade e aplicabilidade a partir da utilização de fibras ópticas, técnicas como a gravação de redes de período longo [4] e o afinamento de fibras (fabricação de *tapers*) [5] podem ser utilizadas. Tais técnicas fazem com que uma maior porção do campo evanescente da luz guiada permeie o exterior da fibra, culminando no aumento da sensibilidade desta às alterações das condições do ambiente externo. Ademais, é igualmente possível que se faça uso de fibras ópticas especiais como as fibras de cristal fotônico [6], uma vez que estas ampliam as possibilidades de montagem de arranjos sensores dada a enorme flexibilidade de escolha de suas propriedades.

Um exemplo da aplicação de *tapers* como biosensores é reportado pelos autores da referência [7]. Neste trabalho, apresenta-se o desenvolvimento de um biosensor construído a partir do revestimento de um *taper* com um nanofilme de gliadina sensível a anticorpos anti-gliadina (ou, abreviadamente, AGA). Neste contexto, os autores buscaram obter um biosensor que fosse capaz de monitorar a presença de AGA em solução por meio de sua interação com o antígeno gliadina. O monitoramento da presença de AGA é interessante pois contribui para a realização do diagnóstico da doença celíaca – também denominada enteropatia glúten induzida. A Figura 1.2 apresenta um esquema para o *taper* bem como do nanofilme de gliadina.



Figura 1.2 Desenho esquemático do taper com o nanofilme de gliadina. [7]

Nesse sentido, ao se injetar um sinal monocromático na fibra óptica (comprimento de onda de 1310 nm), os autores puderam observar variações na potência luminosa transmitida pelo *taper* ao se alterar as condições às quais a fibra estava submetida. A Figura 1.3 apresenta uma medida para a variação da potência luminosa em função do tempo para soluções com diferentes concentrações de anticorpos. A partir desta medida pode-se perceber que as maiores variações na potência da luz transmitida acontecem para maiores concentrações dos anticorpos.

A literatura também reporta trabalhos de sensoriamento biológico ao se utilizar redes de período longo. Como será discutido em detalhes nesta dissertação, as redes de período longo possuem a propriedade de acoplar o modo fundamental que se propaga pelo núcleo da fibra óptica a modos de casca em comprimentos de onda específicos. Assim, ao se estudar a influência de variações de índice de refração nas características de tais modos de casca, pode-se construir sensores biológicos a partir de tais redes. Um exemplo de tal aplicação é reportada pelos autores de [8], que apresentam um imunosensor interferométrico baseado em uma rede de período longo permanente para a realização de uma medida de monitoramento da ligação da imunoglobulina G (*rabbit IgG*) a dois tipos distintos de antígeno (*anti-sheep IgG e anti-rabbit IgG*).



Figura 1.3 Gráfico da potência luminosa em função do tempo para diferentes concentrações de anticorpos. [7]

É, pois, válido ressaltar que são numerosas as técnicas as quais podem ser utilizadas para fins de sensoriamento biológico. Nessa dissertação, serão apresentados e discutidos arranjos experimentais baseados em fibras ópticas os quais poderão contribuir para a construção de dispositivos capazes de sensoriar amostras biológicas. Visamos, nesse sentido, apresentar sistemas que possam monitorar com alta sensibilidade variações de índice de refração em torno de 1.33 (índice de refração da água [9]) a fim de projetarmos sistemas para sensoriamento em ambientes aquosos. É importante salientar que o desenvolvimento de sistemas sensores para monitoramento de índices de refração em torno de 1.33 é muito fortuito posto que este é um domínio para o qual usualmente se tem baixa sensibilidade.

Tais sistemas fazem uso de diferentes tecnologias ópticas, a saber, microfibras birrefringentes [10], redes de período longo associadas a fibras afinadas [11] e arranjos de fibras birrefringentes comerciais [12] para realizar medidas de sensoriamento de índice de refração e de temperatura. Ademais, discutir-se-á a fabricação de estruturas ópticas construídas a partir da proteína fibroína da seda que, por ser um material biocompatível, amplia o campo de aplicação dos dispositivos desenvolvidos como biosensores.

No caso do sistema baseado em microfibras birrefringentes, expor-se-á, no CAPÍTULO 2 desta dissertação, o estudo de um sensor de índice de refração de altíssima sensibilidade obtido a partir do polimento lateral de fibras ópticas convencionais que são posteriormente submetidas a um processo de afinamento. Igualmente, será apresentado um estudo acerca da fabricação de tais microfibras e a caracterização das mesmas quanto à sensibilidade a variações de índice de refração.

Apesar da altíssima sensibilidade apresentada pelo sensor baseado nas microfibras birrefringentes (ordem de 10^4 nanometros por unidade de índice de refração, *i.e.*, 10^4 nm/RIU), tal sistema não possui alta robustez mecânica, uma vez que as microfibras utilizadas para construção do sensor são provenientes de fibras convencionais lateralmente polidas e possuem diâmetros da ordem de 4 µm – sendo, pois, muito frágeis.

Assim, é proposto no CAPÍTULO 3 um sensor baseado em redes de período longo e fibras afinadas. Tal sensor possui menor sensibilidade (ordem de 10^2 nm/RIU) porém maior robustez (uma vez que faz uso de uma região de fibra afinada com diâmetro de 10 µm). Dessa forma, será apresentado um estudo acerca do processo de gravação de tais redes, bem como a caracterização do sistema quanto a sua sensibilidade a variações de índice de refração.

Os dois sensores acima citados constituem em sensores que utilizam variações de índices de refração para que a medida de sensoriamento seja realizada. No entanto, a realização de medidas de temperatura é também muito importante no que tange à atividade de biosensoriamento, uma vez que alterações de temperatura podem influenciar as condições do meio biológico que se deseja monitorar, bem como influenciar os valores de índice de refração a serem medidos (dada a dependência do índice de refração com a temperatura; o coeficiente termo-óptico da água, por exemplo, vale 8 x 10^{-5} °C⁻¹ [13], isto é, para uma variação de temperatura de 1°C, o índice de refração da água varia 8 x 10^{-5}).

Nesse contexto, será também proposto nesta dissertação um sistema baseado em fibras birrefringentes o qual permite que dois parâmetros físicos sejam sensoriados a partir da utilização da mesma configuração de fibras (e.g. índice de refração e temperatura; pressão hidrostática e temperatura) ou que o mesmo parâmetro físico seja monitorado em ambientes distintos. O detalhamento deste sistema se encontra no CAPÍTULO 4 onde a resposta do mesmo é analisada teórica e experimentalmente e se demonstra uma aplicação de sensoriamento de temperatura em ambientes desconectados.

Finalmente, no CAPÍTULO 5 é discutida a fabricação de elementos ópticos produzidos a partir da proteína fibroína da seda com o intuito de se obter plataformas capazes de realizar medidas de sensoriamento a partir da utilização de um material biocompatível. Será, nesse sentido, apresentado o protocolo de fabricação da solução da fibroína da seda bem como o estudo de dois sistemas ópticos: um interferômetro baseado em um filme fino de seda depositado na ponta de uma fibra óptica convencional e uma configuração formada por uma bolha de seda e um *taper* (fibra afinada). Tal trabalho foi iniciado na Tufts University (Boston, EUA) durante um período de 4 meses de estágio em pesquisa sob a supervisão do Prof. Dr. Fiorenzo G. Omenetto.

CAPÍTULO 2

Microfibras birrefringentes

Neste capítulo apresentaremos o desenvolvimento de um sensor de altíssima sensibilidade para monitoramento de variações de índice de refração de meios aquosos. Para a construção de tal sensor, fez-se uso de microfibras birrefringentes obtidas a partir do afinamento de fibras ópticas lateralmente polidas. Apresentar-se-á, neste sentido, uma breve introdução acerca do que são fibras ópticas e no que consiste a propriedade de birrefringência para que, em seguida, se possa expor o sensor propriamente dito.

As fibras ópticas consistem de guias de onda fabricados a partir de materiais dielétricos que possuem a propriedade de transportar luz ao longo de seu comprimento de maneira controlada. Nesse sentido, as fibras ópticas convencionais constituem-se de guias de onda cilíndricos dotados de duas regiões: uma central, de maior índice de refração (n_1) e denominada núcleo (*core*); e uma externa, denominada casca (*cladding*), de menor índice de refração (n_2) – Figura 2.1. Tais fibras fazem uso do fenômeno de reflexão interna total (RIT) como mecanismo de guiamento de luz. A condição para a existência do fenômeno de reflexão interna total é conferida pelo contraste de índice de refração entre as regiões do núcleo e da casca da fibra óptica. [2]



Figura 2.1 Desenho esquemático de uma fibra óptica convencional. O índice de refração da casca (n_2) é menor que o índice de refração do núcleo (n_1) , o que confere a condição para que o fenômeno de reflexão interna total possa acontecer. Figura extraída da referência [2].

As características de propagação da luz através das fibras ópticas podem ser estudadas a partir da utilização das equações de Maxwell. Para tanto, determina-se as distribuições de campo elétrico e magnético que satisfazem tal conjunto de equações bem como as condições de contorno impostas pela interface que define a região de contraste de índice de refração – numa fibra óptica convencional, por exemplo, tais condições de contorno são aplicadas na interface entre o núcleo e a casca da fibra óptica. [2]

Em todo guia de onda, são observadas soluções para o conjunto das equações de Maxwell que possuem um padrão transversal bem definido para a distribuição do campo eletromagnético que se propaga ao longo de seu comprimento. Tais soluções são chamadas de modos cada qual dotada de uma constante de propagação, uma distribuição de campo característica no plano transversal e dois estados de polarização independentes. [2]

As fibras ópticas birrefringentes, por sua vez, são fibras que apresentam diferentes valores de índice de refração correspondentes aos seus eixos principais. Assim, quando se insere luz em tais fibras, os modos em duas polarizações ortogonais que viajam pela mesma são submetidos a distintos valores de índice de refração. Nesse sentido, os eixos principais de tais fibras são descritos como eixo lento (eixo de maior índice de refração) e eixo rápido (eixo de menor índice de refração). Tal definição dos eixos é justificada pelo fato de o modo guiado com campo elétrico oscilante na direção do eixo de maior índice de refração ter menor velocidade do que o modo guiado no eixo de menor índice de refração. [14]

Formalmente, a birrefringência consiste em uma propriedade relacionada à diferença entre os índices modais efetivos para os diferentes estados de polarização dos modos que se propagam, por exemplo, em uma fibra óptica. A birrefringência de fase (B), neste contexto, consiste na diferença entre tais índices de refração para o caso em que os mesmos são calculados a partir da velocidade de fase da onda. A birrefringência de grupo (G), por sua vez, está ligada à velocidade de grupo, velocidade com que um pacote espectral de ondas centrado em uma frequência angular ω se propaga, cuja expressão é dada por $v_g = \frac{d\omega}{dk}$; onde $k = \frac{2\pi n}{\lambda}$ é o número de onda e n é o índice de refração do meio por onde a onda se propaga. Assim, a birrefringência de grupo se apresenta quando um conjunto de comprimentos de onda se propaga no guia de onda. As birrefringências de fase e de grupo são dadas pelas equações (2.1) e (2.2). ([15], [16])
$$B = \left(n_{eff}^{x} - n_{eff}^{y}\right) \quad , \tag{2.1}$$

$$G = \left(n_g^x - n_g^y\right) = B - \lambda \frac{\partial B}{\partial \lambda} \quad , \tag{2.2}$$

onde n_{eff}^{x} e n_{eff}^{y} representam os índices de refração efetivos dos modos com polarizações nas direções x e y, respectivamente. No caso da birrefringência de grupo, n_{g}^{x} e n_{g}^{y} são os índices de refração de grupo relacionados ao modo nas polarizações x e y; λ identifica o comprimento de onda. A relação entre a birrefringência de grupo e a birrefringência de fase explicitada pela equação (2.2) é obtida diretamente a partir da relação entre os índices de refração de grupo, n_{g} , e de fase, n: $n_{g} = n - \lambda \frac{\partial n}{\partial \lambda}$. [17]

A propriedade de birrefringência pode ser incorporada em uma fibra óptica ao se quebrar a simetria circular da secção transversal da mesma ou ao se introduzir uma distribuição assimétrica de tensões no interior da fibra. Com relação ao primeiro método, é comum que a propriedade da birrefringência seja inserida no guia de onda ao se fabricar a fibra óptica de tal sorte que seu núcleo seja assimétrico – elíptico, por exemplo (Figura 2.2a). Tal birrefringência é denominada birrefringência de forma e pode também ser atingida ao se fabricar microfibras que não possuam simetria circular, como será visto a seguir. O motivo da existência da birrefringência está centrado no fato de o campo da luz experimentar, de acordo com o estado de polarização, diferentes diâmetros efetivos para o núcleo da fibra. [16]

O segundo método é obtido, por exemplo, ao se incorporar à fibra regiões de material dopado em localizações apropriadas. Como a região dopada possui diferente coeficiente de expansão térmica com relação ao material não dopado, obtém-se, no final do processo de produção da fibra, uma distribuição assimétrica de tensões no interior da mesma – o que a torna birrefringente. Um exemplo de fibras que utilizam este mecanismo para originar birrefringência são as fibras PANDA (Figura 2.2b). Nesta fibra, as regiões dopadas são formadas na lateral do núcleo da mesma a fim de se submetê-lo a diferentes relações de tensão e provocar o contexto de birrefringência. [16]



Figura 2.2 Desenhos esquemáticos de uma (a) fibra de núcleo elíptico (*e-core*) e de uma (b) fibra PANDA. Figuras extraídas de http://www.optique-ingenieur.org/en/courses/OPI_ang_M06_C04/co/Contenu_14.html.

Nesse sentido, uma nova possibilidade a qual se mostrou interessante no âmbito da aplicação de fibras ópticas para sensoriamento biológico foi reportado pela referência [18]. Neste artigo, os autores atingem uma sensibilidade (ordem de 10⁴ nm/RIU) que chega a ser uma ordem de grandeza superior aos sensores de concentração de soluções aquosas baseados em outras tecnologias de fibras ópticas (como sensores baseados em ressonadores, redes de Bragg e redes de período longo em microfibras e sensores baseados em interferência multimodal [18]). Para tanto, utilizam uma fibra óptica retangular a qual é afinada (Figura 2.3). Tal afinamento torna a fibra birrefringente e sensível às variações do índice de refração do meio externo à fibra – pois variações nas condições do índice de refração do meio externo passam a influenciar a birrefringência da microfibra. No entanto, apesar da alta sensibilidade atingida pelo sensor, tal técnica possui a inconveniência da necessidade de fabricação de fibras ópticas retangulares e da dificuldade de se emendar as fibras retangulares aos dispositivos convencionais.



Figura 2.3 Imagens da secção reta da fibra óptica retangular para construção do sensor baseado em microfibras retangulares. O valor de a na figura identifica o comprimento da maior dimensão da fibra óptica retangular. Imagem extraída da referência [18].

Igualmente, os autores do trabalho reportado em [19] oferecem a descrição e o estudo de uma técnica de obtenção de microfibras birrefringentes a partir da incidência de um *laser* de femtossegundos sobre uma fibra óptica convencional que é, em seguida, submetida a um processo de afinamento. A incidência do *laser* retira parte do material da fibra tornando-a assimétrica, conforme se apresenta Figura 2.4. O processo de afinamento, por sua vez, faz com que a luz passe a ser guiada na interface fibra-meio externo. Assim, como a luz é guiada através de um guia de onda geometricamente assimétrico, tem-se a condição para que os índices de refração dos eixos ortogonais da fibra sejam diferentes e que, portanto, esta seja birrefringente. Tal técnica, no entanto, depende da existência de um sistema *laser* de femtossegundos (que geralmente possui alto custo) e de um alinhamento cuidadoso para que a assimetria da fibra possa ser induzida.



Figura 2.4 (a) Diagrama do processamento da fibra pelo *laser* de femtosegundos para obtenção de uma fibra assimétrica. (b) e (c) Esquema para as vistas da fibra após o processamento a *laser*. Figura extraída da referência [19].

Neste capítulo, a partir da motivação de que as microfibras birrefringentes podem oferecer altíssima sensibilidade a variações no índice de refração no meio externo a elas, descreveremos a obtenção de microfibras birrefringentes a partir de um simples sistema de polimento lateral de fibras ópticas convencionais e posterior redução das dimensões de tais fibras polidas. De forma análoga ao processo descrito em [19], o polimento visa tornar a fibra assimétrica e a redução de suas dimensões faz com que a fibra se torne birrefringente (a assimetria criada pelo processo de polimento induz uma birrefringência desprezível quando a fibra está com suas dimensões originais; a redução das dimensões da fibra é necessária para que a birrefringência induzida deixe de ser desprezível). Apresentar-se-á, igualmente, um estudo da evolução do valor da birrefringência nas microfibras em função do diâmetro das mesmas, bem como analisaremos a aplicação de tais microfibras para medidas de sensoriamento de índice de refração com altíssima sensibilidade.

OBTENÇÃO DE MICROFIBRAS BIRREFRINGENTES

Como discutido anteriormente, a birrefringência em fibras ópticas consiste em uma propriedade relacionada à diferença entre os índices de refração efetivos para os diferentes estados de polarização dos modos propagantes no guia de onda. Tal propriedade pode ser observada, por exemplo, quando existe uma anisotropia geométrica no guia onde a onda se propaga.

Assim, no sentido se de obter a anisotropia geométrica necessária para que o guia de onda (fibra óptica) fosse birrefringente, iniciou-se o estudo acerca do polimento lateral de fibras ópticas convencionais. A montagem utilizada para polimento das fibras (Figura 2.5) é composta por um cilindro associado a uma lixa (malha 220) capaz de girar em torno de seu eixo – por estar conectado a um motor. Este cilindro se encontra na extremidade de um sistema de alavanca e é contrabalanceado por uma peça posicionada na direção diametralmente oposta a ele (em relação ao centro de rotação da alavanca). O sistema de alavanca é importante uma vez que, para realizar o polimento, o cilindro é posicionado sobre a fibra óptica; portanto, contrabalancear o peso do cilindro é imprescindível para que a pressão que o cilindro exerce sobre a fibra não aja de forma a fraturá-la. [20]

A fim de se realizar o polimento, a fibra é primeiramente fixada sobre uma superfície plana e, em seguida, posiciona-se o cilindro sobre a fibra e faz-se com que este gire. Como uma lixa está associada à lateral do cilindro, observa-se que à medida que este gira, parte do material da fibra é removido, de modo que a fibra perde sua simetria circular. Estima-se que o comprimento longitudinal de fibra polido seja da ordem de 2.5 cm; tal valor é estimado ao se analisar a imagem da lateral da fibra óptica após o polimento.



Figura 2.5 (a) Esquema e (b) fotografia do arranjo experimental utilizado para o polimento lateral de fibras ópticas.

A Figura 2.6a apresenta uma imagem de microscopia óptica referente à lateral de uma fibra polida por 5 minutos e a Figura 2.6b expõe uma microscopia eletrônica referente à secção reta de uma fibra óptica convencional que foi lixada por um período de 5 minutos. Ao se observar tal microscopia apresentada na Figura 2.6b, pode-se perceber que a fibra não é mais circularmente simétrica. A Tabela 2.1 apresenta a profundidade da região polida para diferentes períodos de polimento (a velocidade de rotação do cilindro que gira sobre a fibra é a mesma para as diferentes situações analisadas; assim, os tempos de polimento podem ser associados diretamente à profundidade da região polida).



Figura 2.6 (a) Imagem de microscopia óptica da lateral de uma fibra polida. (b) Imagem de microscopia eletrônica da seção transversal de uma fibra polida. O círculo vermelho indica que a fibra perdeu sua simetria circular.

Tempo de polimento	Profundidade da região polida
1 min	9.9 µm
2 min	14.8 μm
3 min	16.7 μm

Tabela 2.1 Profundidade da região polida para diferentes tempos de polimento.

Tal alteração estrutural, no entanto, induz uma birrefringência à fibra cujo valor é desprezível, uma vez que o modo fundamental numa fibra óptica convencional está confinado à região do núcleo da mesma. Porém, este valor de birrefringência deixa de ser desprezível se a fibra óptica é afinada, pois, nesse caso, a luz passará a ser guiada na interface entre a fibra e o ambiente externo. Logo, as características do guiamento da luz serão fortemente influenciadas pela anisotropia geométrica proporcionada pelo polimento da fibra óptica.

Para a produção de fibras afinadas (*tapers*), faz-se uso, em nosso laboratório, da técnica intitulada "escovação por chama" [21]. Nesta técnica, um trecho bem definido da fibra é afinado por um fator que pode ir de três a mais de 200 vezes. Para tanto, a fibra é aquecida por uma chama posicionada sob a mesma. Tal chama, por estar conectada a um estágio de translação, oscila sob a fibra fazendo com que a viscosidade desta seja decrescida. Dessa forma, ao se aplicar uma tensão longitudinal à fibra, esta é esticada, o que possibilita, por conservação de massa, o aumento do seu comprimento e a diminuição da sua espessura ([22], [23]). A Figura 2.7a ilustra o procedimento anteriormente descrito e a Figura 2.7b apresenta uma fotografia do sistema disponível em nosso laboratório para a fabricação dos *tapers*.



Figura 2.7 (a) Desenho esquemático do processo de fabricação de um *taper* (Extraído da referência [23]). (b) Fotografia do sistema disponível em nosso laboratório para fabricação dos *tapers*.



Figura 2.8 Simulação para a distribuição de energia transportada por um taper de fibra lixada de 0.75 µm de diâmetro. Preto identifica alta intensidade e amarelo baixa intensidade. Simulação realizada por Dr. Felipe Beltrán-Mejía.

A diminuição das dimensões da fibra óptica faz com que o campo evanescente do modo que viaja pela fibra passe a permear o meio externo a mesma. Assim, ao se fabricar um *taper* a partir da fibra polida (esquema apresentado na Figura 2.8), pode-se observar que a luz será guiada em uma estrutura assimétrica, o que implicará em diferentes índices de refração efetivos correspondentes aos modos ortogonais guiados na fibra óptica. Um *taper* de fibra polida é, portanto, um guia de onda birrefringente.

Com o intuito de se analisar as propriedades de birrefringência de tais fibras, apresenta-se, na seção seguinte, um estudo relativo à evolução da birrefringência de grupo das mesmas em função do diâmetro do *taper*. A medida da birrefringência de grupo é realizada a partir de uma montagem experimental na qual se permite que os modos correspondentes aos dois estados ortogonais de polarização possam interferir. Ademais, resultados de simulação (obtidos pelo Dr. Felipe Beltrán-Mejía, pesquisador em estágio de pós-doutoramento em nosso grupo de pesquisas) são utilizados para embasar a análise dos dados experimentais.

MEDIDA DA BIRREFRINGÊNCIA DE GRUPO

A fim de se estudar a evolução da birrefringência de grupo das microfibras fabricadas a partir de fibras polidas em função da espessura das mesmas, uma montagem na qual se faz uso de dois polarizadores cruzados é utilizada (Figura 2.9). Nessa configuração, a luz de uma fonte de espectro largo é polarizada pelo primeiro polarizador (P_1) e excita os dois estados de polarização ortogonais da fibra birrefringente. Tais modos se propagam ao longo da fibra e se recombinam no

segundo polarizador (P₂). O sinal de transmissão é medido em um analisador de espectro óptico (OSA – *optical spectrum analyzer*).

O espectro de transmissão típico de tal sistema apresenta oscilações periódicas relacionadas à interferência entre os modos que viajaram pela fibra experimentando distintos valores de índices de refração efetivos (pontos de máximo identificam comprimentos de onda para os quais houve interferência construtiva e pontos de mínimo se relacionam a comprimentos de onda para os quais se observou interferência destrutiva). A Figura 2.10 apresenta o espectro obtido ao se medir o sinal transmitido por um *taper* de 1 µm de diâmetro e 54.3 mm de comprimento fabricado a partir de uma fibra lateralmente polida utilizando-se a montagem esquematizada na Figura 2.9.



Figura 2.9 Esquema do experimento para a medida da birrefringência de grupo. P_1 identifica o primeiro polarizador e P_2 o segundo polarizador. OSA: *optical spectrum analyzer* (analisador de espectro óptico).



Figura 2.10 Espectro de transmissão de um *taper* de 1µm de diâmetro e 54.3 mm de comprimento produzido a partir de uma fibra lateralmente polida disposto segundo a configuração apresentada na Figura 2.9.

As oscilações (ou franjas de interferência) presentes no espectro de transmissão permitem obter o módulo da birrefringência de grupo associada à fibra, uma vez que o espaçamento entre as franjas (F) está relacionado ao módulo da birrefringência de grupo (|G|) e ao comprimento da fibra birrefringente (L) por meio da equação (2.3) – onde λ identifica o comprimento de onda. Tal relação é obtida ao se analisar a diferença de fase acumulada entre modos ortogonais de uma fibra óptica birrefringente de tamanho L [19].

$$|G| = \frac{\lambda^2}{FL} . \tag{2.3}$$

Nesse sentido, pode-se estudar a evolução do valor da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper*. Previamente à realização das medidas experimentais, no entanto, uma simulação foi realizada para que o comportamento da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper* fosse conhecido. A simulação foi realizada a partir do uso do *software* Comsol® e é apresentada na Figura 2.11. O *inset* da Figura 2.11, por sua vez, mostra um desenho esquemático da secção transversal da fibra lateralmente polida o qual foi utilizado para fins de simulação (h identifica a profundidade da região polida).



Figura 2.11 Resultados de simulação para o comportamento da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper* para diferentes profundidades da região polida. O *inset* consiste de um desenho esquemático da secção transversal da fibra polida (h identifica a profundidade de polimento). Simulação realizada para o comprimento de onda de 1550 nm.

Pode-se notar, ao se observar a Figura 2.11, que a simulação indica um crescimento do valor da birrefringência de grupo para *tapers* com diâmetros menores do que 2 µm à medida que o diâmetro do *taper* diminui. Tal valor de birrefringência cresce até um valor máximo, a partir do qual passa a decrescer. Assim, é possível analisar que o valor da birrefringência aumenta *a priori* devido ao fato de os modos ortogonais guiados no *taper* estarem experimentando de forma cada vez mais acentuada a assimetria do guia de onda – posto que a área modal cresce ao passo que o diâmetro do *taper* diminui. No entanto, quando o *taper* se torna ainda menor, a assimetria passa a ser menos significativa (dado que os modos ortogonais se encontram menos confinados aos limites físicos do *taper*) e, portanto, o valor da birrefringência decresce. Ademais, pode-se também observar que quanto mais profunda é a região polida, maiores valores de birrefringência são esperados (assimetria será mais pronunciada).

É também possível analisar que o sinal da birrefringência muda a medida que o diâmetro da microfibra diminui, passando de valores negativos para positivos, de sorte a assumir um valor nulo para diâmetros em torno de 1.4 µm. Tal característica do sinal da birrefringência de grupo se deve se deve à relação entre a birrefringência de fase (B) e sua derivada com relação ao comprimento de onda — expressa pela equação (2.2). A Figura 2.12 apresenta uma simulação da evolução do valor da birrefringência de fase e de sua derivada com relação ao comprimento de onda em função do diâmetro da microfibra.



Figura 2.12. Resultados de simulação para a evolução da birrefringência de fase e de sua derivada com relação ao comprimento de onda em função do diâmetro do *taper*. As diferentes cores identificam diferentes profundidades da região polida: 10 μm (azul escuro); 20 μm (verde); 30 μm (vermelho); 40 μm (azul claro).

A medida experimental dos valores da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper* foi realizada ao se medir espectros de transmissão de *tapers* fabricados a partir de fibras polidas (de acordo com a configuração apresentada na Figura 2.9) durante o processo de fabricação dos mesmos – uma vez que a montagem de fabricação das fibras afinadas possui um *software* que fornece o diâmetro do taper durante sua fabricação. A Figura 2.13 apresenta um conjunto de curvas de transmitância medidas durante a fabricação do *taper* (as curvas se encontram verticalmente deslocadas para melhor visualização). Os dados referentes à geometria dos *taper* – diâmetro (D), comprimento (L), comprimento da zona de transição e comprimento total – cujas transmitâncias estão expostas na Figura 2.13 estão apresentados na Tabela 2.2.



Figura 2.13 Espectros de transmissão medidos (segundo a configuração da Figura 2.9) durante a fabricação de um taper de fibra polida. As curvas se encontram verticalmente deslocadas para melhor visualização.

Tabela 2.2 Características geométricas dos tapers cujos espectros foram apresentados na Figura 2.13.

Diâmetro do taper (D)	Comprimento do <i>taper</i> (L)	Comprimento da zona de transição	Comprimento total do <i>taper</i>
1.61 µm	40.8 mm	22.1 mm	85.0 mm
2.06 µm	35.2 mm	18.8 mm	72.8 mm
2.80 μm	29.3 mm	15.3 mm	59.9 mm

Como cada curva está associada a um diâmetro de *taper* (D) e a um comprimento da região afinada (L), tais espectros permitem a realização do cálculo da birrefringência de grupo por meio da equação (2.3). A Figura 2.14 apresenta os dados experimentais referentes à medida da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper*. Tais dados correspondem a *tapers* fabricados a partir de fibras submetidas a diferentes períodos de polimento (3, 5 e 7 minutos) e foram calculados para $\lambda = 1550$ nm. Igualmente, apresenta-se na Figura 2.14 dados provenientes da simulação numérica (curvas tracejadas) de duas microfibras ideais com profundidade de polimento h = 3 µm e h = 5 µm.

É, pois, possível analisar que o comportamento dos dados experimentais é qualitativamente condizente com o comportamento esperado pelas simulações tanto no que diz respeito à dependência da birrefringência de grupo com diâmetro dos *tapers* quanto ao fato de que maiores valores para a birrefringência de grupo podem ser obtidos ao se submeter a fibra a maiores tempos de polimento – posto que a assimetria gerada pelo processo de polimento será mais pronunciada. Pode-se, também, estimar que a profundidade de polimento real (para o caso da fibra polida por 3 minutos) estaria entre 3 e 5 μ m, dada a proximidade entre os dados experimentais e simulados.



Figura 2.14 Dados experimentais (pontos) correspondentes à evolução do valor do módulo da birrefringência de grupo em função do diâmetro do *taper*. Os dados correspondem a *tapers* fabricados a partir de fibras submetidas a diferentes períodos de polimento (3, 5 e 7 minutos). São também apresentadas curvas de simulação (linhas tracejadas) correspondentes a profundidades de polimento h = 3 μm e h = 5 μm.

Deve-se ressaltar, no entanto, que a determinação do comprimento de fibra birrefringente a ser incluído na equação (2.3) para o cálculo da birrefringência de grupo consiste em uma tarefa de difícil execução. Tal dificuldade surge da possibilidade de alguma parcela da zona de transição do *taper* ser também birrefringente ou de nem toda a extensão do mesmo ser birrefringente. De qualquer forma, conscientes de que tal indeterminação se apresenta como uma importante fonte de erros com relação aos dados experimentais, utilizamos o comprimento do *taper* como o comprimento L de fibra birrefringente a ser inserido na equação (2.3) em todos os dados experimentais anteriormente apresentados.

Ademais, ao se analisar os dados da Figura 2.14, pode-se notar que o valor máximo experimentalmente obtido para a birrefringência de grupo foi de 4.33 x 10^{-3} . Tal valor é superior àqueles apresentados por fibras birrefringentes comerciais (ordem de 10^{-4}) e possui a mesma ordem dos valores apresentados por fibras de cristal fotônico (de núcleo assimétrico e casca anisotrópica) e por microfibras fabricadas a partir de fibras ópticas retangulares (ordem de 10^{-3}). [24]

Assim, tendo estudado as características da dependência da birrefringência de grupo em microfibras fabricadas a partir de fibras ópticas convencionais lateralmente polidas, apresentaremos, na próxima seção, a realização de uma medida de sensoriamento de índice de refração a partir do uso de tais microfibras.

SENSIBILIDADE A VARIAÇÕES NO ÍNDICE DE REFRAÇÃO DO MEIO EXTER-NO À MICROFIBRA

Como referenciado no início do capítulo, a motivação para a inserção do estudo de microfibras birrefringentes nesta dissertação está centrada no fato de que tais guias de onda podem apresentar altíssima sensibilidade a variações no índice de refração do meio em que tal microfibra está imersa. Fisicamente, esta sensibilidade decorre do fato de os índices de refração efetivos dos modos em polarizações ortogonais da microfibra birrefringente sofrerem variações distintas para situações de alteração do índice de refração do meio externo a mesma. As variações nos índices de refração efetivos dos modos em polarizações ortogonais são diferentes pois os mesmos estão sujeitos a características de confinamento distintas, de tal sorte que podem ser mais ou menos sensíveis a variações do índice de refração do meio externo a fibra. A sensibilidade das microfibras birrefringentes é medida ao se analisar a posição das franjas de interferência presentes no espectro de transmissão das mesmas (quando são dispostas de acordo com o esquema da Figura 2.9) em função do índice de refração do meio externo a tais microfibras. A sensibilidade é, portanto, definida como a derivada da posição espectral de uma determinada franja de interferência λ_f em relação ao índice de refração externo n_{ext}.

Pode-se encontrar uma expressão aproximada para a sensibilidade ao se efetuar a expansão em Taylor das constantes de propagação dos modos ortogonais na fibra birrefringente para analisar pequenas variações na posição de um mínimo no espectro de transmissão do *taper*. A expressão final para tal aproximação está expressa pela equação (2.4), cuja dedução se encontra no Apêndice A (onde tal dedução é feita de forma geral, de modo a se obter a sensibilidade com relação a um parâmetro físico η qualquer; assim, para o caso particular de sensibilidade ao índice de refração externo, deve-se substituir η por n_{ext}).

$$S = \frac{d\lambda_f}{dn_{ext}} \approx \frac{\lambda}{G} \frac{\partial B}{\partial n_{ext}} \quad . \tag{2.4}$$

Na equação (2.4), λ é o comprimento de onda, B a birrefringência de fase, G a birrefringência de grupo e n_{ext} o índice de refração do meio externo à fibra.

A equação (2.4) mostra que existe um compromisso entre o valor da birrefringência de grupo e a derivada parcial da birrefringência de fase em relação ao índice de refração externo à fibra para a obtenção de um valor máximo para a sensibilidade do sistema. A fim de se avaliar tal compromisso, realizou-se uma simulação sobre o valor da sensibilidade em função do diâmetro do taper para diferentes profundidades de polimento (h). Os resultados da simulação estão expressos na Figura 2.15.



Figura 2.15 Resultados da simulação referente ao comportamento do valor da sensibilidade da microfibra birrefringente em função do diâmetro do *taper* para diferentes profundidades de polimento (h). Simulação realizada para o comprimento de onda de 1150 nm.

Como pode ser percebido ao se analisar a Figura 2.15, valores de sensibilidade da ordem de 10^4 nm/RIU são previstos pelo modelo teórico. Igualmente, nota-se que a simulação aponta para o fato de os valores máximos para a sensibilidade serem obtidos para diâmetros de *tapers* da ordem de 2 µm. Tais valores máximos estão relacionados à ocasião em que a birrefringência de grupo se anula. A situação de birrefringência nula, no entanto, não é uma situação que pode ser analisada com a técnica aqui proposta. Procuramos, nesse sentido, minimizar tal valor para que possamos atingir o maior valor de sensibilidade possível.

Tendo realizado o estudo teórico da sensibilidade das microfibras birrefringentes, passamos a realizar testes experimentais para que tal sensibilidade pudesse ser mensurada. Como comentado anteriormente, a sensibilidade das microfibras birrefringentes é medida ao se analisar a posição das franjas de interferência presentes no espectro de transmissão das mesmas (quando são dispostas de acordo com o esquema da Figura 2.9) em função do índice de refração do meio externo a elas. A fim de se submeter as microfibras à meios de diferentes índices de refração, as mesmas foram imersas em soluções de etanol e água com diferentes concentrações.

Um detalhe experimental que deve ser levado em conta na análise proposta neste capítulo está centrado no fato de a birrefringência de grupo das microfibras diminuir quando a fibra está imersa em um meio mais refringente. Por exemplo, a birrefringência de grupo de um dado *taper*

de fibra polida será maior quando a fibra estiver imersa em ar (índice de refração n = 1) do que quando a fibra estiver imersa em etanol (índice de refração n = 1.359). [9]

Nesse sentido, como a diferença de fase ($\Delta \varphi$) entre as ondas que se propagam nos eixos ortogonais da microfibra birrefringente depende da multiplicação entre a birrefringência de grupo (G) da fibra e seu comprimento (L), $\Delta \varphi = \frac{2\pi G L}{\lambda}$, a implicação experimental da propriedade de redução da birrefringência para situações em que a microfibra está imersa em meios mais refringentes é que o número de franjas no espectro de transmissão do *taper* diminui quando o mesmo está imerso em um líquido de maior índice de refração. A Figura 2.16 ilustra o fato anteriormente descrito ao apresentar o espectro de transmissão de uma mesma microfibra birrefringente quando imersa em etanol.

A partir dos espectros apresentados na Figura 2.16 pode-se, por meio da equação (2.3), estimar os valores das birrefringências de grupo para as situações em que o *taper* estava imerso em ar (G_{ar}) e em etanol (G_{etanol}). Os valores calculados são G_{ar} = 1.60 x 10⁻⁴ e G_{etanol} = 4.08 x 10⁻⁵ (ambos os valores foram calculados para λ = 1130 nm).



Figura 2.16 Medida da transmitância de um *taper* de fibra lixada de 4 µm de diâmetro e 140 mm de comprimento (segundo a configuração da Figura 2.9) para as situações em que o mesmo estava imerso em ar e em etanol. Valores calculados para a birrefringência de grupo: $G_{ar} = 1.60 \times 10^{-4} \text{ e } G_{etanol} = 4.08 \times 10^{-5}$ (valores calculados para $\lambda = 1130$ nm).

Assim, teve-se a preocupação, durante a realização dos experimentos, de se fabricar as microfibras com o maior comprimento possível a fim de que a redução da birrefringência de grupo não impossibilitasse a realização da medida – posto que se o aumento do comprimento de fibra birrefringente não fosse suficiente para compensar a redução da birrefringência de grupo, terse-ia uma situação na qual as franjas de interferência não poderiam ser definidas na janela de comprimentos de onda da medida, tipicamente de 900 nm a 1400 nm.

A opção de se utilizar *tapers* mais compridos acarreta prejuízos em se tratando da robustez do sistema – uma vez que as microfibras passam a sofrer fraturas mais facilmente. Assim, para que a medida de sensibilidade das microfibras birrefringentes pudesse ser realizada, o *taper* foi imerso em soluções de água e etanol, sendo etanol o componente majoritário. Não se utilizou a água como componente majoritário da solução pois, na ocasião da imersão do *taper* na solução, a tensão superficial da água agia de forma a danificar o *taper* (tal problema era evitado ao se usar o etanol como componente majoritário da solução pois este apresenta menor tensão superficial; tensão superficial da água e do etanol a 20°C: 72.75 mN/m e 22.31 mN/m, respectivamente [25]). Ademais, *tapers* com diâmetros inferiores a 4 µm se mostraram inadequados para serem utilizados nas medidas de sensoriamento posto que eram muito frágeis.

Superados os desafios experimentais, pôde-se realizar a medida da sensibilidade das microfibras birrefringentes fabricadas a partir das fibras polidas. A Figura 2.17 apresenta os espectros medidos segundo a configuração da Figura 2.9 para a situação em que uma microfibra de 4 µm de diâmetro e 140 mm de comprimento foi imersa em soluções de etanol e água de diferentes concentrações.

Ao se observar a Figura 2.17, nota-se que a posição espectral das franjas de interferência varia à medida que o líquido em contato com o *taper* é alterado. A fim de se associar o deslocamento espectral à variação de índice de refração das soluções de etanol e água (no intuito de se calcular o valor da sensibilidade), deve-se fazer uso da equação (2.5), a qual permite calcular o índice de refração de uma mistura de dois líquidos de índices de refração $n_1 e n_2$ (x na equação (2.6) representa a porcentagem em volume do líquido de índice de refração n_1). [26]



Figura 2.17 Espectro de transmissão para a configuração da Figura 2.9 correspondente a uma microfibra birrefringente de 4 µm de diâmetro imerso em soluções de etanol e água de diferentes concentrações.

$$n = \sqrt{\frac{2g+1}{1-g}}$$
 , (2.5)

onde

$$g = \left(\frac{n_1^2 - 1}{n_1^2 + 2}\right) x + \left(\frac{n_2^2 - 1}{n_2^2 + 2}\right) (1 - x) \quad .$$
(2.6)

Dessa forma, pode-se calcular os índices de refração das misturas utilizadas nas medidas apresentadas na Figura 2.17 ao se utilizar 1.333 para o índice de refração da água e 1.359 para o índice de refração do etanol [9]. A Figura 2.18 mostra um gráfico da posição espectral de uma das franjas do espectro apresentado na Figura 2.17 em função do índice de refração do meio externo à microfibra.



Figura 2.18 Posição espectral de uma das franjas do espectro apresentado na Figura 2.17 em função do índice de refração do meio externo à fibra.

A partir dos dados apresentados na Figura 2.18, uma sensibilidade de $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU pode ser estimada. Tal valor possui a mesma ordem de grandeza dos valores obtidos pela simulação numérica (Figura 2.15) e pelos autores da referência [18] – os quais analisaram a resposta de um sensor de índice de refração baseado em microfibras birrefringentes obtidas a partir do afinamento de fibras ópticas retangulares. É válido salientar que tal valor de sensibilidade é obtido a partir de um ajuste linear dos pontos do gráfico da localização em comprimento de onda dos vales em função do índice de refração do meio externo – aproximamos tal dependência como uma variação linear pois o intervalo de índice de refração analisado é reduzido.

Ademais, pode-se reconhecer, ao se analisar os dados da Tabela 2.3, extraída da referência [18], que a sensibilidade obtida para as microfibras birrefringentes é muito maior do que as sensibilidades a variações de índice de refração obtidas para as configurações baseadas em fibras ópticas tradicionais e especiais.

Tabela 2.3 Sensibilidades típicas à variações de índice de refração **em torno de 1.333** para diferentes configurações baseadas em fibras ópticas. Tabela extraída de [18].

Configurações baseadas em	Sensibilidade típica	
Ressonadores em microfibras	40 nm/RIU	
Redes de Bragg em microfibras	200 nm/RIU	
Redes de período longo em microfibras	1900 nm/RIU	
Interferência multimodal	800 nm/RIU	
Estruturas plasmônicas	4000 nm/RIU	

Logo, pode-se concluir que um sensor de altíssima sensibilidade foi obtido. Assim, é possível projetar que tal sensor possa sensoriar variações de índice de refração de meios biológicos, como a concentração de bactérias em uma dada solução. No entanto, apesar da alta sensibilidade, tal sistema apresenta baixa robustez mecânica. Nesse contexto, temos como projeto futuro a substituição da técnica de polimento lateral por um sistema de processamento que faz uso de um *laser* de dióxido de carbono para tornar a fibra assimétrica. Esperamos obter microfibras mais resistentes com este método.

Apresentamos no próximo capítulo o desenvolvimento de um sensor de índice de refração o qual faz uso de redes de período longo e *tapers* de fibras ópticas convencionais. Tal sistema é mecanicamente mais robusto uma vez que emprega *tapers* de maiores diâmetros e não debilitados pelo processo de polimento.

CONCLUSÕES

Ao se analisar os resultados apresentados neste capítulo, é possível afirmar que as microfibras ópticas obtidas a partir do afinamento de fibras convencionais lateralmente polidas se apresentaram como uma importante tecnologia tanto para a obtenção de fibras ópticas birrefringentes quanto para a realização de medidas de sensoriamento de variações de índice de refração.

Nesse sentido, apresentou-se um estudo acerca da evolução do valor da birrefringência de grupo das microfibras em função do diâmetro das mesmas. O comportamento da dependência da

birrefringência de grupo em função do diâmetro da microfibra obtido experimentalmente foi condizente àquele obtido pela simulação numérica da estrutura.

O máximo valor experimental observado para a birrefringência de tais microfibras foi de 4.33×10^{-3} . Como referenciado anteriormente, este valor é superior àqueles apresentados por fibras birrefringentes comerciais (ordem de 10^{-4}) e possui a mesma ordem dos valores apresentados por fibras de cristal fotônico (de núcleo assimétrico e casca anisotrópica) e por microfibras fabricadas a partir de fibras ópticas retangulares (ordem de 10^{-3}). [24]

Igualmente, foi realizado um estudo sobre a sensibilidade de tais fibras a variações de índice de refração no intuito de se obter um sensor de alta sensibilidade. Os resultados de simulação estimaram uma sensibilidade na ordem de 10^4 nm/RIU para tal configuração.

A fim de se medir a sensibilidade experimentalmente, as microfibras foram utilizadas para avaliar a variação de índice de refração associada a soluções de etanol e água de diferentes concentrações a partir do acompanhamento da localização das franjas de interferência no espectro de transmissão de tais fibras. Obteve-se experimentalmente uma sensibilidade de $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU a qual é uma ordem de grandeza maior do que a associada aos sensores de alta sensibilidade baseados em outras tecnologias de fibras ópticas anteriormente reportados. Dada a altíssima sensibilidade de tal sensor, pode-se projetar a sua aplicação como um sistema de avaliação de soluções biológicas.

Entretanto, apesar da alta sensibilidade apresentada pelas microfibras birrefringentes, tal plataforma apresenta baixa robustez mecânica. Assim, a fim de se obter um sistema mecanicamente mais robusto para aplicações de sensoriamento de variações de índice de refração, um sensor baseado em redes de período longo e fibras ópticas afinadas foi estudado. Os resultados associados a esta configuração são apresentados no capítulo seguinte.

CAPÍTULO 3

Redes de período longo

No sentido de se desenvolver um sensor que pudesse prover maior robustez mecânica em relação ao sensor apresentado no capítulo anterior e de se obter um sistema que não se baseasse em medidas de birrefringência, estudou-se uma configuração baseada em redes de período longo associadas a fibras ópticas afinadas. Neste capítulo, descreve-se o desenvolvimento e a caracterização de tal sistema de sensoriamento a se iniciar pela explicação do que são redes de período longo.

Redes de período longo (LPG, do inglês *long period grating*) consistem na modulação periódica do índice de refração (em geral, do núcleo) de uma fibra óptica com período tipicamente da ordem de centenas de micrometros. Diversas técnicas podem ser utilizadas para a gravação do padrão da rede, a saber, técnicas baseadas na utilização de radiação UV [27], laser de femtossegundos [28] ou de CO_2 [29], bem como na utilização de arco elétrico [30] ou pressão mecânica [31].

Nas redes de período longo, o modo fundamental do núcleo da fibra é acoplado a um conjunto de modos de casca. Tal acoplamento ocorre em comprimentos de onda específicos, de tal forma que os modos de casca viajam no mesmo sentido do modo fundamental. Devido a perdas por absorção, espalhamento e curvaturas tais modos de casca decaem rapidamente enquanto se propagam ao longo do eixo e pela casca da fibra. O resultado líquido deste acoplamento é, portanto, a ocorrência de grande perda óptica (que pode chegar a mais de 20 dB) nos comprimentos de onda de ressonância no espectro de transmissão da rede. A Figura 3.1 mostra o espectro de uma LPG com período de 198 micrometros que foi gravada em uma fibra óptica convencional. Neste exemplo, a rede induz o acoplamento do modo fundamental de núcleo a cinco diferentes modos de casca no intervalo de 900 a 1400 nm. [27]



Figura 3.1 Espectro de transmissão de uma LPG. Nota-se a existência de vales no espectro de transmissão os quais identificam os comprimentos de onda nos quais se observou o acoplamento do modo de núcleo aos modos de casca. Figura extraída da referência [27].

Os comprimentos de onda para os quais ocorre o acoplamento entre o modo de núcleo e modo de casca são identificados por λ_{res} e podem ser previstos pela equação (3.1), onde n_c é o índice de refração efetivo do modo de núcleo, n_{c1}^(N) o índice de refração efetivo para um modo de casca de ordem N e Λ o período da rede. [27]

$$\lambda_{res} = \left(n_c - n_{cl}^{(N)}\right)\Lambda \tag{3.1}$$

O fato de a rede ter a capacidade de acoplar o modo fundamental do núcleo a modos de casca torna a fibra sensível a variações do índice de refração externo (além de possibilitar o estudo de outras características dos modos de casca como a dispersão cromática [32]). Tal sensibilidade advém do fato de $n_{cl}^{(N)}$ ser fortemente dependente do índice do material que envolve a casca da fibra. Assim, é natural considerar a aplicação dos dispositivos desenvolvidos a partir das LPGs como sensores de índice de refração – a referência [33], por exemplo, reporta um biosensor baseado no monitoramento de variações de índice de refração a partir da utilização de redes de período longo.

Como as redes de período longo tornam as fibras sensíveis a variações de índice de refração do meio no qual a fibra está imersa, um sensor baseado em redes de período longo e fibras afinadas pôde ser desenvolvido para se analisar variações de concentrações de soluções aquosas. Para se obter tal sensor, fez-se uso de redes de período longo mecanicamente induzidas. A forma de obtenção e a caracterização de tais redes são temas abordados na seção seguinte.

REDES DE PERÍODO LONGO MECANICAMENTE INDUZIDAS

Como salientado no texto introdutório deste capítulo, as redes de período longo são obtidas ao se gravar um padrão periódico de índice de refração ao longo de uma fibra óptica. Tal modulação do índice de refração pode ser obtida a partir da técnica de gravação de redes de período longo mecanicamente induzidas. [31]

O método utilizado para gravação mecânica das redes de período longo é bastante simples e consiste em pressionar a fibra lateralmente com uma peça corrugada. A fibra, ao ser pressionada pelas corrugações, terá seu índice de refração modulado periodicamente devido ao efeito elasto-óptico, conferindo a condição para a existência da rede [31]. A Figura 3.2 ilustra o procedimento de gravação da rede e a Figura 3.3 apresenta o sistema utilizado para induzir as redes mecânicas. Para se medir o espectro de transmissão da rede faz-se uso de uma fonte de luz de espectro largo (e.g. supercontínuo gerado por uma fibra de cristal fotônico ou um LED superluminescente) e de um analisador de espectro óptico (OSA) o qual fornece um gráfico de intensidade em função do comprimento de onda.



Figura 3.2 Esquema para a gravação e medida da transmitância da rede. O sinal de entrada, proveniente de uma fonte de luz de espectro largo, é medido em um analisador de espectro óptico (OSA) após passar pela fibra.



Figura 3.3 Sistema de gravação das redes mecânicas.

A Figura 3.4 apresenta uma resposta típica da rede ($\Lambda = 500 \ \mu m \ e \ L = 20 \ mm$) em função da pressão aplicada sobre a fibra (SMF-28). Os vales localizados em 1473 nm e 1549 nm correspondem aos comprimentos de onda para os quais houve acoplamento entre modo de núcleo e modo de casca. É válido ressaltar que as redes de período longo mecanicamente induzidas são redes temporárias, isto é, somente existem enquanto a fibra é pressionada pelas corrugações.



Figura 3.4 Espectro de transmissão de uma rede de período longo em função da pressão aplicada sobre a fibra ($\Lambda = 500 \ \mu m \ e \ L = 20 \ mm$). Uma imagem de campo próximo para o modo de casca ao qual o modo fundamental do núcleo foi acoplado (LP06; comprimento de onda: 1549 nm) é apresentada no *inset*. P1, P2 e P3 identificam valores crescentes para a pressão exercida pela peça corrugada sobre a fibra.

Ao se analisar o espectro, percebe-se que o aumento da pressão sobre a fibra permite que os vales atinjam uma profundidade de aproximadamente 11 dB. Tal profundidade, entretanto, não é sempre crescente para o caso de a pressão sobre a fibra continuar a ser incrementada. A razão entre a potência acoplada ao modo de casca e a potencia inicial transportada pelo modo de núcleo depende de uma função seno ao quadrado que possui o coeficiente de acoplamento entre os modos de núcleo e casca (k_n) como seu argumento, conforme a equação (3.2). [27]

$$\frac{P_{clad}^{n}}{P_{01}} = \frac{\sin^{2}\left(k_{n}L\sqrt{1+\frac{\delta}{k_{n}}}\right)}{1+\left(\frac{\delta}{k_{n}}\right)^{2}}$$
(3.2)

onde P_{clad}^{n} é a potência acoplada ao modo de casca de ordem n, P_{01} é a potência inicial transportada pelo modo fundamental do núcleo, L é o comprimento da rede de período longo e δ é dado pela equação (3.3), em função das constantes de propagação dos modos de núcleo e de casca β_{01} e β_{clad}^{n} e do período da rede A. [27]

$$\delta = \frac{1}{2} \left(\beta_{01} - \beta_{clad}^n - \frac{2\pi}{\Lambda} \right) \tag{3.3}$$

Como o aumento da pressão sobre a fibra implica no aumento do coeficiente de acoplamento k_n entre os modos, incrementar a pressão faz com que a profundidade do vale aumente até um valor máximo. No caso de a pressão continuar a sofrer incrementos, a profundidade do vale passará a diminuir, o que identifica uma situação em que o modo de casca foi reacoplado ao modo de núcleo pela própria rede.

No *inset* da Figura 3.4, expõe-se uma imagem em campo próximo da extremidade da fibra para o comprimento de onda de 1549 nm realizada a partir da utilização de um laser sintonizável e de uma câmera sensível a este comprimento de onda. Tal imagem permite constatar a simetria circular do modo de casca excitado neste comprimento de onda (identificado como LP₀₆) e o fato deste possuir luz no núcleo. A informação de que o modo acoplado possui luz no núcleo da fibra é uma constatação importante pois esta é uma condição necessária para que a integral de acoplamento entre os modos envolvidos não se anule e que o acoplamento dos modos seja permitido.

Como referenciado anteriormente, as redes de período longo podem ser utilizadas para sensoriar o índice de refração do meio no qual a fibra está imersa já que o índice de refração efetivo do modo de casca $(n_{cl}^{(N)})$ possui dependência com o índice de refração do meio externo à fibra. Para tanto, comumente se monitora a posição espectral dos vales da rede pois tal posição é alterada se o índice de refração do modo de casca muda – como se pode perceber pela equação (3.1).

No entanto, como os vales do espectro de transmissão da rede são largos (largura a meia altura geralmente variando entre 20 nm e 50 nm), as medidas de sensoriamento realizadas a partir da utilização de redes de período longo possuem baixa resolução – definida, nesse caso, como o mínimo intervalo de comprimento de onda que pode ser resolvido por um deslocamento do vale de ressonância da rede de período longo (deslocamento este causado por uma variação do índice de refração do meio externo à fibra, por exemplo).

Assim, a fim de se estudar uma configuração que proviesse maior resolução numa medida de sensoriamento de concentrações de líquidos em solução, uma configuração interferométrica baseada na utilização de duas redes de período longo em série foi empregada. Tal configuração é apresentada e discutida na próxima seção.

AUMENTO DE RESOLUÇÃO: REDES DE PERÍODO LONGO EM SÉRIE

A fim de se melhorar a resolução provida por um sistema para sensoriamento baseado na utilização de redes de período longo, pode-se construir uma montagem na qual se dispõe duas redes em série de modo a constituir um interferômetro. Nessa configuração, a luz que viaja pelo núcleo é parcialmente acoplada a modos de casca (em comprimentos de onda específicos) ao passar pela região da primeira rede. Em seguida, a luz é reacoplada ao modo fundamental pela segunda rede. A Figura 3.5 ilustra o interferômetro anteriormente descrito.



Figura 3.5 Esquema do interferômetro formado pelas duas redes de período longo em série.

A diferença entre os caminhos ópticos correspondentes às ondas que viajaram como modo de núcleo e modo de casca faz com que haja uma diferença de fase entre as mesmas, de modo que um padrão de interferência (franjas) é obtido na transmissão do sistema. A Figura 3.6 apresenta os espectros obtidos para as ocasiões de resposta individual (somente uma das redes atua) e resposta combinada das duas redes ($\Lambda = 500 \ \mu m$, L = 20 mm, 2L_{cav} = 40 mm) – os espectros se encontram verticalmente deslocados para melhor visualização.

Nota-se, ao se observar a Figura 3.6, que a largura das franjas de interferência é menor do que a largura do vale da LPG, o que contribui para o aumento da resolução do sistema em aplicações de sensoriamento – uma vez que é possível monitorar a posição das franjas de interferência ao invés do pico advindo do acoplamento entre os modos de núcleo e casca.



Figura 3.6 Respostas individuais e combinadas para a configuração de duas redes em série. Parâmetros das redes: Λ = 500 µm e L = 20 mm. Distância entre as redes: $2L_{cav} = 40$ mm.

É também válido analisar que a configuração interferométrica acima exposta pode ser construída de forma mais compacta – de modo a se utilizar somente uma rede de período longo –, conforme reportado pelos autores da referência [8]. Para tanto, deve-se depositar um filme de ouro na ponta da fibra óptica de forma que este possa atuar como espelho. Nesta configuração, a luz que viaja pelo núcleo da fibra, ao atingir a região da rede, será parcialmente acoplada a um modo de casca. Em seguida, a luz é refletida pelo espelho (filme de ouro) e novamente recombinada no núcleo pela mesma rede. Assim, como os caminhos ópticos percorridos pelos modos de núcleo e casca são distintos, pode-se (igualmente ao caso de duas redes em série) observar franjas de interferência na região dos picos de ressonância da LPG. A Figura 3.7 ilustra a montagem para a obtenção dos espectros para esse interferômetro. Deve-se ressaltar que, para este interferômetro, a medida deve ser feita por reflexão.

Nas configurações acima apresentadas (Figura 3.5 e Figura 3.7), a separação entre as redes no caso das redes em série $(2L_{cav})$ e a distância entre a rede e o filme de ouro no caso da configuração da Figura 3.7 (L_{cav}) determinam o número de franjas no espectro do interferômetro de tal sorte que o aumento de L_{cav} faz com que as franjas fiquem espectralmente mais próximas. Tal fato pode ser notado na Figura 3.8, onde se expõe uma medida de variação de L_{cav} para a configuração da Figura 3.7. As curvas se encontram verticalmente deslocadas para melhor visualização.



Figura 3.7 Esquema do interferômetro obtido a partir da rede de período longo e do filme de ouro depositado na extremidade da fibra óptica. Um circulador óptico é utilizado na montagem para que o sinal refletido possa ser medido.



Figura 3.8 Efeito do aumento do valor de L_{cav}. Medida para a configuração da Figura 3.7.

Dessa forma, a escolha de tal separação deve considerar o intervalo dinâmico da medida a ser realizada (*i.e.* o intervalo de índice de refração a ser avaliado) além da resolução da mesma. Esta consideração é importante porque há um compromisso entre resolução e intervalo dinâmico, de forma que o aumento da resolução diminui o intervalo dinâmico da medida. Assim, indica-se o uso de maiores valores de L_{cav} para medidas de pequenos intervalos de índice de refração (pois o sistema provém alta resolução) e o uso de menores valores de L_{cav} para medidas de maiores intervalos de índice de refração (pois, neste caso, diminui-se a resolução para que um maior intervalo de índices de refração possa ser analisado). Ademais, deve-se ressaltar que o ajuste do valor de L_{cav} é simples em se tratando de redes de período longo mecanicamente induzidas, posto que o mesmo é realizado ao se escolher a região da fibra a ser pressionada de acordo com a resposta óptica que se deseja obter.

As configurações acima apresentadas possuem a vantagem de ser um sistema bastante simples e barato, uma vez que fazem uso de fibras ópticas convencionais e peças corrugadas fabricadas a partir de material acrílico. Igualmente, tais configurações apresentam a possibilidade de que a resposta espectral seja sintonizada ao se ajustar a pressão aplicada sobre a fibra, o comprimento das redes e o valor de L_{cav} . No entanto, a sensibilidade destes sistemas a variações de índice de refração do meio que envolve a fibra é geralmente baixa, tipicamente da ordem de 30 nm/RIU para meios externos com índice de refração ao redor de 1.33 [34] e 230 nm/RIU para meios externos com índice de refração em torno de 1.42 [35].

A fim de se aumentar a sensibilidade do sistema, pode-se, no sistema baseado na disposição de duas redes de período longo em série, diminuir as dimensões da secção transversal da fibra entre as redes de modo a se ter um *taper* entre as mesmas. Como o *taper* faz com que uma maior parcela do campo evanescente se estenda para fora dos limites da fibra (permeando o ambiente externo), um expressivo aumento na sensibilidade do sensor pode ser alcançado. Na referência [34], por exemplo, reporta-se uma configuração na qual um taper de diâmetro 38,75 µm é incluído entre duas redes de período longo induzidas por *laser* (redes permanentes). Para este sistema, atinge-se uma sensibilidade de 172 nm/RIU para variações de índice de refração entre 1.3333 e 1.3624, valor que é cerca de 5.7 vezes superior ao caso em que o *taper* não foi empregado.

Dessa forma, também buscamos atingir uma maior sensibilidade para o sistema baseado em duas redes de período longo mecanicamente induzidas ao inserir uma região de fibra afinada entre as redes (Figura 3.9). Diferentemente da referência [34], utilizamos um *taper* de menor diâmetro (10 μ m) para que uma maior sensibilidade pudesse ser atingida. Um valor de sensibilidade de (700 ± 30) nm/RIU pôde ser obtido para variações de índice de refração em torno de 1.333. Tal valor é cerca de 4 vezes superior ao valor reportado em [34]. Para variações de índice de refração em torno de 1.42, este sistema é 18 vezes mais sensível quando comparado à situação em que o *taper* não é utilizado. Os resultados e as análises correspondentes à configuração da Figura 3.9 são apresentados na próxima seção.



Figura 3.9 Diagrama para a configuração na qual se dispõe uma região de fibra afinada (*taper*) entre as redes de período longo para aumento de sensibilidade.

SENSORIAMENTO DE VARIAÇÕES DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO

Como referenciado anteriormente, uma configuração que faz uso de um *taper* entre as redes de período longo foi utilizada a fim de se obter um sensor de alta sensibilidade para monitoramento de variações de índice de refração as quais pudessem ser associadas a variações de concentrações de soluções de interesse.

A medida de sensoriamento é realizada ao se monitorar a posição das franjas de interferência no espectro de transmissão das redes em função do índice de refração do meio que envolve o *taper* (região sensora). Nesse sentido, para uma configuração de duas redes com período $\Lambda =$ 600 µm e comprimento L = 20 mm distantes 175 mm entre si, imergiu-se o *taper* (diâmetro 10 µm e comprimento 15 mm) em soluções com diferentes concentrações de água e etanol. A Figura 3.10 apresenta a resposta espectral do sensor para diferentes concentrações de soluções de água e etanol nas quais o *taper* foi imerso. Pode-se observar que à medida que a concentração de etanol no meio externo ao *taper* aumenta, as franjas se deslocam para menores comprimentos de onda. Tal sentido de deslocamento é o que se espera, posto que um aumento na concentração de etanol em água está relacionado a um aumento do índice de refração do meio externo.



Figura 3.10 Resposta espectral do sensor para diferentes concentrações de soluções de água e etanol envolvendo a região do *taper*. A configuração da Figura 3.9 foi utilizada. Parâmetros: $\Lambda = 600 \mu m$, L = 20 mm, $2L_{cav} = 175 mm$.

A partir dos espectros apresentados na Figura 3.10, pode-se construir um gráfico da localização espectral de uma franja em particular em função do índice de refração da solução em contato com o *taper* (Figura 3.11). Igualmente, como se discutiu no CAPÍTULO 2, o índice de refração da mistura pode ser encontrado por meio da equação (2.5) ao se utilizar 1.333 para o índice de refração da água e 1.359 para o índice de refração do etanol (índices de refração em 589 nm) [9].

A partir do deslocamento espectral da franja no espectro de transmissão do interferômetro apresentado na Figura 3.11 calcula-se uma sensibilidade de (700 ± 30) nm/RIU para o referido sistema. Tal valor é cerca de 4 vezes maior do que o valor reportado pela referência [34].

Nota-se, no entanto, que a sensibilidade atingida pelo arranjo exposto na Figura 3.9 é duas ordens de grandeza menor do que a sensibilidade atingida pelo sistema baseado em microfibras birrefringentes apresentado no CAPÍTULO 2 – $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU. Entretanto, a grande vantagem do arranjo baseado em redes de período longo e fibras afinadas é que tal sistema apresenta uma robustez mecânica muito maior em relação ao arranjo de microfibras birrefringentes.

Como ressaltado no CAPÍTULO 2, o polimento lateral das fibras ópticas e posterior fabricação do *taper* faz com que a fibra fique muito frágil, dificultando a realização das medidas. Como o *taper* utilizado na aplicação das LPGs tem maior diâmetro do que o *taper* utilizado na aplicação das microfibras birrefringentes (10 μ m no caso do arranjo das LPGs e 4 μ m no caso das microfibras birrefringentes) e não é fragilizado pelo processo de polimento, tais *tapers* se quebram mais dificilmente, conferindo uma maior versatilidade ao sistema.

A fim de demonstrar que o sistema formado pelas LPGs é capaz de avaliar pequenas variações de índice de refração, uma medida da evaporação do etanol em água foi realizada. O monitoramento da evaporação do etanol é realizado por meio da observação da localização de uma franja em particular em função do tempo como mostra a Figura 3.12.

Ademais, para demonstrar a versatilidade do sistema baseado em redes de período longo, o mesmo foi utilizado para monitorar concentrações de etanol dissolvido em gasolina. Tal experimento, detalhado no Apêndice B, gerou a patente referenciada em [36].



Figura 3.11 Posição espectral da franja de interferência em função do índice de refração do meio externo ao taper.



Figura 3.12 Localização da franja interferométrica em função do tempo.Linhas horizontais indicam o deslocamento da franja em função de concentrações conhecidas de etanol dissolvido em água.

Logo, pode-se afirmar que um sensor baseado em redes de período longo mecanicamente induzidas e fibras afinadas pôde ser desenvolvido para monitorar variações de concentrações de soluções aquosas. Dessa forma, é possível projetar que tal sistema possa ser utilizado para monitorar soluções de amostras de interesse biológico – concentração de bactérias em determinado ambiente aquoso, por exemplo. Tal projeção é possível uma vez que a ordem das variações de índice de refração esperadas para variações de concentração de bactérias em solução aquosas de 10^3 bactérias por milímetro cúbico possuem a ordem de 10^{-4} unidade de índice de refração [37] (mesma ordem de grandeza das variações de índice de refração do experimento de evaporação de etanol em água). Pode-se salientar, igualmente, que como a região sensível de tal montagem constitui na região afinada (comprimento 15 mm e diâmetro 10 μ m), é possível pensar em alternativas – como o encapsulamento do *taper* – para otimizar o volume de amostra a ser utilizado na medida.

GRAVAÇÃO DE REDES DE PERÍODO LONGO UTILIZANDO *LASER* DE DIÓXI-DO DE CARBONO

A técnica de indução mecânica de redes de período longo em fibras ópticas é bastante interessante, uma vez que consiste em um método de gravação simples e que faz uso de materiais de baixo custo. Além disso, tais redes são temporárias (*i.e.* somente existem quando a peça corrugada é pressionada sobre a fibra; se a pressão cessa, não mais se tem a rede), o que permite a construção de sistemas reconfiguráveis e que possam ser sintonizados até que a resposta óptica desejada seja obtida.

No sentido de se explorar uma técnica a qual pudesse prover redes permanentes, o método de gravação de redes de período longo empregando *laser* de dióxido de carbono ($\lambda = 10.6 \mu m$) foi estudado. Tal método se baseia na focalização do feixe proveniente do *laser* de CO₂ (ao se utilizar uma lente de seleneto de zinco de distância focal 50 mm) contra a lateral de uma fibra óptica de tal modo que a perturbação gerada altere periodicamente o índice de refração da fibra. A Figura 3.13 ilustra o sistema para a gravação de redes utilizando esta técnica: uma fonte de luz de espectro largo é utilizada para monitorar a formação da rede em um analisador de espectro óptico (OSA), um pequeno peso é utilizado para manter a fibra tensionada e um computador controla os parâmetros do processo de gravação (potência do *laser* e tempo de exposição ao feixe). Há também dois motores que transladam a fibra em relação ao feixe do *laser* (vertical e horizontalmente) de modo que este incida sobre a fibra a períodos bem definidos.


Figura 3.13 Esquema do sistema de gravação de redes de período longo ao se utilizar um *laser* de dióxido de carbono.

A exposição da fibra ao *laser* de CO_2 acarreta, por aumento de temperatura, a redução da viscosidade da sílica na região de incidência do laser. Assim, a fibra, enquanto é exposta ao *laser*, por estar tracionada, sofre uma pequena elongação. Como resultado, observa-se uma pequena redução no diâmetro da fibra. A Figura 3.14 apresenta uma microscopia óptica relativa a uma visão lateral da fibra óptica sobre a qual se realizou duas incidências do *laser* de CO_2 – microscopia óptica com aumento de 10 vezes –, onde se pode perceber a alteração estrutural induzida pelo laser de CO_2 .



Figura 3.14 Microscopia óptica da lateral da fibra óptica sobre a qual se incidiu o laser de CO₂ (aumento 10x). $\Lambda = 500 \ \mu m$.

A incidência do laser de CO_2 sobre a fibra em regiões separadas por uma distância constante (período da rede – Λ) confere a modulação de índice de refração necessária para que a rede de período longo possa ser formada, uma vez que promove o alívio das tensões presentes na estrutura da fibra, adquiridas durante seu processo de fabricação [38]. A Figura 3.15 apresenta espectros medidos durante a fabricação de uma rede de período longo induzida pelo *laser* de CO_2 – espectros medidos após 10, 20, 30 e 40 incidências do laser de CO_2 sobre a fibra. É possível notar a existência de dois vales no espectro localizados nos comprimentos de onda de 1505 nm e 1590 nm, os quais estão associados ao acoplamento entre o modo de núcleo e modos de casca. Ademais, nota-se que o aumento do número de incidências do *laser* de CO_2 fez com que uma maior fração da energia do modo de núcleo fosse acoplada ao modo de casca (fato evidenciado pelo aumento da profundidade dos vales presentes no espectro).



Figura 3.15 Espectros de transmissão medidos durante a fabricação de uma LPG induzida por um *laser* de CO₂. Período da rede: $\Lambda = 600 \ \mu m$. Potência do *laser*: 4.375W. Tempo de exposição em cada incidência: 50 ms.



Figura 3.16 Microscopia da lateral de uma fibra óptica polimérica após a incidência do laser de CO_2 (aumento 4x).

Além da realização de testes de gravação de redes de período longo em fibras ópticas convencionais, testes iniciais no sentido de se induzir LPGs em fibras ópticas plásticas também foram realizados. Tais testes iniciais versaram sobre a observação da geometria da fibra polimérica após a incidência do *laser* de dióxido de carbono sobre a mesma. A Figura 3.16 apresenta uma microscopia da lateral de uma fibra óptica polimérica após a incidência do *laser* de CO₂. Medidas ópticas ainda não foram realizadas. A realização de testes de gravação de LPGs em fibras plásticas é motivada pelo fato de tais fibras apresentarem a possibilidade de serem dopadas com espécies químicas de interesse – dado que as temperaturas para a fabricação das mesmas são reduzidas (centenas de graus Celsius) –, apresentarem maior flexibilidade com relação às fibras de vidro e grande liberdade para a escolha de microestruturas.

CONCLUSÕES

Apresentou-se, neste capítulo, o estudo de um sistema de sensoriamento de alta sensibilidade para análise de concentração de líquidos baseado em redes de período longo mecanicamente induzidas e fibras ópticas afinadas. O fato de o sensor ser baseado em redes mecanicamente induzidas faz com que o arranjo possa ser sintonizado de forma a se obter a resposta óptica desejada de forma simples. A fim de se demonstrar a possibilidade de aplicação do sistema sensor para avaliação de soluções aquosas com diferentes concentrações de solutos, o arranjo foi utilizado para avaliar concentrações de etanol dissolvido em água. A sensibilidade alcançada para tal sistema foi de (700 ± 30) nm/RIU.

Nota-se, no entanto, que a sensibilidade obtida para o sistema baseado nas LPGs é duas ordens de grandeza menor do que a sensibilidade atingida no sistema baseado em microfibras birrefringentes apresentado no CAPÍTULO 2. Apesar da menor sensibilidade, o sistema baseado nas redes de período longo é mais vantajoso do que o sistema baseado nas microfibras birrefringentes no que tange à sua robustez mecânica. A utilização de um *taper* de maior diâmetro e o fato de o mesmo não ser submetido a um processo de polimento, faz com que o *taper* utilizado na montagem do sensor baseados nas LPGs tenha maior resistência e seja menos suscetível a sofrer fraturas do que os *tapers* utilizados no sistema de microfibras birrefringentes.

Com o intuito de se demonstrar que o sensor baseado das LPGs possui sensibilidade adequada para o monitoramento de pequenas variações de índice de refração em ambientes aquosos, uma medida da evaporação de etanol dissolvido em água em função do tempo pôde também ser realizada. Assim, pode-se projetar o uso da plataforma de sensoriamento desenvolvida a partir das redes de período longo em medidas de monitoramento ambiental envolvendo a análise de concentrações de soluções aquosas.

Ademais, a técnica de gravação de redes de período longo a partir da utilização de um *la*ser de dióxido de carbono foi também abordada. Tal método de gravação possibilita a obtenção de redes permanentes – em contraste com as redes temporárias obtidas pelo método mecânico de gravação. A alteração estrutural provocada pela incidência do *laser* de CO_2 sobre a fibra e os espectros de tais redes puderam ser analisados.

Finalmente, iniciou-se o estudo da gravação de redes de período longo a partir do uso do laser de CO_2 em fibras ópticas plásticas. Observações da geometria da fibra após a incidência do laser de CO_2 já foram realizadas e planeja-se que medidas ópticas consistam em um tema a ser contemplado por um projeto de doutorado – de modo a continuar o desenvolvimento apresentado nesta dissertação.

CAPÍTULO 4

Associação de fibras birrefringentes

As discussões apresentadas no CAPÍTULO 2 e no CAPÍTULO 3 primaram pela exposição de sistemas sensores capazes de monitorar concentrações de soluções ao se aproveitar a dependência da resposta dos dispositivos propostos com o índice de refração do meio que envolvia a região sensível de tais arranjos.

No entanto, variações no índice de refração de solução podem não somente advir de variações nas concentrações das mesmas mas também de eventuais variações de temperatura. Para realizar os experimentos propostos no CAPÍTULO 2 e no CAPÍTULO 3, tomava-se o cuidado de se imergir a região sensível em líquidos submetidos às mesmas condições de temperatura. No entanto, em aplicações de sensoriamento ambiental, flutuações de temperatura podem acontecer e comprometer a qualidade da medida de sensoriamento realizada.

O desenvolvimento de sensores ópticos que permitam a medida de dois parâmetros físicos (índice de refração e temperatura, por exemplo) ao se utilizar o mesmo arranjo experimental é, portanto, de grande interesse. Nesse sentido, apresenta-se neste capítulo o desenvolvimento de uma montagem baseada na associação de duas fibras birrefringentes em série que possibilita a realização de medidas de sensoriamento de dois parâmetros físicos distintos (a partir de uma escolha adequada de qual tipo de fibra birrefringente se deve utilizar) ou do mesmo parâmetro físico em ambientes desconectados ou a medida de um mesmo parâmetro físico em um dado ambiente mas com resoluções diferentes.

Assim, a resposta de tal sistema foi primeiramente estudada de forma teórica a partir de uma descrição baseada nas matrizes de Jones ([17], [39], [40]) – cujo detalhamento é exposto no Apêndice C. Em seguida, experimentos foram realizados para validar os resultados teóricos e, finalmente, a fim de se caracterizar a resposta do sensor, uma medida de sensoriamento de temperatura em ambientes desconectados foi realizada.

FUNDAMENTAÇÃO DO SENSOR: ANÁLISE TEÓRICA

Como ressaltado na seção introdutória deste capítulo, uma configuração na qual duas fibras birrefringentes são dispostas em série no sentido de se obter um sensor para monitoramento de dois parâmetros físicos distintos ou do mesmo parâmetro físico em ambientes desconectados foi estudada. Para se construir tal sensor, faz-se uso de dois polarizadores (um na entrada do sistema e outro na saída) os quais são ajustados para se obter a resposta óptica desejada. A Figura 4.1 expõe um esquema para o sensor proposto.

Na montagem proposta (Figura 4.1), a luz proveniente de uma fonte de espectro largo (supercontínuo emitido por uma fibra de cristal fotônico – SC) é polarizada pelo primeiro polarizador (P₁) – o qual possui um ângulo α com relação ao plano horizontal –, de modo que os dois modos ortogonais da primeira fibra óptica são excitados. Um segundo polarizador (P₂), que possui um ângulo θ com relação ao plano horizontal, é posicionado após a extremidade da segunda fibra, de sorte que as ondas relativas aos modos ortogonais da fibra possam ser recombinadas e gerar um padrão de interferência no espectro de transmissão do sistema (medido em um analisador de espectro óptico – OSA). A primeira fibra tem comprimento L₁ e birrefringência de grupo G₁ e a segunda fibra tem comprimento L₂ e birrefringência de grupo G₂. O eixo de maior índice de refração da segunda fibra (eixo lento) possui um ângulo ϕ com relação ao plano horizontal.



Figura 4.1 Esquema do sensor baseado em fibras birrefringentes dispostas em série. SC: supercontínuo gerado por uma fibra de cristal fotônico (fonte de luz de espectro largo). P₁: primeiro polarizador; α : ângulo do primeiro polarizador; P₂: segundo polarizador; θ : ângulo do segundo polarizador; L₁: comprimento da primeira fibra; L₂: comprimento da segunda fibra; G₁: birrefringência de grupo da primeira fibra; G₂: birrefringência de grupo da segunda fibra; ϕ : ângulo da segunda fibra com relação ao plano horizontal; OSA: analisador de espectro óptico (*optical spectrum analyzer*).

Assim, a fim de se estudar as características do espectro de transmissão do sistema apresentado na Figura 4.1, um modelo teórico baseado nas matrizes de Jones foi utilizado. Os elementos ópticos são, portanto, descritos por matrizes e a resposta final do sistema (campo elétrico nos eixos ortogonais $E_x e E_y$) é dada pela multiplicação das mesmas. A equação (4.1) apresenta a equação matricial que descreve o sistema da Figura 4.1.

$$\vec{E} = \begin{pmatrix} E_{\chi} \\ E_{y} \end{pmatrix} =$$

$$= R^{-1}(\theta) P_{H}R(\theta) \quad R^{-1}(\varphi) F_{2}(L_{2}, G_{2}, \lambda) R(\varphi) \quad F_{1}(L_{1}, G_{1}, \lambda) \quad R^{-1}(\alpha) P_{H}R(\alpha) \quad \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}$$
(4.1)

onde

$$R(\delta) = \begin{pmatrix} \cos \delta & \sin \delta \\ -\sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix} , \qquad (4.2)$$

$$P_H = \begin{pmatrix} 1 & 0\\ 0 & 0 \end{pmatrix} , \qquad (4.3)$$

$$F_j(L_j, G_j, \lambda) = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{i\left(\frac{2\pi L_j G_j}{\lambda}\right)} \end{pmatrix} .$$
(4.4)

Deve-se notar que a matriz $R(\delta)$ é uma matriz de rotação, que P_H identifica um polarizador com eixo paralelo ao plano horizontal e que $F_j(L_j, G_j, \lambda)$ é a matriz que descreve as fibras birrefringentes (L_j e G_j identificam o comprimento e a birrefringência de grupo da fibra j, respectivamente). O termo multiplicado pela unidade imaginária na equação (4.4), $\left(\frac{2\pi L_j G_j}{\lambda}\right)$, contabiliza a diferença de fase entre as ondas que se propagam pela fibra com polarizações ortogonais. No Apêndice D, apresenta-se a dedução que justifica tal equação para a diferença de fase.

Ao se simplificar a equação (4.1), pode-se obter a equação (4.5), exposta a seguir.

$$\vec{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \xi & \cos\theta & \cos\alpha \\ \xi & \cos\alpha & \sin\theta \end{pmatrix} , \qquad (4.5)$$

onde

$$\xi = \cos(\theta - \varphi) \left(\cos\varphi \cos\alpha + e^{\frac{2\pi i L_1 G_1}{\lambda}} \sin\varphi \sin\alpha \right) - e^{\frac{2\pi i L_2 G_2}{\lambda}} \sin(\theta - \varphi) \left(\cos\alpha \sin\varphi - e^{\frac{2\pi i L_1 G_1}{\lambda}} \cos\varphi \sin\alpha \right) .$$
(4.6)

A expressão para os campos elétricos nas direções ortogonais – equação (4.5) – permite o cálculo da transmitância do sistema em decibéis. Para tanto, multiplica-se por 10 o logaritmo do produto escalar entre o vetor de Jones complexo conjugado transposto dos campos elétricos $\vec{E^+}$ e o vetor de Jones dos campos elétricos \vec{E} . A equação (4.7) mostra o resultado de tal operação.

$$T = 10 \log_{10} \left(\vec{E}^+ \cdot \vec{E} \right) = 10 \log_{10} \left(\xi^* \xi \cos^2 \alpha \right) , \qquad (4.7)$$

onde ξ^* é o complexo conjugado de ξ .

A análise do modelo teórico revela que é possível acessar a resposta de cada fibra em particular ao se ajustar convenientemente os ângulos dos polarizadores P₁ e P₂ do arranjo exposto na Figura 4.1. Ou seja, o modelo prevê a possibilidade de se obter, ao se sintonizar os ângulos α e θ dos polarizadores de entrada e saída, os espectros correspondentes a cada fibra (como se a configuração somente fizesse uso de uma fibra por vez) mesmo quando as mesmas estão emendadas e dispostas em série qualquer que seja o ângulo φ entre elas. A única condição que se impõe ao ângulo φ é que $\varphi \neq m\pi/2$, onde m é um número inteiro. Tal condição é imposta uma vez que se φ = $m\pi/2$, o eixos principais das fibras que compõem o sistema irão coincidir e o sistema irá atuar como se fosse formado por somente uma fibra.

Para se acessar a resposta da primeira fibra em particular, deve-se acoplar luz a ela de modo que a luz esteja polarizada em uma direção diferente da direção dos eixos principais da mesma – ajustando-se o ângulo α do primeiro polarizador ($\alpha = \pi/4$ para uma resposta otimizada) – e ajustar o ângulo θ do segundo polarizador de tal modo que seja satisfeita a igualdade $\theta = \varphi + \pi/2$ ou $\theta = \varphi$. Para esta situação, a transmitância do sistema (equação (4.7)) perde sua dependência com os parâmetros da segunda fibra (L₂ e G₂) e pode ser escrita como uma função oscilante somente dependente dos parâmetros da primeira fibra (L₁ e G₁). A equação (4.8) apresenta a transmitância para a situação na qual $\theta = \varphi + \pi/2$.

$$T\left(\theta = \varphi + \frac{\pi}{2}\right) = 10 \log_{10}\left[A(\alpha, \varphi) - B(\alpha, \varphi) \cos\left(\frac{2\pi L_1 G_1}{\lambda}\right)\right], \qquad (4.8)$$

onde

$$A(\alpha,\varphi) = \cos^2 \alpha \sin^2 \varphi \ \cos 2\varphi \ + \ \frac{\sin^2 2\alpha}{4} \ , \tag{4.9}$$

$$B(\alpha, \varphi) = \frac{\sin 2\alpha \ \sin 2\varphi}{4} \quad . \tag{4.10}$$

Para se acessar a resposta da segunda fibra, é necessário que se acople luz à primeira fibra de modo que a luz esteja polarizada na direção de um dos eixos principais da mesma (também ao se ajustar o ângulo α do primeiro polarizador de tal modo que o campo elétrico da luz oscile no eixo horizontal ou vertical da fibra; $\alpha = 0$ ou $\alpha = \pi/2$; no caso de se utilizar $\alpha = \pi/2$, deve-se trocar o vetor de Jones de entrada $\begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}$ pelo vetor ortogonal $\begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}$ para que a polarização de entrada não esteja orientada perpendicularmente ao eixo do primeiro polarizador) e que se ajuste o ângulo θ do segundo polarizador tal que $\theta \neq \phi + \pi/2$ e $\theta \neq \phi$ – pois se a igualdade for verificada a luz somente se propagará por um dos eixos da fibra e nenhuma modulação espectral será observada.

Para a situação que permite acessar a segunda fibra discutida no parágrafo anterior, a transmitância do sistema (equação (4.7)) perde sua dependência com os parâmetros da primeira fibra ($L_1 e G_1$) e pode ser escrita como uma função oscilante somente dependente dos parâmetros da segunda fibra ($L_2 e G_2$). A equação (4.11) apresenta a transmitância para o caso que se tem $\alpha = 0$.

$$T(\alpha = 0) = 10 \log_{10} \left[C(\theta, \varphi) - D(\theta, \varphi) \cos\left(\frac{2\pi L_2 G_2}{\lambda}\right) \right], \qquad (4.11)$$

onde

$$C(\alpha, \varphi) = \frac{1}{2} + \frac{1}{4}\cos 2\theta + \frac{1}{4}\cos[2(\theta - 2\varphi)] , \qquad (4.12)$$

$$D(\alpha, \varphi) = \frac{1}{2} \sin 2\varphi \, \sin[2(\theta - \varphi)] \quad . \tag{4.13}$$

Na Tabela 4.1, são apresentados os valores dos ângulos do primeiro (α) e do segundo (θ) polarizador que devem ser verificados para a obtenção das respostas individuais da primeira e da segunda fibra birrefringente.

Tabela 4.1 Valores dos ângulos dos polarizadores de entrada (α) e de saída (θ) que devem ser verificados para obtenção das respostas individuais da primeira e segunda fibra birrefringente.

	Ângulo do primeiro polariza-	Ângulo do segundo polarizador
	dor (a)	(θ)
Resposta primeira fibra	$\alpha \neq 0$ e $\alpha \neq \pi/2$	$\theta = \varphi \text{ ou } \theta = \varphi + \pi/2$
Resposta segunda fibra	$\alpha = 0$ ou $\alpha = \pi/2$	$\theta \neq \varphi \ e \ \theta \neq \varphi + \pi/2$

Nesse sentido, a Figura 4.2 apresenta um gráfico proveniente da simulação teórica da transmitância do sistema esquematizado na Figura 4.1 para as situações nas quais as respostas da primeira e da segunda fibra foram acessadas separadamente e para uma situação de resposta mista. Para se obter a resposta da primeira fibra, admitiu-se $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$ e $\varphi = \pi/3$ como os valores dos ângulos – deve-se notar que $\theta = \varphi + \pi/2$. Para que a resposta da segunda fibra fosse obtida, os ângulos $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$ e $\varphi = \pi/3$ foram escolhidos (já que se descreve uma situação de resposta mista, por sua vez, foi obtida ao se escolher $\alpha = \pi/4$, $\theta = 7\pi/12$ e $\varphi = \pi/3$ para os valores dos ângulos. As curvas na Figura 4.2 estão verticalmente deslocadas para melhor visualização.



Figura 4.2 Resultado da simulação teórica da transmitância para o sistema esquematizado na Figura 4.1 nos casos em que as respostas individuais da primeira e da segunda fibra e a resposta mista foram acessadas. Ângulos utilizados para cada situação: Resposta da primeira fibra: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$; Resposta da segunda fibra: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$; Resposta mista: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$; Resposta da com; L₂ = 80 cm; G₁ = G₂ = 1 x 10⁻⁴.

É válido observar que o número de vales (pontos de mínimo) nas respostas individuais das fibras depende do produto entre a birrefringência de grupo e o comprimento da fibra acessada. Tal fato pode ser entendido ao se observar, na matriz da equação (4.4), que quão maior for o produto entre o comprimento e a birrefringência de grupo da fibra, mais valores de comprimentos de onda implicarão que o expoente da exponencial seja um múltiplo ímpar de π .

Ademais, o número de vales por intervalo de comprimento de onda no espectro de transmissão do sistema (e, portanto, o produto da birrefringência de grupo pelo comprimento da fibra birrefringente) consiste em uma informação de grande importância quando da interpretação da resposta do arranjo proposto. Tal importância advém do fato de que é a partir da informação da quantidade de franjas por unidade de comprimento de onda que se pode identificar qual fibra está sendo acessada. Por exemplo, se a primeira e a segunda fibra tem a mesma birrefringência de grupo, é necessário que se faça uso de fibras com diferentes comprimentos – uma vez que se os comprimentos forem os mesmos seria impossível identificar qual das fibras estaria sendo monitorada; os distintos comprimentos das fibras fazem que a quantidade de franjas em um dado intervalo de comprimento de onda nas respostas individuais seja diferente.

Dessa forma, como o ajuste dos ângulos dos polarizadores de entrada e saída do sistema torna possível a obtenção das respostas individuais das fibras, decidiu-se investigar a dependência de tais respostas individuais para os casos nos quais a birrefringência das fibras monitoradas era variada. Esta análise é de grande valia pois, se existe uma alteração espectral que pode ser associada à variação da birrefringência da fibra, um sensor pode ser construído. A Figura 4.3 e a Figura 4.4 apresentam uma simulação sobre a dependência da resposta espectral do sistema para as ocasiões nas quais a birrefringência da fibra acessada é variada.

A Figura 4.3 apresenta a situação na qual a resposta da primeira fibra é acessada e a birrefringência de grupo da mesma é variada (parâmetros: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$). A Figura 4.4, por sua vez, apresenta a resposta da segunda enquanto a birrefringência da mesma é variada (parâmetros $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$).



Figura 4.3 Simulação para a resposta da primeira fibra referente ao caso no qual a birrefringência de grupo da mesma era variada. Parâmetros: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$.



Figura 4.4 Simulação para a resposta da segunda fibra referente ao caso no qual a birrefringência de grupo da mesma era variada. Parâmetros: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\phi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$.

Ao se observar a Figura 4.3 e a Figura 4.4, nota-se que existe um deslocamento das franjas de interferência ao passo que a birrefringência de grupo da fibra acessada varia. Tal deslocamento pode ser caracterizado ao se seguir a posição de qualquer ponto no espectro em função da birrefringência. Utilizar-se-á, nas análises aqui propostas, a posição dos pontos de mínimo do espectro (vales) a fim de se caracterizar o deslocamento espectral das franjas.

Como parâmetros como índice de refração, temperatura, tensão de elongação e pressão são exemplos de parâmetros físicos os quais podem ser sensoriados ao se utilizar fibras ópticas birrefringentes – como reportam os autores das referências [10], [18], [41], [42], [43] e [44] –, pode-se analisar que a configuração aqui proposta pode ser utilizada no sentido de se monitorar diferentes quantidades físicas ao se escolher as fibras birrefringentes adequadas (ou seja, deve-se levar em conta, ao se escolher a fibra a ser empregada na montagem, a sensibilidade da mesma ao parâmetro físico que se deseja sensoriar). Da mesma forma, tal arranjo é também capaz de monitorar a mesma grandeza física em ambientes desconectados (ao se dispor em série dois pedaços da mesma fibra birrefringente com diferentes comprimentos).

A fim de se completar a análise teórica do sensor, estudou-se se tal sistema apresentaria sensibilidade cruzada, isto é, se, ao medir a resposta da primeira fibra, possíveis variações na bir-refringência da segunda poderiam interferir na resposta do sistema e vice-versa.

Assim, para se avaliar tal questão, a birrefringência da segunda fibra foi variada quando a resposta da primeira fibra era acessada (parâmetros: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$). Analogamente, considerou-se a situação na qual a birrefringência da primeira fibra era variada enquanto a resposta da segunda fibra era monitorada (parâmetros $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$). Os resultados de simulação para tais situações estão expostos na Figura 4.5 e na Figura 4.6. Os espectros se encontram verticalmente deslocados para melhor visualização.

Pode-se perceber na Figura 4.5 e na Figura 4.6 que, como esperado, não há deslocamento espectral das franjas referente a variações no valor da birrefringência da fibra cuja resposta não está sendo monitorada. Portanto, é possível concluir que não há sensibilidade cruzada no sistema proposto. Ou seja, quando a resposta individual de uma dada fibra está sendo medida, variações no valor da birrefringência da fibra inativa não afetam a resposta do sensor.



Figura 4.5 Simulação para a resposta da primeira fibra quando a birrefringência da segunda era variada. Parâmetros: $\alpha = \pi/4, \theta = 5\pi/6, \varphi = \pi/3, L_1 = 40 \text{ cm}, L_2 = 80 \text{ cm}, G_1 = G_2 = 1 \times 10^4, \Delta G = 5 \times 10^{-7}$. Linhas tracejadas ajudam a perceber que não há sensibilidade cruzada.



Figura 4.6 Simulação para a resposta da segunda fibra quando a birrefringência da primeira era variada. Parâmetros: $\alpha = 0, \theta = 7\pi/12, \phi = \pi/3, L_1 = 40 \text{ cm}, L_2 = 80 \text{ cm}, G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}, \Delta G = 5 \times 10^{-7}$. Linhas tracejadas ajudam a perceber que não há sensibilidade cruzada.

Percebe-se, portanto, que as propriedades do sistema baseado nas fibras birrefringentes dispostas em série puderam ser teoricamente analisadas e que a forma que tal sistema pode ser utilizado para realizar o sensoriamento de diferentes parâmetros físicos ou do mesmo parâmetro em ambientes desconectados foi explicada. Na próxima seção, apresentar-se-á resultados experimentais referentes a tal configuração de fibras.

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DO SISTEMA E DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR DE TEMPERATURA

Para se estudar experimentalmente a resposta do sistema descrito na seção anterior, duas fibras de núcleo elíptico (*e-core*) com diferentes comprimentos ($L_1 = 18.1$ cm e $L_2 = 81.4$ cm) foram emendadas de acordo com a configuração da Figura 4.1. A Figura 4.7 apresenta as respostas individuais e mista do sistema as quais foram obtidas ao se ajustar os ângulos dos polarizadores de entrada e de saída (os espectros se encontram verticalmente deslocados para melhor visualização). Deve-se ressaltar que não há informação *a priori* sobre a orientação dos eixos principais nas extremidades da fibra e sobre o ângulo φ entre as fibras birrefringentes. Assim, o ajuste dos polarizadores é realizado por meio de tentativas.



Figura 4.7 Resposta do sistema para um arranjo de duas fibras de núcleo elíptico (*e-core*) dispostas em série (configuração da Figura 4.1). Comprimentos das fibras: $L_1 = 18.1$ cm e $L_2 = 81.4$ cm.

Os espectros apresentados na Figura 4.7 permitem o cálculo da birrefringência de grupo da fibra por meio da equação (2.3). Assim, pode-se encontrar o valor 3.8×10^{-4} para a birrefringência de grupo da fibra *e-core*. Tal valor é condizente ao valor 3.85×10^{-4} reportado pelos autores de [41].

Para checar que não existe sensibilidade cruzada no sistema aqui proposto, duas fibras *ecore* foram novamente emendadas em uma configuração em série (Figura 4.1). Como a fibra *ecore* é sensível à temperatura (ou seja, sua birrefringência varia com a temperatura), duas situações foram consideradas: primeiramente, aquecia-se a segunda fibra enquanto a resposta da primeira fibra era monitorada e, posteriormente, monitorava-se a resposta da segunda fibra enquanto a primeira fibra era aquecida. Não se observou deslocamento espectral das franjas em nenhuma das duas situações descritas, como se pode observar na Figura 4.8.

A fim de se prover maior versatilidade ao sistema exposto na Figura 4.1, uma configuração na qual uma fibra convencional (SMF-28) é disposta entre as fibras birrefringentes foi testada. A Figura 4.9 apresenta um diagrama para a configuração descrita.



Figura 4.8 Verificação da não existência de sensibilidade cruzada – pedaços de fibras *e-core* emendados segundo a configuração da Figura 4.1. (a) Resposta da primeira fibra enquanto a segunda fibra era aquecida ($L_1 = 42.0 \text{ cm e } L_2 = 102.5 \text{ cm}$). (b) Resposta da segunda fibra enquanto a primeira fibra era aquecida ($L_1 = 73.5 \text{ cm e } L_2 = 16.0 \text{ cm}$).



Figura 4.9 Esquema do sensor com uma fibra convencional (SMF-28) entre as fibras birrefringentes. SC: supercontínuo gerado por uma fibra de cristal fotônico (fonte de luz de espectro largo). P₁: primeiro polarizador; α: ângulo do primeiro polarizador; P₂: segundo polarizador; θ: ângulo do segundo polarizador; L₁: comprimento da primeira fibra; L₂: comprimento da segunda fibra; G₁: birrefringência de grupo da primeira fibra; G₂: birrefringência de grupo da segunda fibra; φ: ângulo da segunda fibra; OSA: analisador de espectro óptico (*optical spectrum analyzer*).

Com relação à configuração apresentada na Figura 4.9, medidas experimentais realizadas ao se associar fibras *e-core* a fibras convencionais (SMF-28) mostraram que as respostas individuais da primeira e da segunda fibra birrefringente podem ser obtidas mesmo com a existência da fibra convencional (reta ou curvada) entre as fibras birrefringentes, como se pode observar na Figura 4.10 (comprimento da fibra SMF-28: 113.0 cm; raio de curvatura típico de 4 cm; comprimento das fibras birrefringentes: $L_1 = 18.1$ cm e $L_2 = 81.4$ cm). As curvas se encontram verticalmente deslocadas para melhor visualização.



Figura 4.10 Respostas individuais segundo a configuração da Figura 4.9 para as situações em que se dispôs uma fibra convencional (SMF-28) reta e curva entre as fibras birrefringentes (fibras *e-core*). Comprimento da fibra SMF-28: 113.0 cm. Raio de curvatura típico: 4 cm; Comprimento das fibras birrefringentes: $L_1 = 18.1$ cm e $L_2 = 81.4$ cm.

A Figura 4.10, portanto, mostra que a birrefringência que pode ser induzida na fibra convencional pela curvatura não impõe dificuldades à obtenção das respostas individuais da primeira e da segunda fibra birrefringente. Como a birrefringência induzida por curvatura é pequena – aproximadamente 5.3×10^{-8} para uma fibra de sílica de 125 µm de diâmetro curvada por um raio de 10 cm, de acordo com as referências [40] e [45] –, a matriz que descreveria matematicamente a fibra convencional poderia ser aproximada como uma matriz identidade a ser inserida na equação (4.1), o que claramente não implica em nenhuma alteração nos resultados originais de tal equação. No entanto, é válido ressaltar que no caso de a fibra convencional emendada entre as fibras birrefringentes ser muito longa, poder-se-ia esperar que esta influenciasse a resposta final do sistema – posto que o pequeno atraso de fase entre os modos ortogonais (devido a existência de uma pequena birrefringência no guia de onda) seria acumulado por uma grande distância.

Nesse sentido, no intuito de se estudar a resposta do arranjo proposto como um sensor, uma medida de sensoriamento de temperatura de dois ambientes desconectados foi realizada ao se fazer uso da sensibilidade a temperatura oferecida por fibras PANDA (Figura 2.2b). Assim, duas fibras PANDA de comprimentos $L_1 = 31.2$ cm e $L_2 = 91.1$ cm foram emendadas a uma fibra convencional de comprimento 15.2 cm segundo a configuração da Figura 4.9. Utilizou-se fibras PANDA para a realização da medida de sensoriamento de temperatura pois estas provêm uma sensibilidade a temperatura 7 vezes maior do que a oferecida pelas fibras *e-core*. [43]

O experimento é realizado ao se acessar a resposta da primeira fibra para, em seguida, aquecê-la. Adquire-se, então, espectros referentes a tal resposta ao passo que a temperatura é aumentada. Finalmente, contabiliza-se o deslocamento espectral dos pontos de mínimo e constrói-se um gráfico de tal deslocamento em função da temperatura a fim de se calcular a sensibilidade do sistema. A sensibilidade da segunda fibra é medida de forma análoga.

No entanto, como o comprimento de fibra que é aquecido é o mesmo nas duas situações (comprimento de fibra aquecido: $L_{aquecido} = 10$ cm) e o comprimento das fibras PANDA são diferentes, pode-se perceber que diferentes porcentagens das fibras são aquecidas. O fato de diferentes frações das fibras serem aquecidas implica em uma diferença nas sensibilidades a temperatura a serem medidas. A relação entre as sensibilidades é, pois, dependente dos comprimentos das fibras empregadas na medida e pode ser calculada pela equação (4.14), deduzida no Apêndice E.

$$\frac{S_1}{S_2} = \frac{L_2}{L_1} \tag{4.14}$$

onde S_1 e L_1 são a sensibilidade e o comprimento da primeira fibra e S_2 e L_2 a sensibilidade e o comprimento da segunda fibra, respectivamente.

Os resultados para a medida de sensoriamento de temperatura são expostos na Figura 4.11, na Figura 4.12 e na Figura 4.13. A Figura 4.11 é relativa ao caso no qual a resposta da primeira fibra foi monitorada enquanto a mesma era aquecida. A Figura 4.12 diz respeito à situação na qual a resposta da segunda fibra era avaliada enquanto esta era aquecida. Finalmente, a Figura 4.13, expõe o deslocamento dos pontos de mínimo ($\Delta\lambda$) em função da variação de temperatura (Δ T).



Figura 4.11 Espectros medidos para a situação de aquecimento da primeira fibra PANDA. Ângulos dos polarizadores: P₁ = 350°; P₂ = 145°. Comprimento das fibras PANDA: L₁ = 31.2 cm; L₂ = 91.1 cm. Comprimento de fibra SMF-28 entre as fibras PANDA: 15,2 cm. Comprimento de fibra aquecido: 10 cm.



Figura 4.12 Espectros medidos para a situação de aquecimento da segunda fibra PANDA. Ângulos dos polarizadores: $P_1 = 5^\circ$; $P_2 = 90^\circ$. Comprimento das fibras PANDA: $L_1 = 31.2$ cm; $L_2 = 91.1$ cm. Comprimento de fibra SMF-28 entre as fibras PANDA: 15,2 cm. Comprimento de fibra aquecido: 10 cm.



Figura 4.13 Deslocamento espectral dos pontos de mínimo ($\Delta\lambda$) em função da variação de temperatura (Δ T). Sensibilidades a temperatura: S₁ = sensibilidade primeira fibra = - (0.74 ± 0.04) nm/°C e S₂ = sensibilidade segunda fibra = - (0.25 ± 0.03) nm/°C.

Nota-se, portanto, que a temperatura da primeira e da segunda fibra puderam ser monitoradas de forma independente. Se tais fibras são posicionadas em ambientes distintos, pode-se, pois, realizar uma medida de sensoriamento de temperatura em ambientes desconectados.

Percebe-se também que as sensibilidades medidas foram diferentes. Como explicado anteriormente – quando da discussão da equação (4.14) –, a razão para tal diferença está centrada no fato de que diferentes porcentagens do comprimento das fibras são aquecidas durante a medida (o comprimento de fibra aquecido é o mesmo nas duas situações – $L_{aquecido} = 10$ cm – mas os comprimentos das fibras são diferentes – $L_1 = 31.2$ cm e $L_2 = 91.1$ cm).

Ao se dividir as sensibilidades obtidas no experimento $-S_1 = -(0.74 \pm 0.04)$ nm/°C e $S_2 = -(0.25 \pm 0.03)$ nm/°C –, pode-se calcular (S_1/S_2)_{experimento} = (3.0 ± 0.4). Ao se substituir os comprimentos das fibras birrefringentes na equação (4.14), pode-se obter (S_1/S_2)_{previsto} = 2.9. Assim, é possível constatar que a razão experimental entre as sensibilidades está consistente com a razão prevista pela equação (4.14) e que o sensor de temperatura para monitoramento de ambientes desconectados pôde ser obtido e caracterizado.

Ademais, como analisado anteriormente, deve-se salientar que o sensor proposto neste capítulo é capaz de monitorar qualquer parâmetro físico ao qual uma determinada fibra birrefringente é sensível – seria possível, por exemplo, monitorar variações de temperatura e de índice de refração (ao se utilizar fibras PANDA [43] e microfibras birrefringentes – [10], [18]) ou variações de temperatura e de pressão hidrostática (ao se utilizar fibras PANDA [43] e fibras de cristal fotônico cuja birrefringência seja uma função da pressão aplicada sobre a fibra [44]). Tal propriedade permite a projeção, por exemplo, de se aplicar tal sensor em uma medida biológica de concentração de microorganismos em um ambiente aquoso (associando-se as variações de concentração a variações de índice de refração) associada a uma medida de sensoriamento de temperatura. Nesta aplicação, seria possível utilizar uma microfibra birrefringente (sensível a variações de índice de refração) ([10], [18]) e uma fibra birrefringente sensível a variações de temperatura como a fibra PANDA [43].

É necessário, também, ressaltar que o sistema aqui proposto pode ser utilizado para sensoriar o mesmo ambiente com diferentes resoluções, uma vez que o número de franjas no espectro (e, consequentemente, a largura a meia altura dos vales) depende do comprimento da fibra birrefringente de forma tal que quanto mais longa a fibra, menor a largura dos vales. Assim, caso se deseje realizar uma medida com alta resolução, a resposta da fibra mais longa deve ser avaliada e, se uma menor resolução é desejável, a resposta da menor fibra deve ser monitorada. Igualmente, deve-se analisar que, além da resolução, o intervalo dinâmico da medida (intervalo de variação do parâmetro físico a ser medido; intervalo de temperatura a ser avaliado, por exemplo) deve ser considerado quando do planejamento de uma dada medida. Esta é uma consideração importante uma vez que o aumento da resolução faz com que os vales passem a se localizar em posições espectrais mais próximas. Nesse sentido, se o deslocamento dos vales é maior do que a separação entre os mesmos, é possível que ocorra ambiguidade quando da interpretação da resposta do sistema. Logo, uma medida de alta resolução requer que o intervalo dinâmico da medida seja pequeno e uma medida de menor resolução, por sua vez, permite que um maior intervalo dinâmico possa ser avaliado.

CONCLUSÕES

Neste capítulo, o desenvolvimento de um sensor óptico baseado em uma configuração que emprega duas fibras birrefringentes em série foi apresentado. O arranjo experimental é dotado de dois polarizadores (um na entrada do sistema e outro na saída) os quais podem ser ajustados de forma a se obter as respostas das fibras de forma individual.

A fim de se obter a descrição teórica do sistema, utilizou-se o formalismo das matrizes de Jones (Apêndice C). Obteve-se, assim, a resposta do sistema (campo elétrico nas direções ortogonais) e calculou-se a transmitância do mesmo em função do comprimento de onda.

Como a resposta do sensor aqui proposto é baseada na obtenção de respostas individuais das fibras do sistema e no monitoramento das variações espectrais associadas a variações na birrefringência das fibras acessadas, pode-se analisar que tal sistema pode ser empregado para realizar o sensoriamento de qualquer parâmetro físico ao qual uma dada fibra birrefringente é sensível. Assim, a escolha das fibras a serem dispostas no arranjo proposto deve ser associada ao parâmetro físico que se deseja medir. Pode-se projetar, por exemplo, a aplicação de tal sensor em uma medida biológica de concentração de microorganismos em um ambiente aquoso (relacionando-se as variações de concentração a variações de índice de refração) associada a uma medida que contabilize variações de temperatura no ambiente avaliado. Nesta aplicação, poder-se-ia utilizar uma microfibra birrefringente (sensível a variações de índice de refração) e uma fibra birrefringente sensível a variações de temperatura como a fibra PANDA.

Tal sensor também permite a realização de medidas de sensoriamento de um mesmo parâmetro físico em ambientes desconectados por meio da utilização de duas fibras birrefringentes do mesmo tipo mas com comprimentos diferentes. Da mesma forma, pode-se construir o sensor de forma a se obter a mais adequada relação resolução-intervalo dinâmico à medida a ser realizada.

Finalmente, com o intuito de se caracterizar experimentalmente a resposta do sensor e demonstrar sua versatilidade, o mesmo foi utilizado para monitorar variações de temperatura em ambientes desconectados a partir da utilização de fibras PANDA emendadas.

CAPÍTULO 5

Seda como material óptico

Como ressaltado anteriormente nesta dissertação, o desenvolvimento de biosensores consiste em um assunto de grande interesse na atualidade dada a necessidade de se detectar e identificar substâncias ou microorganismos em situações de diagnósticos médicos ou monitoramento ambiental. [1]

No entanto, a maioria das plataformas utilizadas para medidas de biosensoriamento óptico são baseadas na utilização de vidros, semicondutores ou polímeros artificiais. Tais materiais requerem condições não suaves para que sejam processados e não são biocompatíveis, o que limita seu emprego em sistemas implantados. [46]

Biopolímeros, por sua vez, podem oferecer diversas vantagens com relação aos materiais usuais dado que seu processamento ocorre em condições amenas e geralmente à temperatura ambiente, o que permite a direta adição de dopantes biológicos durante o processamento do biopolímero. Ademais, tais polímeros podem ser biocompatíveis e biodegradáveis, diferentemente dos polímeros inorgânicos. [46]

Assim, a demanda por interfaces e sensores ópticos para aplicações biomédicas tem motivado a atividade de pesquisa científica no sentido da obtenção de componentes fotônicos biocompatíveis. Nesse contexto, a seda emergiu como um material promissor que poderia conectar as técnicas ópticas e biológicas, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e ópticas, biocompatibilidade, biodegradabilidade controlável e implantabilidade. [47]

A fibroína da seda é um material particularmente interessante para que se explore a integração entre as funções ópticas e biológicas em um único elemento pois ela requer um processamento simples e pode ser funcionalizada, bem como apresenta a propriedade de gerar morfologias ópticas relevantes. Logo, a fibroína da seda pode ser referenciada como uma classe única de biopolímeros devido a sua estrutura e propriedades. As fibras de seda obtidas a partir dos casulos da larva *Bombyx mori*, por exemplo, consistem em umas das mais fortes e resistentes fibras naturais e oferecem muitas oportunidades para funcionalização, processamento e integração com plataformas biológicas quando comparadas aos polímeros convencionais. [46]

A fibroína da seda obtida a partir dos casulos da larva *Bombyx mori* pode ser processada em várias formas. Géis, esponjas, bolhas, filmes, matrizes tridimensionais e fibras nanométricas são exemplos de elementos que podem ser produzidos a partir da seda. A Figura 5.1 apresenta o processo de transformação da seda (que será descrito de forma mais detalhada a seguir), o qual envolve a fervura dos casulos seguida de purificação para a remoção de glicoproteínas como a sericina (que pode causar reações adversas em humanos). O processamento resulta em uma solução aquosa da fibroína da seda. Esta solução pode ser então transformada para que se obtenha a forma final desejada. ([47], [48])

Dentre as diversas formas que a seda pode ser transformada encontram os filmes finos. Estes elementos possuem grande interesse no campo da óptica e da fotônica uma vez que são transparentes e apresentam uma superfície bastante suave. Tais filmes são fabricados ao se depositar a solução da fibroína da seda sobre um substrato. A solução, ao secar, cristaliza-se em um filme de seda o qual pode ter sua espessura controlada desde poucos nanômetros até centenas de micrometros. [47]

Ademais, os filmes de seda podem ser biologicamente ativados ao serem dopados com algum elemento biológico de interesse (Figura 5.2(a)) ou nanopadronizados, permitindo o desenvolvimento de estruturas que confinem fluidos para aplicações de sensoriamento (Figura 5.2(b)). ([47], [49])



Silk solution preparation

Figura 5.1 Preparação dos elementos ópticos a partir dos casulos da larva Bombyx mori. Um holograma obtido a partir da solução de seda é também apresentado (extraído de [47]).



Figura 5.2 (a) Filme de seda dopado com a enzima *horseadish peroxidase*. O filme sofre uma mudança de coloração (1, 2, 3, 4) quando é exposto ao composto tetrametilbenzidina. A alteração de cor está associada à redução da enzima. (b) Microscopia eletrônica de um filme de seda nanopadronizado (extraído de [47] e [49]).

É também possível criar elementos difrativos a partir da seda ao se replicar redes de difração usuais de 600 a 3600 ranhuras por milímetro. Tais redes de difração obtidas a partir da seda possuem resposta óptica comparável às redes de difração usuais. Igualmente, elementos ópticos como lentes e arranjos de microlentes podem ser produzidos a partir da seda, o que demonstra o potencial de se utilizar a seda para fabricação de elementos ópticos sofisticados. A Figura 5.3 apresenta uma série de elementos ópticos fabricados a partir da solução de seda.



Figura 5.3 (a) Filme de seda; imagem através de uma (b) lente de seda e de um (c) arranjo de microlentes de seda; (d) elemento difrativo bidimensional; (e) rede de difração; (f) holograma de luz branca (extraído de [47])

Outra plataforma de interesse no âmbito dos elementos ópticos produzidos a partir da seda são os guias de onda. Tal plataforma se torna interessante devido a sua capacidade de transporte e manipulação da luz de maneira controlada. Em muitas aplicações biomédicas, estes elementos funcionais necessitam ser inseridos diretamente em ambientes nos quais existem células vivas, fazendo-se necessário que o material do guia de onda seja biocompatível. Além disso, para dispositivos biofotônicos implantáveis, pode ser desejável que os componentes sejam biodegradáveis. Assim, o uso da seda para obter guias de onda ópticos abre grandes oportunidades para atividades de sensoriamento biológico. [50]

Guias de onda poliméricos são geralmente produzidos a partir de complicadas técnicas de fabricação, envolvendo o uso de produtos químicos perigosos, exposição à radiação UV, altas temperaturas e altos níveis de pressão. Tais técnicas são, portanto, incompatíveis para a fabricação de componentes biológicos. Portanto, técnicas mais suaves para a produção de guias de onda a partir de moléculas biológicas possuem grande necessidade de desenvolvimento. [50]

Uma técnica denominada *direct ink writing* pode ser utilizada para a fabricação de guias de onda ópticos de seda. Esta é uma técnica simples e barata a qual faz uso de um sistema de três eixos controlado por computador que move uma seringa a qual abriga uma solução viscosa de seda. A solução é liberada a partir de uma agulha conectada à seringa quando se aplica pressão à solução. A solução é preparada de modo que possa fluir pela agulha e sofrer uma rápida solidificação, a fim de manter um aspecto de filamento. A Figura 5.4 ilustra o processo de fabricação descrito acima. [50]



Figura 5.4 Ilustração da fabricação de guias de onda a partir da solução de seda (extraído de [50])

Guias de onda retilíneos e curvos puderam ser produzidos a partir desta técnica. Tais guias foram testados de modo a guiar luz de uma fonte de luz laser de He:Ne a um comprimento de onda de 633 nm. A perda óptica reportada é comparável àquela observada em filmes finos de seda, o que indica que a fabricação de guias de onda de seda pode significar um novo caminho para a geração de elementos fotônicos biocompatíveis e biodegradáveis. [50]

Pode-se, pois, identificar que o uso da seda no âmbito da óptica tem produzido uma grande contribuição científica tanto no quesito da fabricação de elementos ópticos usuais quanto na geração de novas plataformas biofotônicas. Ademais, é possível observar que o uso da seda é de grande importância para o desenvolvimento de uma nova classe de materiais biofotônicos os quais podem ser integrados ao corpo humano e que podem prover vantagens desde seu processamento (já que a seda é processada em condições suaves) até seu emprego em medidas biológicas (dada a capacidade de incorporação de componentes biológicos nos elementos produzidos a partir da seda).

Nesse sentido, tendo descrito as características dos elementos ópticos que podem ser obtidos a partir da seda, bem como as possibilidades de aplicações deste novo material tecnológico no âmbito da biofotônica, passaremos a apresentar as atividades iniciadas durante um período de estágio de 4 meses na Tufts University (Boston – EUA) sob orientação do Prof. Dr. Fiorenzo G. Omenetto.

As atividades desenvolvidas versaram sobre três eixos principais e serão descritas nas seções que se seguem:

- Produção da solução de fibroína da seda;
- Estudo de um interferômetro constituído por um filme de seda depositado sobre a ponta de uma fibra óptica convencional;
- Produção de bolhas de seda e tentativa de acoplamento de luz nas mesmas;

PRODUÇÃO DA SOLUÇÃO DE FIBROÍNA DA SEDA

A solução de fibroína da seda é produzida a partir dos casulos da larva *Bombyx mori* (Figura 5.5). Em tais casulos, além da fibroína da seda (proteína interessante para a realização dos experimentos), estão presentes a sericina (que é uma glicoproteína não biocompatível responsável por manter as fibras de seda aglutinadas) e impurezas.

Assim, a fim de se eliminar a sericina, os casulos devem ser cortados em pequenos pedaços e fervidos em uma solução de carbonato de sódio por um período entre 30 e 45 minutos. Ao final do processo de fervura, pode-se perceber que as fibras de seda não mais estão aglutinadas como no casulo, mas com uma aparência de "algodão". O fato de as fibras não estarem mais aglutinadas indica que a sericina foi eliminada. Após o processo de fervura, deixa-se que a seda seque durante uma noite. A Figura 5.6 apresenta a seda após a secagem.

O passo seguinte para a obtenção da solução de seda é a diluição da seda em uma solução de brometo de lítio. Para tanto, coloca-se a seda dentro de um béquer e despeja-se a solução de brometo de lítio sobre ela. O béquer é então levado a um forno a 60°C, sendo retirado após um período de 4 horas. O resultado final é uma solução amarelada bastante viscosa, como se apresenta na Figura 5.7.



Figura 5.5 Casulos da larva Bombyx mori.



Figura 5.6 Seda após o processo de secagem.



Figura 5.7 Solução de seda e brometo de lítio.

A seda dissolvida em brometo de lítio necessita ser filtrada, uma vez que ainda não está livre de impurezas. Para que a filtragem seja realizada, insere-se a solução acima referenciada dentro de um cassete de diálise (Figura 5.8(a)) o qual, por sua vez, é inserido em um béquer com água deionizada (Figura 5.8(b)).

Como o cassete possui uma membrana semipermeável, isto é, uma membrana permeável a moléculas pequenas (como a água) mas não permeável a moléculas grandes (como a fibroína da seda), a solução passa a ser filtrada, de modo que a proteína de interesse permanece dentro do cassete. A água do béquer deve ser substituída diversas vezes durante o processo de filtração, a saber, após intervalos de 30 minutos, 1 hora, 3 horas, 12 horas, 24 horas, 36 horas e 48 horas.



Figura 5.8 (a) Cassete de diálise preenchido com solução de seda. (b) Cassete de diálise inserido em um béquer com água deionizada para realização da filtração.

Após o período de filtração, a solução resultante é retirada do cassete de diálise a partir do uso de uma seringa e inserida em tubos para a realização de centrifugação. O processo de centrifugação é realizado para que as últimas impurezas possam ser eliminadas. A solução deve ser centrifugada a uma temperatura de 4°C por 20 minutos (cada tubo deve ser submetido ao processo de centrifugação por duas vezes).

Ao final do processo de centrifugação obtém-se a solução aquosa de fibroína da seda (Figura 5.9) que pode ser utilizada para a fabricação dos diferentes tipos de elementos ópticos de interesse.



Figura 5.9 Solução aquosa de fibroína da seda.

Pode-se analisar que o processo de fabricação da solução de seda foi aprendido durante o período de estágio no exterior. Tal aprendizado é de grande valia, posto que, doravante, podemos fabricar a solução de seda em nosso laboratório, tornando possível a continuidade dos experimentos iniciados no exterior (a serem descritos em sequência).

INTERFERÔMETRO: FILME DE SEDA DEPOSITADO SOBRE A PONTA DE UMA FIBRA ÓPTICA CONVENCIONAL

Com o intuito de se obter um sistema óptico de sensoriamento que integrasse a seda a fibras ópticas convencionais, um interferômetro baseado na deposição de um filme de seda na ponta de uma fibra óptica foi estudado.

A fabricação do interferômetro é bastante simples e consiste em posicionar uma gota da solução de seda produzida de acordo com o método referenciado na seção anterior sobre a ponta de uma fibra óptica conectorizada. Utilizamos uma fibra óptica conectorizada uma vez que esta possui uma área de superfície maior do que a fibra nua – o que facilita a deposição da gota da solução de seda sobre a ponta da fibra.

Após depositar a gota sobre a ponta da fibra (5 μ L de solução de seda), espera-se 12h para que a água evapore e para que o filme de seda seja formado sobre a ponta da fibra óptica. A Figura 5.10 esquematiza a fabricação do interferômetro.



Figura 5.10 Esquema da fabricação do interferômetro. Uma gota da solução de seda é depositada sobre a superfície da ponta da fibra óptica e, após a secagem, obtém-se o filme de seda.

Para que a resposta do interferômetro seja medida, emenda-se a fibra na qual se fabricou o filme de seda a um circulador óptico segundo a configuração indicada na Figura 5.11. A configuração apresentada abaixo permite com que o sinal emitido pela fonte de espectro largo seja refletido pela extremidade da fibra (com o filme de seda) e, posteriormente, medido pelo analisador de espectro óptico (OSA).

Esta configuração consiste de um interferômetro uma vez que a luz refletida na interface fibra-seda interfere com a luz refletida pela interface seda-ar. O espectro de reflexão do interferômetro acima referenciado é caracterizado por uma coleção de franjas de interferência, indicando que para alguns comprimentos de onda se observa interferência construtiva (picos) e, para outros, observa-se interferência destrutiva (vales). A Figura 5.12 apresenta um espectro típico deste interferômetro.

A relação de fase entre as ondas no interferômetro é uma função da espessura do filme de seda e do índice de refração do mesmo (o índice de refração da seda é 1.54 para o comprimento de onda de 633 nm [50]). Nesse sentido, alterações de índice de refração do filme implicariam em um deslocamento espectral das franjas de interferência (sendo mantida a espessura do filme).



Figura 5.11 Configuração utilizada para a medida da resposta do interferômetro. Luz de espectro largo é inserida na entrada do sistema e a resposta do mesmo é medida em um analisador de espectro óptico (OSA).



Figura 5.12 Espectro de reflexão referente ao interferômetro formado pelo filme de seda depositado sobre a ponta da fibra óptica.

Assim, decidimos dopar a seda com hemoglobina uma vez que esta apresenta dois estados (oxigenado e desoxigenado) com distintos índices de refração. O objetivo seria, portanto, estudar (a partir da utilização do interferômetro formado pelo filme de seda na ponta da fibra óptica) a transição entre os estados oxigenado e desoxigenado da hemoglobina por meio do deslocamento espectral das franjas interferométricas e, assim, obter um sensor que pudesse identificar a presença de oxigênio. A Figura 5.13(a) apresenta uma gota da solução seda dopada com hemoglobina depositada sobre a ponta da fibra óptica e a Figura 5.13(b) apresenta o filme após a secagem.



(a)

(b)

Figura 5.13 (a) Gota da solução de seda dopada com hemoglobina depositada sobre a ponta da fibra óptica. (b) Extremidade da fibra óptica depois da secagem.

Para se estudar a alteração nos estados da hemoglobina deve-se submeter o filme situado na ponta da fibra óptica a ambientes "com" e "sem" oxigênio. Para tanto, uma câmara foi construída para que a fibra pudesse ser posicionada nestes ambientes (Figura 5.14). A câmara possui uma entrada e uma saída para gases. O conector da fibra pode ser atarraxado na câmara de modo que a ponta da fibra fique submetida ao fluxo dos gases a serem injetados na câmara – para se obter uma atmosfera livre de oxigênio, faz-se fluir nitrogênio pela câmara; para se obter um ambiente com oxigênio, abre-se a câmara de modo que o ar atmosférico repopule a mesma.

A resposta do interferômetro foi então medida em função do tempo para as situações "com" (câmara aberta) e "sem" (fluxo de nitrogênio) oxigênio. A Figura 5.15(a) e a Figura 5.15(b) apresentam a evolução do espectro do interferômetro em função do tempo para estas situações. Pode-se notar que quando se abre a câmara, as franjas se deslocam para comprimentos de onda maiores e, quando nitrogênio é injetado na câmara, as franjas de deslocam para comprimentos de onda menores.



Figura 5.14 Câmara construída para posicionar a ponta da fibra sob os fluxos dos gases de interesse.


Figura 5.15 Resposta do interferômetro para as situações de (a) câmara aberta e (b) sob fluxo de nitrogênio. Filme de seda dopado com hemoglobina.

Uma medida que alternava intervalos de câmara aberta e fluxo de nitrogênio pôde, pois, ser realizada. A Figura 5.16 apresenta a evolução da localização de uma franja do espectro do interferômetro em função do tempo. Podemos notar que as franjas vão para sentidos opostos e que o sistema poderia atuar como um sensor da presença de oxigênio – uma vez que nossa hipótese é a de que estamos obtendo uma variação de índice de refração do filme devido à mudança no estado da hemoglobina e que não temos variação de espessura do filme.



Figura 5.16 Evolução da localização de uma franja do espectro em função do tempo para uma medida que alternou situações de câmara aberta (CA) e fluxo de nitrogênio. Filme de seda dopado com hemoglobina.

No entanto, a medida acima referenciada foi repetida para um filme de seda não dopado e a mesma resposta foi obtida. Dessa forma, pudemos perceber que não somente estávamos medindo variação de índice de refração, mas também uma variação de espessura do filme de seda.

Esta variação de espessura poderia ser explicada pelo fato de estarmos submetendo o filme a diferentes níveis de umidade – o nitrogênio é proveniente de uma garrafa de gás comprimido e possui umidade próxima a 0%; o ambiente atmosférico, por sua vez, apresenta níveis de umidade relativa próximos a 60%. Esta poderia ser uma explicação plausível pois, mesmo após o filme de seda ser formado, este ainda apresenta moléculas de água em sua constituição. Dessa forma, quando se reduz drasticamente a umidade do meio ao qual o filme está imerso, moléculas de água estariam sendo liberadas do filme fazendo sua espessura diminuir. Quando a câmara é aberta o inverso estaria ocorrendo.

A fim de se tentar resolver este problema, começamos a procurar formas pelas quais se pudesse reduzir a quantidade de água no filme de seda para que a variação de espessura pudesse ser suprimida. Testes puderam ser realizados no sentido de se tratar o filme com metanol antes da realização do experimento – o tratamento com metanol faz com que a seda se cristalize e que uma menor porcentagem de água possa ser abrigada em sua estrutura. Tal medida, entretanto, não so-lucionou o problema da variação da espessura do filme de seda.

Nesse sentido, caso o experimento com a hemoglobina continue se mostrando inviável, planejamos alterar o elemento que dopa a seda. Utilizaríamos azobenzeno como o dopante da seda e, dessa forma, estudaríamos a variação no índice de refração deste composto decorrente da transição entre seus estados de isomeria cis e trans – os quais são acessados ao se incidir luz azul sobre o azobenzeno. [51]

Ademais, planejamos a continuidade dos experimentos no sentido de se tentar medir a proliferação de bactérias sobre a superfície do filme de seda. Estamos, pois, estudando a possibilidade de se estimular tal proliferação de bactérias para que possamos realizar os primeiros testes no futuro.

PRODUÇÃO DE BOLHAS DE SEDA E TENTATIVA DE ACOPLAMENTO DE LUZ

Outro tema trabalhado com relação ao desenvolvimento de elementos ópticos a partir da seda foi a produção de bolhas de seda. O objetivo da produção de tais bolhas é de se acoplar luz nas mesmas ao se aproximar um *taper* (fibra óptica afinada) a elas.

A hipótese inicial é a de que a bolha pode guiar modos ressonantes, o que geraria um padrão de vales e picos no espectro de transmissão do *taper*. A localização dos vales e picos seria dependente do índice de refração das bolhas. Assim, se o índice de refração destas pudesse ser variado, poderíamos fabricar um sensor de índice de refração.

Nesse sentido, passamos a fabricar bolhas de seda sobre uma superfície de vidro. As bolhas são produzidas com o auxílio de uma micro-pipeta e possuem formato de hemisfério. A Figura 5.17 apresenta uma coleção de bolhas de seda.

Como referenciado anteriormente, para o experimento de se acoplar luz nas bolhas de seda, um *taper* deve ser aproximado a uma bolha em particular. Para tanto, uma pequena caixa foi construída para abrigar o *taper* e um sistema de translação manual foi utilizado para aproximar a bolha ao *taper*. A Figura 5.18(a) expõe o sistema utilizado para aproximar a bolha do *taper* e a Figura 5.18(b) apresenta uma vista superior (obtida em um microscópio) da bolha e do *taper* quando foram aproximados. O *taper* utilizado possuía 3 µm de diâmetro.



Figura 5.17 Bolhas de seda produzidas sobre superfície de vidro.



Figura 5.18 (a) Sistema utilizado para aproximar as bolhas ao *taper*. O *taper* está abrigado na caixa a direita e um sistema de translação é utilizado para aproximar as bolhas ao *taper*. (b) Vista superior (obtida em um microscópio óptico) para a ocasião na qual a bolha foi aproximada ao *taper*. Diâmetro do *taper*: 3 μm. O círculo colorido observado na parte central da bolha de seda é apenas efeito da iluminação do sistema de microscopia.

Como o *taper* possui um diâmetro muito pequeno, uma grande fração do campo evanescente da luz que propaga pela fibra óptica se encontra fora dos limites do taper. Assim, ao se aproximar o *taper* da bolha de seda, espera-se que uma parcela da luz que viaja pelo mesmo seja acoplada à bolha.

Como ressaltado anteriormente, nossa hipótese inicial era a de que modos ressonantes fossem acoplados à bolha e um padrão de vales e picos fosse observado no espectro de transmissão do *taper*. Mediu-se, então, a transmissão do *taper* para a ocasião na qual a bolha foi aproximada do mesmo. Obteve-se o resultado exposto na Figura 5.19.



Figura 5.19 Espectro de transmissão do *taper* para situação em que foi aproximado da bolha de seda.

Pode-se notar um padrão de picos e vales no espectro acima exposto. Entretanto, a distância entre os vales no espectro é muito maior do que a esperada segundo a teoria de ressonadores – uma vez que, para a distância entre vales observada, a equação dos ressonadores prevê que a bolha possua um diâmetro de 12 μ m (valor que seria somente quatro vezes maior que o diâmetro do *taper*, o que visivelmente não corresponde à realidade – vide Figura 5.18(b)).

Assim, observamos que a bolha não estava atuando como um ressonador. Uma segunda hipótese seria a de que a bolha poderia admitir que poucos modos fossem acoplados a ela e a interferência entre tais modos forneceria o espectro exposto na Figura 5.19. No entanto, tal configuração necessita ser estudada de forma mais detalhada, visto que tal geometria pode ser capaz de admitir a propagação de diferentes conjuntos de modos.

Tentativas para a produção de bolhas de seda esféricas também foram realizadas. Utilizamos uma asa de borboleta (Figura 5.20(a)) como superfície para apoiar as bolhas, uma vez que esta consiste de uma superfície altamente hidrofóbica. A Figura 5.20(b) apresenta uma bolha esférica produzida sobre a superfície da asa de borboleta.

Igualmente, tentamos aproximar o taper à bolha esférica produzida sobre a asa de borboleta. Porém, nesse caso, nenhum espectro característico foi ainda observado.



(a)

(b)

Figura 5.20 (a) Asa de borboleta. (b) Bolha de seda produzida sobre a asa de borboleta.

Tal experimento, portanto, necessita ser melhor estudado. Assim, procuraremos realizar simulações numéricas as quais possam fornecer-nos informações úteis para um melhor entendimento do experimento. Do mesmo modo, continuaremos com os testes experimentais no sentido de se tentar obter novamente o espectro característico de picos e vales na transmissão do *taper* para, posteriormente, buscar alterar as características da bolha de seda (dimensões e índice de refração) a fim de se produzir um sensor baseado nesta montagem.

CONCLUSÕES

Pode-se constatar que a realização do estágio de pesquisa no exterior possibilitou o estudo de diferentes experimentos com elementos ópticos produzidos a partir da seda – filmes e bolhas de seda –, propiciando um importante aprendizado sobre técnicas de manipulação de um novo material tecnológico que pode ser utilizado em aplicações biológicas. Além disso, é possível analisar que o aprendizado acerca da técnica de produção da solução de seda é de grande importância no que tange à continuidade dos experimentos iniciados no exterior, uma vez que doravante podemos fabricar tal solução em nosso laboratório no Brasil.

Nesse sentido, projetamos que os experimentos com os elementos ópticos produzidos a partir da seda sejam um dos temas a serem abordados no doutorado. A continuidade dos experimentos descritos nas seções anteriores é de grande importância, uma vez que a seda consiste em uma plataforma de grande interesse acadêmico e com grande potencial de aplicação à área de sensoriamento biológico.

Ademais, pode-se analisar que a realização do estágio fomentou uma intensificação na relação de colaboração entre os grupos envolvidos, o que propiciará a realização de novos projetos no futuro.

CAPÍTULO 6

Conclusões gerais

Apresentou-se, nesta dissertação, o desenvolvimento de plataformas sensoras baseadas em fibras ópticas para monitoramento de soluções de índice de refração em torno de 1.33 (faixa de interesse para sensoriamento de amostras aquosas). Assim, pode-se avaliar que tais tecnologias possuem grande potencial de aplicabilidade em medidas de monitoramento biológico. A abordagem de diversas técnicas ópticas propiciou um grande desenvolvimento prático das montagens associadas a tais sensores além de um grande aprendizado dos temas relacionados.

Primeiramente, expôs-se o estudo de um sensor de variações de índice de refração baseado em microfibras birrefringentes. Tais microfibras são fabricadas a partir de fibras ópticas convencionais que são lateralmente polidas.

Com relação a tal sistema, estudou-se a evolução da birrefringência de grupo da microfibra em função do seu diâmetro, bem como se realizou uma medida de sensoriamento de variações de índice de refração ao se medir soluções de etanol e água com diferentes concentrações. Um altíssimo valor foi obtido para a sensibilidade do sistema – $(3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU o que demonstra seu grande potencial de aplicação para a realização de medidas biológicas.

O sistema baseado nas microfibras birrefringentes, no entanto, apresenta baixa robustez uma vez que o polimento debilita a fibra, tornando-a mais frágil e suscetível sofrer a fraturas. Desse modo, apresentou-se, em seguida, o desenvolvimento e caracterização de um sensor baseado em redes de período longo mecanicamente induzidas o qual se mostrou muito mais robusto que o sensor baseado nas fibras birrefringentes – posto que o polimento não é realizado e se utiliza um *taper* de maior diâmetro.

O sensor baseado nas redes de período longo é construído a partir de uma configuração que emprega duas redes de período longo dispostas em série e de sorte que a região de fibra entre as redes é afinada para que uma maior sensibilidade seja atingida. A sensibilidade alcançada pelo sistema de redes de período longo – (700 ± 20) nm/RIU – é menor do que a atingida pelo sistema

de microfibras birrefringentes mas, mesmo assim, é capaz de monitorar pequenas variações de índice de refração em ambientes aquosos (como se mostrou em uma medida da evaporação de etanol quando dissolvido em água), o que permite a projeção da utilização de tal sensor como sensor de amostras biológicas.

Motivados pelo fato de que, em medidas de variações de índice de refração, o monitoramento de possíveis variações de temperatura se mostra muito desejável, um sensor para avaliação de dois parâmetros físicos distintos foi também desenvolvido. Tal sensor é construído ao se emendar duas fibras birrefringentes – cujo tipo deve ser escolhido ao se considerar o parâmetro físico que se deseja sensoriar – e as dispor em uma configuração dotada de um polarizador de entrada e outro de saída. O ajuste dos polarizadores permite que as respostas individuais das fibras dispostas na configuração em série sejam obtidas, fazendo com que o parâmetro ao qual a fibra é sensível possa ser monitorado. Para demonstrar a versatilidade do sistema, um sensor de temperatura para monitoramento de ambientes desconectados foi caracterizado.

Finalmente, apresentou-se o início do desenvolvimento de sistemas construídos a partir de elementos ópticos que empregam seda. Tal desenvolvimento foi iniciado durante um estágio realizado no exterior (Tufts University – Boston – EUA) sob orientação do Prof. Dr. Fiorenzo G. Omenetto. Assim, apresentou-se o processo de fabricação da solução de fibroína da seda, bem como o estudo de um interferômetro construído a partir da deposição de um filme fino de seda sobre a ponta de uma fibra óptica e de uma configuração de acoplamento de luz a bolhas de seda utilizando fibras afinadas.

Com relação às perspectivas futuras, planejamos estudar, durante o desenvolvimento de um projeto de pesquisas para um doutorado, a obtenção de microfibras birrefringentes a partir da realização de um pré-processamento das fibras convencionais utilizando um *laser* de dióxido de carbono para causar a assimetria do guia de onda. Imaginamos que a criação da assimetria a partir da utilização do *laser*, ao invés do emprego de uma lixa, tornará o sistema mais robusto, dado que este consistiria de um método que provocaria menores danos à fibra durante o pré-processamento.

Igualmente, planejamos a continuidade da realização dos testes de fabricação de redes de período longo induzidas em fibras ópticas plásticas, do estudo acerca do arranjo de fibras birrefringentes para o caso em que mais do que duas fibras são utilizadas, bem como dos experimentos utilizando seda como um material óptico. Logo, é possível constatar que foram apresentadas nesta dissertação diferentes plataformas de sensoriamento utilizando fibras ópticas (baseadas em microfibras birrefringentes, redes de período longo, associações de fibras birrefringentes e em associações com elementos ópticos produzidos a partir da seda). Tais plataformas são capazes de avaliar variações de índices de refração com alta sensibilidade, de modo que podemos projetar o uso das mesmas como sensores para monitoramento de soluções biológicas.

REFERÊNCIAS

1. **Prasad, P. N.** *Introduction to biophotonics*. Hoboken, NJ, USA : Wiley Interscience, 2003. 0-471-28770-9.

2. Saleh, B. E. A., Teich, M. C. Fundamentals of photonics. New York, NY, USA : Wiley Interscience, 1991. 0-471-83965-5.

3. Leung, A., Shankar, P. M., Mutharasan, R. A review of fiber optic biosensors. *Sensors and Actuators B*. 2007, Vol. 125.

4. Bhatia, V., Vengsarkar, A. M. Optical fiber long-period grating sensors. *Optics Letters*. 1996, Vol. 21, 9.

5. Tong, L., Zi, F., Guo, X., Lou, J. Optical microfibers and nanofibers: A tutorial. *Optics Communications*. 2012, Vol. 285.

6. Russel, P. Photonic crystal fibers. Science. 2003, Vol. 299, 5605.

7. Corres, J. M., Matias, I. R., Bravo, I., Arregui, F. J. Tapered optical fiber biosensor for detection of anti-gliadin antibodies. *Sensors and actuators B*. 2008, Vol. 135.

8. Kim, D. W., Zhang, Y., Cooper, K. L., Wang, A. Fibre optic interferometric immuno-sensor using long period grating. *Electronics Letters*. 2006, Vol. 42, 6.

9. Weast, R. C., Astle M. J. Handbook of chemistry and physics. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 1979.

10. Beltrán-Mejía, F., Osório, J. H., Biazoli, C. R., Cordeiro, C. M. B. D-microfibers. *Journal of Lightwave Technology*. 2013, Vol. 31, 16.

11. Osório, J. H., Mosquera, L., Gouveia, C. J., Biazoli, C. R., Hayashi, J. G., Jorge, P. A. S., Cordeiro, C. M. B. High sensitivity LPG Mach–Zehnder sensor for real-time fuel conformity analysis. *Measurement and Science Technology*. 2013, Vol. 24.

12. Osório, J. H., Cordeiro, C. M. B. Optical sensor based on two in series birefringent optical fibers. *Applied Optics*. 2013, Vol. 52, 20.

13. Kamikawashi, R. C., Abe, I., Paterno, A. S., Kalinowski, H. J., Muller, M., Pinto, J. L., Fabris, J. L. Determination of thermo-optic coefficient in liquids with fiber Bragg grating refractometer. *Optics Communications*. 2008, Vol. 281.

14. Yin, S., Ruffin, P. B., Yu, F. T. S. Fiber optic sensors. Boca Raton, FL, USA : CRC Press, 2008. 978-1-4200-5365-4.

15. **Espinel, Y. A. V.** Estudo das características ópticas de fibras de cristal fotônico (PCF) sob pressão hidrostática aplicada. *Dissertação (Mestrado em Física)*. Universidade Estadual de Campinas : s.n., 2011.

16. Buck, J. A. Fundamentals of optical fibers. Hoboken, N. J.: Wiley-Interscience, 2004. 0-471-22191-0.

17. Fowles, G. R. Introduction to modern optics. New York, NY, USA : Dover Publications, 1989. 0-486-65957-7.

18. Li, J, Sun, L., Gao, S., Quan, Z., Chang, Y., Ran, Y., Jin, L, Guan, B. Ultrasensitive refractive-index sensors based on rectangular silica microfibers. *Optics Letters*. 2011, Vol. 36, 18.

19. Xuan, H., Ju, J., Jin, W. Highly birefringent optical microfibers. *Optics Express*. 2010, Vol. 18, 4.

20. Chesini, G. Dispositivos ópticos baseados em fibras de cristal fotônico com eletrodos integrados. *Dissertação de mestrado - IFGW - Unicamp*. 2009.

21. Bilodeau, F., Hill, K., Faucher, S., Johnson, D. Low-loss highly over-coupled fused couplers: fabrication and sensitivity to external pressure. *Journal of Lightwave Technology*. 1988, Vol. 6, 10.

22. Birks, T. A., Li, Y. W. The shape of fiber tapers. *Journal of Lightwave Technology*. 1992, Vol. 10, 4.

23. Nguyen, H.C., Kuhlmey, B. T., Mägi, E. C., Steel, M. J., Domachuck, P., Smith, C. L., Eggleton, B. J. Tapered photonic crystal fibres: properties, characterization and applications. *Applied Physics B* . 2005, Vol. 81.

24. Jung, Y., Brambilla, G., Oh, K., Richardson, D. J. Highly birefringent silica microfiber. *Optics Letters*. 2010, Vol. 35, 3.

25. Vazques, G., Alvarez, E., Navaza, J. M. Surface tension of alcohol + water from 20 to 50°C. *Journal of Chemical & Engineering Data*. 1995, Vol. 40.

26. **Heller, W.** Remarks on refractive index mixtures rules. *Journal of Physical Chemistry*. 1965, Vol. 69.

27. Vengsarkar, A. M., Lemaire, P. J., Judkins, J. B., Bhatia, V., Erdogan, T., Sipe, J. E. Long-period fiber gratings as band-rejection filters. *Journal of Lightwave Technology*. 1996, Vol. 14, 1.

28. Kondo, Y., Nouchi, K., Mitsuyu, T., Watanabe, M., Kazansky, P. G., Hirao, K. Fabrication of long-period fiber gratings by focused irradiation of infrared femtosecond laser pulses. *Optics Letters*. 1999, Vol. 24, 10.

29. Chan, H. M., Alhassen, F., Tomov, I. V., Lee, H. P. Fabrication and mode identification of compact long-period gratings written by CO2 laser. *Photonics Technology Letters*. 2008, Vol. 20.

30. Smietana, M., Bock, W. J., Mikulic, P. Comparative study of long-period gratings written in a boron co-doped fiber by an electric arc and UV radiation. *Measurement and Science Technology*. 2010, Vol. 21.

31. Savin, S., Digonnet, M. J., Kino, G. S., Shaw, H. J. Tunable mechanically induced long-period grating. *Optics Letters*. 2000, Vol. 25.

32. Beltrán-Mejía, F., Cordeiro, C. M. B., Andrés, P., Silvestre, H. Broadband dispersion compensation using inner cladding modes in photonic crystal fibers. *Optics Express*. 2012, Vol. 20, 4.

33. Chen, X., Zhang, L., Zhou, K., Davies, E., Sugden, K., Hughes, M., Hine, A. Real-time detection of DNA interactions with long-period fiber-grating-based biosensor. *Optics Letters*. 2007, Vol. 32.

34. Ding, J. F., Zhang, A. P., Shao, L. Y., Yan, J. H., He, S. Fiber-taper seeded long-period pair as a highly sensitive refractive-index sensor. *Photonics Technology Letters*. 2005, Vol. 17.

35. Falate, R., Kamikawachi, R. C., Muller, M., Kalinowski, H. J., Fabris, J. L. Fiber optic sensors for hydrocarbon detection. *Sensors Actuators B*. 2005, Vol. 105.

36. Cordeiro, C. M. B., Osório, J. H., Biazoli, C. R. Sensor óptico de alta sensibilidade para avaliação de adulteração de combustíveis empregando redes de período longo e fibras ópticas afinadas. Brasil, 2011.

37. Zibaii, M. I., Kazemi, A., Latifi, H., Azar, M. K., Hosseini, S. M., Ghezelaiagh, M. H. Measuring bacterial growth by refractive index tapered fiber optic biosensor. *Journal of Photochemistry and photobiology B.* 2010, Vol. 101.

38. Li, Y., Wei, T., Montoya, J. A., Saini, S. V., Lan, X., Tang, X., Tong, J., Xiao, H. Measurement of CO2-laser-irradiation-induced refractive index modulation in single-mode fiber toward long-period grating design and fabrication. *Applied Optics*. 2008, Vol. 47, 29.

39. Gerrard, A., Burch, J. M. Introduction to matrix methods in optics. s.l.: Dover Books on Physics, John Wiley and Sons, 1975.

40. **Kumar, A., Ghatak, A.** *Polarization of light with applications in optical fibers.* Bellingham, WA, USA : SPIE, 2011. 978-0-8194-8215-0.

41. Frazão, O., Baptista, J. M. T., Santos, J. L. Recent advances in high-birefringence fiber loop mirror sensors. *Sensors*. 2007, Vol. 7.

42. Chu, R. H., Zou, J. J. Transverse strain sensing based on optical solc filter. *Optical Fiber Technology*. 2010, Vol. 16.

43. Zhang, F., Lit, J. W. Y. Temperature and strain sensitivity measurements of highbirefringent polarization-mantaining fibers. *Applied Optics*. 1993, Vol. 32, 13.

44. Fu, H. Y., Tam, H. Y., Shao, L. Y., Dong, X., Wai, P. K. A., Lu, C., Khijwania, S. K. Pressure sensor realized with polarization-mantaining photonic cristal fiber-based Sagnac interferometer. *Applied Optics*. 2008, Vol. 47, 15.

45. Ulrich, R., Rashleigh, S. C., Eickhoff, W. Bending-induced birefringence in single-mode fibers. *Optics Letters*. 1980, Vol. 5, 6.

46. Lawrence, B. D., Cronin-Golomb, M., Georgakoudi, I., Kaplan, D. L., Omenetto, F. G. Bioactive silk protein biomaterial systems for optical devices. *Biomacromolecules*. 4, 2008, Vol. 9.

47. Omenetto, F. G., Kaplan, D. L. A new route for silk. *Nature Photonics*. 2008, Vol. 2.

48. **Omenetto, F.G., Kaplan, D. L.** New opportunities for an ancient material. *Science*. 2010, Vol. 329.

49. Amsden, J. J., Domachuck, P., Gopinath, A., White, R. D., Negro, L. D., Kaplan, D. L., Omenetto, F. G. Rapid nanoimprinting of silk fibroin films for biophotonic applications. *Advanced Materials.* 2010, Vol. 22.

50. Parker, S. T., Domachuk, P., Amsden, J., Bressner, J., Lewis, J. A., Kaplan, D. L., Omenetto, F. G. Biocompatible silk printed optical waveguides. *Advanced Materials*. 2009, Vol. 21.

51. Cronin-Golomb, M., Murphy, A. R., Mondia, J. P., Kaplan, D. L., Omenetto, F. G. Optically induced birefringence and holography in silk. *Polymer Physics*. 2012, Vol. 50, 15.

APÊNDICES

APÊNDICE A

Dedução da equação da sensibilidade

Neste apêndice, deduzir-se-á a equação da sensibilidade para configurações de fibras birrefringentes (equação (2.4)). Para tanto, deve-se considerar que a medida da sensibilidade de tais configurações são baseadas no monitoramento da localização das franjas de interferência no espectro de transmissão de tais fibras (vide Figura 2.17).

Assim, deve-se primeiramente escrever a diferença de fase entre os modos ortogonais que se propagam na fibra birrefringente. Tal diferença de fase pode ser expressa por meio das constantes de propagação $\beta_x \in \beta_y$, correspondentes aos modos com campo elétrico oscilante na direção horizontal e na direção vertical, respectivamente. A equação (A.1) apresenta a expressão para a diferença de fase \Box acima referenciada.

$$\phi = \left[\beta_x(\eta, \lambda) - \beta_y(\eta, \lambda)\right] L \tag{A.1}$$

onde L é o comprimento da fibra birrefringente, η é um parâmetro ao qual a fibra birrefringente é sensível (e.g. índice de refração, temperatura, pressão) e λ é o comprimento de onda.

Para a situação de um mínimo no espectro de transmissão da fibra birrefringente, a diferença de fase deve ser um múltiplo ímpar de π . Logo, pode-se escrever para um ponto de mínimo:

$$\phi_{min} = \left[\beta_{x,min}(\eta,\lambda) - \beta_{y,min}(\eta,\lambda)\right]L = (2m+1)\pi \tag{A.2}$$

onde *m* é um número inteiro.

Consideremos, agora, uma variação no valor das constantes de propagação devido a uma variação no parâmetro η ao qual a fibra é sensível. Tal variação nas constantes de propagação pode ser contabilizada ao valor inicial ao se realizar uma expansão de Taylor em torno dos valores iniciais $\beta_x(\eta_0, \lambda) \in \beta_y(\eta_0, \lambda)$ – aproximação em primeira ordem.

$$\beta_{\chi}(\eta,\lambda) = \beta_{\chi}(\eta_0,\lambda) + \frac{\partial\beta_{\chi}}{\partial\eta}d\eta + \frac{\partial\beta_{\chi}}{\partial\lambda}d\lambda$$
(A.3)

$$\beta_{\mathcal{Y}}(\eta,\lambda) = \beta_{\mathcal{Y}}(\eta_0,\lambda) + \frac{\partial\beta_{\mathcal{Y}}}{\partial\eta}d\eta + \frac{\partial\beta_{\mathcal{Y}}}{\partial\lambda}d\lambda$$
(A.4)

Substituindo as expansões expressas nas equações (A.3) e (A.4) na equação (A.2), podese obter:

$$(2m+1)\pi = \left[\beta_x(\eta_0,\lambda) + \frac{\partial\beta_x}{\partial\eta}d\eta + \frac{\partial\beta_x}{\partial\lambda}d\lambda - \beta_y(\eta_0,\lambda) - \frac{\partial\beta_y}{\partial\eta}d\eta - \frac{\partial\beta_y}{\partial\lambda}d\lambda\right]L$$
(A.5)

$$(2m+1)\pi = \left[\beta_x(\eta_0,\lambda) - \beta_y(\eta_0,\lambda)\right]L + \left(\frac{\partial\beta_x}{\partial\eta} - \frac{\partial\beta_y}{\partial\eta}\right)L \,d\eta + \left(\frac{\partial\beta_x}{\partial\lambda} - \frac{\partial\beta_y}{\partial\lambda}\right)L \,d\lambda$$
(A.6)

Mas, pela equação (A.2), pode-se concluir que $[\beta_x(\eta_0, \lambda) - \beta_y(\eta_0, \lambda)]L = (2m + 1)\pi$. Logo:

$$0 = \left(\frac{\partial \beta_x}{\partial \eta} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \eta}\right) L \, d\eta + \left(\frac{\partial \beta_x}{\partial \lambda} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \lambda}\right) L \, d\lambda \tag{A.7}$$

 $\operatorname{Como} \frac{\partial \beta}{\partial \lambda} = \frac{\partial \beta}{\partial \omega} \frac{\partial \omega}{\partial \lambda} \text{ (onde } \omega \text{ é a frequência angular da onda) e a velocidade de grupo v_g é dada por <math>v_g = \frac{\partial \omega}{\partial \beta}$, podemos escrever:

$$\frac{\partial \beta}{\partial \lambda} = \frac{1}{v_g} \frac{\partial \omega}{\partial \lambda} \tag{A.8}$$

Porém, como a frequência angular pode ser escrita como $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$, onde c é a velocidade da luz, obtém-se, a partir da equação (A.8):

$$\frac{\partial \beta}{\partial \lambda} = \frac{1}{v_g} \frac{\partial}{\partial \lambda} \left(\frac{2\pi c}{\lambda} \right) = -\frac{1}{v_g} \frac{2\pi c}{\lambda^2} = -\left(\frac{c}{v_g} \right) \frac{2\pi}{\lambda^2}$$
(A.9)

E, como o índice de refração de grupo n_g é dado por $n_g = \frac{c}{v_g}$, temos que:

$$\frac{\partial \beta}{\partial \lambda} = -\frac{2\pi n_g}{\lambda^2} \tag{A.10}$$

Assim, ao se calcular a diferença presente no segundo termo da equação (A.7), obtém-se:

$$\left(\frac{\partial \beta_x}{\partial \lambda} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \lambda}\right) = -\frac{2\pi n_{g,x}}{\lambda^2} + \frac{2\pi n_{g,y}}{\lambda^2}$$
(A.11)

$$\left(\frac{\partial \beta_x}{\partial \lambda} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \lambda}\right) = -\frac{2\pi G}{\lambda^2} \tag{A.12}$$

uma vez que a birrefringência de grupo G é dada por $G = n_{g,x} - n_{g,y}$.

Para calcular a diferença presente no primeiro termo, deve-se usar que $\beta = \frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}$ (onde n_{eff} é o índice de refração efetivo) e que, portanto, $\frac{\partial \beta}{\partial \eta} = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial n_{eff}}{\partial \eta}$. Assim:

$$\left(\frac{\partial\beta_x}{\partial\eta} - \frac{\partial\beta_y}{\partial\eta}\right) = \frac{2\pi}{\lambda}\frac{\partial}{\partial\eta}\left(n_{eff,x} - n_{eff,y}\right)$$
(A.13)

$$\left(\frac{\partial \beta_x}{\partial \eta} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \eta}\right) = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial B}{\partial \eta}$$
(A.14)

pois a birrefringência de fase B é dada por $B = n_{eff,x} - n_{eff,y}$.

Substituindo-se as equações (A.12) e (A.14) na equação (A.7), pode-se obter que:

$$0 = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial \beta}{\partial \eta} L \, d\eta - \frac{2\pi G}{\lambda^2} L \, d\lambda \tag{A.15}$$

$$\frac{d\lambda}{d\eta} = \frac{\lambda}{G} \frac{\partial B}{\partial \eta} \tag{A.16}$$

Assim, pode-se perceber que a equação (A.16) é a forma geral da equação (2.4), uma vez que na equação (2.4), o parâmetro η foi substituído por n_{ext} (índice do meio externo à fibra), que é o fator ao qual a microfibra birrefringente apresentada no CAPÍTULO 2 é sensível.

Sensor de concentração de etanol em gasolina utilizando redes de período longo

A fim de se demonstrar a versatilidade do sensor de índice de refração baseado em redes de período longo e fibras afinadas exposto no CAPÍTULO 3, realizou-se uma medida de sensoriamento da concentração de etanol em gasolina. Utilizou-se, para tanto, a configuração exposta na Figura 3.9 com redes de período $\Lambda = 600 \ \mu m$ e comprimento L = 20 mm as quais distavam 410 mm uma à outra. A distância entre as redes foi escolhida de modo que a largura das franjas fosse reduzida (largura a meia altura da ordem de 1 nm) para se obter uma medida com alta resolução.

Analogamente ao caso de sensoriamento de soluções de etanol e água, a região do *taper* foi imersa em soluções com diferentes concentrações de etanol e gasolina e a posição espectral das franjas de interferência monitorada em função do índice de refração da solução. A Figura B.1 apresenta a resposta do interferômetro para a ocasião em que este atua como um sensor de concentração de etanol em gasolina.



Figura B.1 Resposta do interferômetro para as situações nas quais o taper estava imerso em soluções de etanol e gasolina. LPGs: $\Lambda = 600 \ \mu m$ e L = 20 mm. Distância entre as redes: 410 mm. Diâmetro do *taper*: 10 μm .

A equação (2.5) é novamente empregada para encontrar os índices de refração das soluções em contato com o *taper* ao se utilizar 1.359 para o índice de refração do etanol [9] e 1.424 para o índice de refração da gasolina comercial [35]. Assim, pode-se construir um gráfico da posição das franjas de interferência em função do índice de refração do meio externo à região de fibra afinada, como se mostra na Figura B.2.

Considerando o deslocamento das franjas apresentado na Figura B.2, pode-se calcular a sensibilidade média do sistema: (930 ± 50) nm/RIU. Em termos da concentração de etanol em gasolina, pode-se calcular uma sensibilidade de (0.62 ± 0.05) nm/% de etanol dissolvido em gasolina. Este resultado é 18 vezes maior do que o resultado obtido para uma configuração sem a região de fibra afinada. Tal valor de sensibilidade é também 4 vezes maior da sensibilidade reportada pelos autores da referência [35].

Ao se utilizar o valor para a largura a meia altura das franjas no espectro citado anteriormente ($\Delta\lambda = 1$ nm), pode-se estimar o limite de resolução para o sistema descrito. A estimativa é realizada ao se considerar que é possível distinguir duas franjas se estas estiverem localizadas a uma distância espectral mínima de $\Delta\lambda/25 = 0.04$ nm. Assim, pode-se calcular, ao se utilizar o valor da sensibilidade do sistema, que a resolução do sensor é 0.06% de etanol.



Figura B.2 Posição espectral de três franjas de interferência em função do índice de refração associado às soluções de etanol e gasolina.

Logo, pode-se constatar que um sensor para avaliação da concentração de etanol em gasolina pôde ser desenvolvido ao se utilizar a configuração baseada em redes de período longo e fibras afinadas esquematizada na Figura 3.9.

Representação da luz polarizada: vetores e matrizes de Jones

Em se tratando de aplicações referentes à luz polarizada, é geralmente desejável que se conheça a alteração provocada no estado de polarização da luz quando esta atravessa um determinado componente óptico (e.g. polarizadores e meios birrefringentes). Nesse sentido, o formalismo de Jones apresenta-se como uma forma de se descrever tais alterações a qual se baseia na representação de um dado estado de polarização por um vetor de duas componentes denominado vetor de Jones, além de fazer uso de matrizes 2x2 para representar os elementos ópticos os quais a luz transpassa. [40]

Uma forma geral de se representar a amplitude de uma onda plana harmônica consiste em se descrever tal onda como uma soma de duas componentes linearmente polarizadas que viajam em direções ortogonais, como se expressa na equação (C.1). [17]

$$\vec{E} = E_x \hat{x} + E_y \hat{y} = |E_x| e^{i\varphi_x} \hat{x} + |E_y| e^{i\varphi_y} \hat{y}$$
(C.1)

A representação de Jones consiste em apresentar tal campo como um vetor de duas componentes, como exposto na equação (C.2). Tal vetor é denominado vetor de Jones. [17]

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} |E_x|e^{i\varphi_x} \\ |E_y|e^{i\varphi_y} \end{pmatrix}$$
 (C.2)

A forma normalizada de tal vetor pode ser encontrada ao se dividir o mesmo pela raiz quadrada da soma dos quadrados de suas componentes, a saber $\sqrt{|E_x|^2 + |E_y|^2}$. [17]

r	Tabela C1. Representação de alguns elementos ópticos por matrizes de Jones. [17]

Elemento óptico	Matriz de Jones
Polarizador linear com eixo horizontal	$\begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix}$
Polarizador linear com eixo vertical	$\begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$
Meio birrefringente	$egin{pmatrix} 1 & 0 \ 0 & e^{i\delta} \end{pmatrix}$

No formalismo de Jones, representa-se um dado elemento óptico o qual será transpassado pela luz por uma matriz 2x2. Tais matrizes que descrevem os elementos ópticos são chamadas de matrizes de Jones. A Tabela C.1 apresenta exemplos de matrizes de Jones utilizadas para descrever alguns elementos ópticos. [17]

Nesse sentido, pode-se utilizar o cálculo de Jones para calcular as mudanças no estado de polarização de um feixe quando este atravessa determinado elemento óptico ao se multiplicar a matriz do elemento óptico em questão, $\begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix}$, pelo vetor de Jones que representa o estado de polarização inicial, $\begin{pmatrix} A \\ B \end{pmatrix}$, conforme se expõe na equação (C.3). [17]

$$\begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A \\ B \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A' \\ B' \end{pmatrix}$$
(C.3)

Da mesma forma, se a luz atravessa uma série de elementos ópticos, o resultado final para o estado de polarização da luz é obtido ao se multiplicar as matrizes de Jones que descrevem os elementos ópticos utilizados na configuração analisada. [17]

$$\begin{pmatrix} a_n & b_n \\ c_n & d_n \end{pmatrix} \dots \begin{pmatrix} a_2 & b_2 \\ c_2 & d_2 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 & b_1 \\ c_1 & d_1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A \\ B \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A' \\ B' \end{pmatrix}$$
(C.4)

Logo, é possível, a partir do formalismo de Jones, descrever as alterações no estado de polarização de dado feixe de luz ao passar por determinado elemento óptico ao se efetuar uma simples multiplicação matricial.

Diferença de fase entre modos ortogonais de uma fibra birrefringente

Deduzir-se-á neste apêndice a equação para a diferença de fase presente na matriz de Jones que descreve a fibra birrefringente (fator que multiplica a unidade imaginária na equação (4.4)): — Para tanto, consideremos um espectro de transmissão típico (Figura D.1) resultante da interferência entre os modos ortogonais de uma fibra birrefringente – obtido, por exemplo, segundo a configuração da Figura 2.9. Tal espectro é caracterizado pela existência de franjas de interferência sendo que os pontos de máximo identificam comprimentos de onda para os quais se observou interferência construtiva e os pontos de mínimo se referem aos comprimentos de onda para os quais se teve interferência destrutiva.



Figura D.1 Representação de um espectro típico de interferência entre duas ondas.

Cada ponto no espectro é, portanto, formado a partir da interferência entre as ondas correspondentes aos modos ortogonais da fibra óptica birrefringente. Assim, pode-se escrever para as diferenças de fase $\varphi_1 e \varphi_2$ associadas aos comprimentos de onda $\lambda_1 e \lambda_2$ da Figura D.1:

$$\varphi_1 = \left[\beta_x(\lambda_1) - \beta_y(\lambda_1)\right]L \tag{D.1}$$

$$\varphi_2 = \left[\beta_x(\lambda_2) - \beta_y(\lambda_2)\right]L \tag{D.2}$$

onde $\beta_x(\lambda_i)$ e $\beta_y(\lambda_i)$ são as constantes de propagação dos modos ortogonais e L é o comprimento da fibra birrefringente.

Como cada ponto do espectro está associado a um valor de diferença de fase, pode-se encontrar um valor de diferença de fase Φ ao se comparar dois pontos do espectro de interferência. Dessa forma, tem-se:

$$\Phi = \varphi_2 - \varphi_1 = \left[\left(\beta_x(\lambda_2) - \beta_y(\lambda_2) \right) - \left(\beta_x(\lambda_1) - \beta_y(\lambda_1) \right) \right] L$$
(D.3)

ou, ainda:

$$\Phi = \left[\left(\beta_x(\lambda_2) - \beta_x(\lambda_2) \right) - \left(\beta_y(\lambda_2) - \beta_y(\lambda_1) \right) \right] L$$
(D.4)

Assumimos, neste momento, uma dependência linear entre $\beta(\lambda_1) \in \beta(\lambda_2)$ para as duas polarizações, de tal modo que é possível escrever:

$$\beta_{x}(\lambda_{2}) = \beta_{x}(\lambda_{1}) + \frac{\partial \beta_{x}}{\partial \omega} [\omega(\lambda_{2}) - \omega(\lambda_{1})]$$
(D.5)

$$\beta_{y}(\lambda_{2}) = \beta_{y}(\lambda_{1}) + \frac{\partial \beta_{y}}{\partial \omega} [\omega(\lambda_{2}) - \omega(\lambda_{1})]$$
(D.6)

ou, ao se definir $\Delta \omega = \omega(\lambda_2) - \omega(\lambda_1)$:

$$\beta_x(\lambda_2) - \beta_x(\lambda_1) = \frac{\partial \beta_x}{\partial \omega} \Delta \omega \tag{D.7}$$

$$\beta_{y}(\lambda_{2}) - \beta_{y}(\lambda_{1}) = \frac{\partial \beta_{y}}{\partial \omega} \Delta \omega$$
 (D.8)

Substituindo as equações (D.7) e (D.8) na equação (D.4), pode-se obter:

$$\Phi = \Delta \omega \left[\frac{\partial \beta_x}{\partial \omega} - \frac{\partial \beta_y}{\partial \omega} \right] L \tag{D.9}$$

Como $\frac{\partial \beta}{\partial \omega} = \frac{1}{v_g}$, onde v_g é a velocidade de grupo que, por sua vez, pode ser calculada como $v_g = \frac{c}{n_g}$ (sendo n_g o índice de refração de grupo), tem-se:

$$\Phi = \Delta \omega \left[\frac{n_{g,x}}{c} - \frac{n_{g,y}}{c} \right] L = \frac{\Delta \omega L}{c} \left(n_{g,x} - n_{g,y} \right)$$
(D.10)

Usando que a birrefringência de grupo, G, é dada pela diferença entre os índices de refração de grupo $n_{g,x}$ e $n_{g,y}$, obtemos que:

$$\Phi = \frac{\Delta \omega \, L \, G}{c} \tag{D.11}$$

Como $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$, podemos reescrever $\Delta \omega \mod \Delta \omega = \omega(\lambda_2) - \omega(\lambda_1) = 2\pi c \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1}\right) e$ substituir na equação (D.11) para obter:

$$\Phi = \frac{2\pi G L}{\lambda_2} - \frac{2\pi G L}{\lambda_1}$$
(D.12)

Assim, como $\Phi = \varphi_2 - \varphi_1$, podemos concluir que:

$$\varphi_1 = \frac{2\pi \, G \, L}{\lambda_1} \tag{D.13}$$

$$\varphi_2 = \frac{2\pi \, G \, L}{\lambda_2} \tag{D.14}$$

ou, de forma geral:

$$\varphi = \frac{2\pi \, G \, L}{\lambda} \tag{D.15}$$

como queríamos encontrar.

Relação entre sensibilidades para a configuração de fibras birrefringentes emendadas

No CAPÍTULO 4, quando da apresentação da medida de sensoriamento de temperatura ao se utilizar a configuração de fibras ópticas birrefringentes emendadas, fez-se uma consideração acerca do fato de que a sensibilidade do sistema a ser medida no experimento é dependente da fração de fibra que é aquecida. Neste apêndice, apresentaremos a dedução da equação (4.14) a partir da qual se pode prever a razão entre as sensibilidades a serem medidas ao se considerar os comprimentos das fibras birrefringentes utilizadas.

Nesse sentido, partimos da mesma análise realizada no Apêndice A, na qual se considerou que a medida da sensibilidade do sistema baseado em fibras birrefringentes é baseada no monitoramento da localização das franjas de interferência no espectro de transmissão de tais fibras. Assim, novamente, deve-se escrever a diferença de fase entre os modos ortogonais que se propagam na fibra birrefringente. Tal diferença de fase pode ser expressa por meio das constantes de propagação β_x e β_y (cujos valores dependem da temperatura à qual a fibra é submetida e do comprimento de onda), correspondentes aos modos com campo elétrico oscilante na direção horizontal e na direção vertical respectivamente. A equação (E.1) apresenta a expressão para a diferença de fase \Box acima referenciada.

$$\phi = \left[\beta_x(T,\lambda) - \beta_y(T,\lambda)\right]L \tag{E.1}$$

onde L é o comprimento da fibra birrefringente, T é a temperatura e λ é o comprimento de onda.

Para a situação de um mínimo no espectro de transmissão da fibra birrefringente, a diferença de fase deve ser um múltiplo ímpar de π . Logo, pode-se escrever para um ponto de mínimo:

$$\phi_{min} = \left[\beta_{x,min}(T,\lambda) - \beta_{y,min}(T,\lambda)\right]L = (2m+1)\pi$$
(E.2)

Analogamente ao Apêndice A, consideramos uma variação no valor das constantes de propagação devido a uma variação de temperatura. Tal variação nas constantes de propagação pode ser contabilizada ao valor inicial ao se realizar uma expansão de Taylor em torno dos valores iniciais $\beta_x(T_0, \lambda) \in \beta_y(T_0, \lambda)$ – aproximação em primeira ordem.

$$\beta_x(T,\lambda) = \beta_x(T_0,\lambda) + \frac{\partial \beta_x}{\partial T} dT + \frac{\partial \beta_x}{\partial \lambda} d\lambda$$
(E.3)

$$\beta_{y}(T,\lambda) = \beta_{y}(T_{0},\lambda) + \frac{\partial\beta_{y}}{\partial T}dT + \frac{\partial\beta_{y}}{\partial\lambda}d\lambda$$
(E.4)

Imaginamos agora uma fibra birrefringente dividida em três partes, cada qual associada aos valores de constantes de propagação $\beta_{x,i}(T, \lambda)$ e $\beta_{y,i}(T, \lambda)$ e de comprimento D_i (i = 1, 2, 3), como mostrada na Figura E.1. Assumimos que a porção central da fibra é a região aquecida.



Figura E.1 Diagrama para análise das diferenças entre as sensibilidades medidas para fibras de diferentes comprimentos. A fibra é dividida em três porções, cada uma associada a valores de constantes de propagação $\beta_{x,i} e \beta_{y,i} e de$ comprimento D_i. Assume-se que a parte central é a porção de fibra aquecida.

Dessa forma, podemos reescrever a diferença de fase para um ponto de mínimo do espectro de transmissão da fibra birrefringente como:

$$\phi = \sum_{i=1}^{3} \left[\beta_{x,i}(T,\lambda) - \beta_{y,i}(T,\lambda) \right] D_i = (2m+1)\pi$$
(E.5)

Substituindo-se as expansões para $\beta_x(T, \lambda) \in \beta_y(T, \lambda)$ expostas na equação (E.3) e na equação (E.4) na equação (E.5), pode-se obter:

$$(2m+1)\pi = \sum_{i=1}^{3} \left[\beta_{x,i}(T_0,\lambda) - \beta_{y,i}(T_0,\lambda) \right] D_i + D_i \left(\frac{\partial \beta_{x,i}}{\partial T} - \frac{\partial \beta_{y,i}}{\partial T} \right) dT + D_i \left(\frac{\partial \beta_{x,i}}{\partial T} - \frac{\partial \beta_{y,i}}{\partial T} \right) d\lambda$$
(E.6)

Como, pela equação (E.5), temos que $\sum_{i=1}^{3} \left[\beta_{x,i}(T_0, \lambda) - \beta_{y,i}(T_0, \lambda) \right] D_i = (2m+1)\pi e$ como $\left(\frac{\partial \beta_{x,1}}{\partial T} - \frac{\partial \beta_{y,1}}{\partial T} \right) dT = \left(\frac{\partial \beta_{x,3}}{\partial T} - \frac{\partial \beta_{x,3}}{\partial T} \right) dT = 0$ (pois as porções 1 e 3 da fibra não são aquecidas), a equação(E.6) pode ser reescrita como:

$$D_2\left(\frac{\partial\beta_{x,2}}{\partial T} - \frac{\partial\beta_{y,2}}{\partial T}\right)dT + \sum_{i=1}^3 D_i\left(\frac{\partial\beta_{x,i}}{\partial T} - \frac{\partial\beta_{y,i}}{\partial T}\right)d\lambda = 0$$
(E.7)

Como as divisões da Figura E.1 são referentes à porções da mesma fibra, as constantes de propagação para as direções ortogonais são as mesmas para todas as divisões. Ou seja:

$$\beta_{x,1} = \beta_{x,2} = \beta_{x,3} = \beta_x$$
(E.8)

$$\beta_{y,1} = \beta_{y,2} = \beta_{y,3} = \beta_y \tag{E.9}$$

Dessa forma, fazendo-se uso da igualdade entre as constantes de propagação, da equação (A.12) e da equação (A.14) (deduzidas no Apêndice A) pode-se obter:

$$\frac{2\pi D_2}{\lambda} \frac{\partial B}{\partial T} dT - \frac{2\pi G}{\lambda^2} L \, d\lambda = 0 \tag{E.10}$$

onde B é a birrefringência de fase, G a birrefringência de grupo e L o comprimento total da fibra $(L = D_1 + D_2 + D_3)$.

Logo, pode-se obter para a sensibilidade da fibra analisada a seguinte expressão (substituindo-se D_2 por $L_{aquecido}$ – comprimento de fibra que é aquecido no experimento):

$$S = \frac{d\lambda}{dT} = \left(\frac{L_{aquecido}}{L}\right) \frac{\lambda}{G} \frac{\partial B}{\partial T}$$
(E.11)

Como no experimento descrito no CAPÍTULO 4, a região de fibra aquecida tem o mesmo comprimento para as ocasiões de medida da resposta da fibra de comprimento L_1 e da fibra de L_2 , a razão entre as sensibilidades das fibras (S₁ e S₂), encontrada ao se fazer uso da equação (E.11), fica então expressa pela equação (E.12), como se queria demonstrar.

$$\frac{S_1}{S_2} = \frac{L_2}{L_1}$$
(E.12)
ANEXOS

ANEXO A – Publicações, patente e trabalhos apresentados em congressos

Periódicos:

- Jonas H. Osório, L. Mosquera, C. J. Gouveia, C. R. Biazoli, J. G. Hayashi, P. A. S. Jorge,
 C. M. B. Cordeiro. *High sensitivity LPG Mach-Zehnder sensor for real-time fuel conformity analysis.* Measurement Science and Technology (Print), v. 24, 2013.
- F. Beltrán-Mejía, Jonas H. Osório, C. R. Biazoli, C. M. B. Cordeiro. *D-microfibers*. Journal of Lightwave Technology, v. 31, No. 16, 2013.
- Jonas H. Osório, C. M. B. Cordeiro. *Optical sensor based on two in-series birefringent optical fibers*. Applied Optics, v. 52, No. 20, 2013

Patente:

 C. M. B. Cordeiro, Jonas H. Osório, C. R. Biazoli. Sensor óptico de alta sensibilidade para avaliação de adulteração de combustíveis empregando redes de período longo e fibras ópticas afinadas – 2011.

Trabalhos apresentados em congressos:

- Jonas H. Osório, C. R. Biazoli, C. M. B. Cordeiro. *High sensitivity optical refractive in*dex sensor combining long period gratings and fiber tapers. XXXIV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada – 2011.
- Jonas H. Osório, L. Mosquera, J. G. Hayashi e C. M. B. Cordeiro. *Interferômetro Coaxial Baseado em Redes de Período Longo Mecanicamente Induzidas*. 63ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Progresso à Ciência 2011.
- Jonas H. Osório, C. R. Biazoli, C. M. B. Cordeiro. Sensor químico de alta sensibilidade utilizando redes de período longo e fibras ópticas afinadas XIX Jornadas de Jóvenes Investigadores – 2011.
- M. M. Werneck, R. C. Allil, D. M. Carias, C. M. B. Cordeiro, M. A. Miguel, F, V. Nazaré, G. L. Wandemur, C. R. Biazoli, Jonas H. Osório. *LPG and taper based fiber-optic sensor for index of refraction measurements in biosensor applications*. 20th International Conference in Plastic Optical Fibers 2011.

- R. Chaves, R. Patyk, A. Pohl, C. M. B. Cordeiro, I. Canselvan, Jonas H. Osório. Writing of Bragg and Long Period Gratings in Many-layered Photonic Crystal Fibers. MOMAG
 15° SBMO Simpósio Brasileiro de Micro-ondas e Optoeletrônica e 10° CBMag Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo 2012.
- Jonas H. Osório, F. Beltran-Mejía, C. R. Biazoli, C. M. B. Cordeiro. *Hi-Bi microfibers by* side polishing and tapering down standard telecom optical fibers. XXXV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada – 2012.
- Jonas H. Osório, G. Perotto, F. G. Omenetto, C. M. B. Cordeiro. *Silk-based optical platforms for sensing applications*. XXXVI Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada – 2013.

JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, VOL. 31, NO. 16, AUGUST 15, 2013

D-Microfibers

Felipe Beltrán-Mejía, Member, IEEE, OSA, Jonas H. Osório, Claudecir R. Biazoli, and Cristiano M. B. Cordeiro

Abstract—A simple mechanical setup was used to polish a standard single mode optical fiber in order to make it asymmetric. The polished fiber was tapered down maintaining the D-shape transversal profile. Its broken symmetry along with the extended evanescent field, due to the dimensions of the microfiber, implies a potentially high birefringent waveguide as well as a high-sensitivity external refractive index device. An experimental maximum sensitivity of $S \approx (3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU was achieved, other experimental and numerical results supporting our initial assumptions are also presented.

Index Terms-Birefringence, microoptics, microsensors, optical fiber sensors, sensitivity, sensors.

I. INTRODUCTION

PTICAL fibers tinkered as birefringent waveguides are widely used to maintain the polarization state or for breaking the degeneracy of a propagation mode in telecommunications, nonlinear and sensing applications. All-solid polarization maintaining optical fibers (PMF) are fabricated by increasing the asymmetry (e.g., elliptical core fibers) to induce a form birefringence or by introducing different materials at opposite sides of the cladding to induce a stress birefringence. In consequence, the effective refractive index inside the core is different for the different polarization states, creating a high birefringent waveguide. Also, photonic crystal fibers, optical fibers surrounded by an array of airholes extending down the fiber length, have demonstrated to be an order of magnitude more birefringent than the all-solid PMF fibers [1], [2]. Their geometrical richness enables a more accurate control of the dispersion profile for both polarization states, albeit a more complex fabrication process is needed in order to fabricate the microstructure of air-holes inside the fiber cladding.

Recently, subwavelength diameter fibers (microfibers) have been proposed as an appealing alternative for high birefringent waveguiding and as a high sensitive solution due to their low loss and high evanescent fields. By tapering down a rectangular silica preform, high values have been reported for both, group birefringence [3] and external refractive index sensitivities as high as 2.06×10^4 nm/RIU [4]. But to obtain such tailored preforms with a rectangular cladding may not be easy as it implies all the inconveniences of the preform shaping and

Digital Object Identifier 10.1109/JLT.2013.2272915

0733-8724/\$31.00 © 2013 IEEE





the drawing process, while avoiding strain rounding effects. As an alternative, a small extent of the cladding of a conventional fiber could be casted into an oblong geometry and then tapered into sub-wavelength dimensions, as it has been done by laser-etching, reporting high values for group birefringence [5].

In this paper we describe a simple mechanical setup used to polish standard single mode fibers (SMF-28) and taper them down in order to obtain high birefringence and high sensitivity in a D-shaped microfiber. Recently, a circular-symmetric microfiber isolated with a low index material all around except for the sensing region has been proposed promising high sensitivity [6]. In contrast, our proposal does not needs an extra isolation, making it simpler and more robust. Also, since the fiber's cross section has infinite rotation and reflection symmetries, we believe the break of symmetry will induce a greater birefringence in comparison with those obtained by breaking the finite symmetry of a squared preform. Even more, this could be achieved without the experimental complexity implicit in the construction of a rectangular microfiber. At the same time, the fiber's pigtails are standard single mode fibers, keeping all the advantages for low-loss fiber connectorization.

In what follows, the polishing method will be described in detail, followed by the experimental measurements and the numerical results obtained for phase and group birefringence and external refractive index sensitivity. Finally, the results are discussed leading to the conclusions of this proposal.

II. EXPERIMENTAL METHODS

To cast a conventional fiber into a D-shape cross section profile, the fiber was fixed on a flat surface and then polished with a sandpaper (220 mesh) glued on the surface of a spinning cylinder. Special care had to be taken as to avoid bumps on the spinning surface, since that will result in an irregular polishing or, more probably, fracturing the fiber. Fig. 1(a) shows a schematic diagram for the employed polishing setup. As the fiber was polished, fiber cladding materials were partially

Manuscript received October 02, 2012; revised May 21, 2013; accepted July 08, 2013. Date of publication July 11, 2013; date of current version July 26, 2013. This work was supported in part by the São Paulo Research Foundation, under Grants 2011/01524-8 and 2010/13149-4. The authors are with the Instituto de Fisica "Gleb Wataghin", Universidade

The authors are with the Instituto de Fisica "Gleb Wataghin", Universidade Estadual de Campinas—UNICAMP, Campinas, SP, Brazil (e-mail: cmbc@ifi. unicamp.br).

Color versions of one or more of the figures in this paper are available online at http://ieeexplore.ieee.org.

BELTRÁN-MEJÍA et al.: D-MICROFIBERS



Fig. 2. Numerical simulations for the group birefringence using different polishing depths (h, as shown in the legend) and air as the external refractive index. The inset shows a schematic drawing of a polished fiber cross section, while the diameter is the same as for a non-polished fiber.

removed, losing the circular symmetry of the fiber cross section (Fig. 1(b)). As shown, a counterweight was used to balance the weight of the spinning cylinder and avoid an excessive tensile stress over the optical fiber. However, when the fiber is at its nominal diameter ($D = 125 \ \mu$ m), the birefringence induced by the broken symmetry is negligible since the light is confined inside the core.

In order to obtain optical microfibers with high birefringence, the polished fibers were tapered down using the flame brushing technique [7]. In this technique, a well defined region of the fiber has its dimensions decreased by a factor that can be chosen to be up to 200 times. To perform the process, the fiber had its extremities attached to two translation stages able to longitudinally stretch the fiber. Besides, this technique employs a flame (also connected to a translation stage) that oscillates below the fiber in order to heat it, causing its viscosity to decrease. Therefore, as the heated fiber was stretched, by mass conservation its length increased as its diameter decreased.

Due to the narrow taper waist, light will no longer be confined inside the core. Instead, light will be guided through the entire cross section of the microfiber—including the cladding—as a consequence of the refractive index difference between air and silica. In addition, as a result of the D-microfiber's cross section, different effective indexes are obtained for both directions, parallel and perpendicular to the normal direction of the polished region (as shown by the coordinate axes at the inset of Fig. 2). Then, the degeneracy of the orthogonal states is broken, that is, the microfiber is now birefringent.

The D-shape of the microfiber was maintained while the fiber was tapered. Otherwise, the microfiber would no longer be birefringent since the geometrical asymmetry is responsible for the birefringence of the waveguide. As will be presented in the next section, we performed measurements during the taper fabrication and observed interference due to the recombination of the modes that traveled through the fiber with different polarizations. Thus, as the interference can only happen if the fiber is birefringent, one can infer that the D-shape was maintained while the fiber was stretched.



Fig. 3. Numerical results for the phase birefringence B using different polishing depths h and air as the external material. The inset shows the derivative $\partial B/\partial \lambda$ as a function of the fiber's diameter. For both graphs the color legend is the same as in Fig. 2.

III. NUMERICAL AND EXPERIMENTAL RESULTS

Before tackling the simulation of the D-microfiber, the results presented for group birefringence in [3] and sensitivity in [4] were reproduced using a commercial finite-element software. Furthermore, since the group birefringence,

$$G(\lambda) = B(\lambda) - \lambda \frac{\partial B}{\partial \lambda}.$$
 (1)

depends on the derivative of the phase birefringence, B, relative to the wavelength, λ , special care had to be taken when calculating G. An important source of error could arise if truncation and roundoff errors are not considered, as for example, when calculating the numerical derivative $\partial B/\partial \lambda$ for fibers with a small polishing depth. For this reason, a modal iterative Fourier method [8] was used in order to cross-check our results. This latter method incorporates an analytic procedure to calculate $\partial B/\partial \lambda$, which let us calculate G semi-analytically, avoiding the implicit error when calculating the numerical derivatives [9]. Good resemblance between the results of both methods, and the results reported by other authors validates our analysis.

The remainder of this section will present the results for the group birefringence and the sensitivity for the external refractive index, S, of the proposed D-microfiber. First, we will show how this simple experimental proposal can attain ultra-high birefringence values. Followed by the results obtained using the D-microfiber as a highly sensitive device for detecting variations in the outer refractive index. In both cases numerical results and experimental measurements are presented for comparison and to show the high potential the D-microfiber has as a high birefringent waveguide.

1) Group Birefringence: The group birefringence of the fundamental mode was studied as the fiber diameter decreases as in the tapering process. As shown on the inset of Fig. 2, the fiber cross section was approximated to a D-profile, although the polished region previous to the tapering process was not as regular (see Fig. 1(b)). On Fig. 3, as expected, the phase birefringence reaches a peak value when the light is well confined in the \hat{x} direction and highly evanescent in \hat{y} direction. This same behavior was found for G in Fig. 2, showing how by polishing

JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, VOL. 31, NO. 16, AUGUST 15, 2013



Fig. 4: Transmittance spectra for a D-microfiber surrounded by air as the tapering process reduced its nominal diameter. Notice how the FSR decreased as the diameter was reduced and the taper stretched. For each spectra, the geometrical parameters are as presented in Table I.

deeper—augmenting h—higher values for the birefringence can be attained. Maximum group birefringence of approximately 1.4×10^{-2} and 8.1×10^{-2} were achieved for a 10 μ m and 40 μ m polished fibers with a 0.75 μ m and 0.79 μ m diameter, respectively. Notice also the sign of G is determined by the relation between B and $\partial B/\partial \lambda$, as can be seen by comparing Figs. 2 and 3. The change of signal when G crosses the horizontal axis G = 0 will have a crucial role in the next section, where we explore the properties of the D-microfiber as a sensing application.

The measurements for the group birefringence were done using the wavelength-scanning method [10], where input light polarized at 45° was filtered by a second polarizer with the same orientation but at the output end resulting in an intensity periodic pattern as shown in Fig. 4 for different taper lengths—geometrical data concerning the fiber tapers whose spectra are shown in Fig. 4 are presented in Table I. The group birefringence was obtained using the expression,

$$G = \frac{\lambda^2}{PL},\tag{2}$$

where P is the Free Spectral Range (FSR)—distance between peaks—and L is the extension of the birefringent waveguide. We assumed that the taper waist acts as a birefringent fiber and used its length as L to estimate the group birefringence. Nevertheless, the polished region could be longer or shorter than the taper waist. Then, some extent of the transition region between the initial fiber and the taper waist may also be birefringent or the polished region could be shorter than the taper length. Since the determination of L is a difficult task, we believe it is an important source of error concerning the experimental data. Also, a maximum insertion loss of 5 dB was estimated for the fabricated birefringent microfiber comparing the transmittance between the fiber at its nominal diameter and after the fiber was tapered.

Apart the dependence of G with the waveguide length, the external refractive index also plays an important role. As discussed in the next section, the general trend as the external refractive index increases, is a less confined optical field inside the fiber core and, therefore, a decremented G. In some configurations P—the fringe period or FSR—can be too long and difficult to

TABLE I DIAMETER (D), TAPER LENGTH (L) AND TRANSITION REGION LENGTH (Z)FOR THE DIFFERENT TAPERED FIBERS USED IN FIG. 4

D [nm]	L [mm]	Z [mm]
625	72.0	40.0
732	65.5	36.0
780	63.0	# 35.0

Diameter (D), taper length (L) and transition region length (Z) for the different tapered fibers used in Fig. 4.



Fig. 5. Experimental results (colored marks) for the absolute value of G using different polishing times and air as the external material. Numerical results (colored curves) are for the same fiber cross section as in Fig. 2, using h = 3 and 5 μ m as polishing depths and represented as solid and dashed lines respectively.

be quantified, possible solutions include using optical sources with broader band and/or longer taper waists.

Fig. 5 compares experimental and numerical results for the absolute value of the group birefringence as a function of the taper diameter. As shown in the upper legend, the different colored markers represent fibers polished during different periods of time, all of them have an approximately 2.5 cm long polished section. The solid and dashed lines represent the birefringence obtained for two ideal D-microfibers with different polishing depths, 3 and 5 μ m respectively. One could observe that a correct behavior for the dependence of G with D was obtained. Also, it can be estimated that the polishing depths h of the experimental results were between 3 and 5 μ m as used on the numerical analysis.

The behavior of the curves in Figs. 2 and 5 is better understood in view of (1) and Fig. 3. As shown in Fig. 2, when D is higher than 2 μ m, G becomes negative and a local critical value is obtained. As can be seen in Fig. 3, for those values of D, a low valued B together with a considerable $\partial B/\partial \lambda$ makes the second term in (1) prevails. For smaller values of D, the phase birefringence is maximum when the diameter is close to the value of λ . Close to this point, the derivative $\partial B/\partial \lambda$ is negative and both terms in (1) add up to reach a maximum value for G. As expected, a final drop occurs—for both B and G—when the wavelength exceeds the waveguide dimensions and the breakage of the symmetry has almost no effect.

BELTRÁN-MEJÍA et al .: D-MICROFIBERS



Fig. 6. Transmittance peaks for a 4 μ m thick D-microfiber with different external refractive indexes represented as different concentrations of alcohol in water, as shown in the legend. Taper and transition region length equal to L=140.5 mm and Z=34 mm, respectively.

The experimental values for the taper waist diameter (D) were calculated by using the expression reported by [7],

$$D = D_0 \left[1 + \frac{\alpha x}{L_0} \right]^{-\frac{1}{2\alpha}},\tag{3}$$

where D_0 is the original fiber diameter (125 μ m), α is a constant that takes into account the relative rates of flame oscillation and the elongation of the taper, x is the longitudinal displacement of the translation stage to which the fiber is attached and L_0 is the initial heated region length.

As the setup for producing the fiber taper was computer controlled (α and L_0 were parameters set by the user and x was taken into account by observing the stages displacement), the D value was calculated during the taper fabrication process. Then, the instantaneous diameter of the fiber taper waist is known. It is important to analyze, however, that there may be errors concerning the D value, since the derivation of the expression presented above takes into account a cylindrically symmetric optical fiber-what is not true for the side polished optical fibers. Besides, as it is possible to know the instantaneous taper diameter while the taper is produced, for the group birefringence measurements as a function of the fiber diameter, it was not necessary to take the taper out of the setup for taking measurements. The fiber extremities were previously connected to a broadband light source (superluminescent light emitting diode) and to an optical spectrum analyzer; thus, while the taper fabrication was running, the spectra could be recorded.

2) Sensitivity: The sensitivity, defined as the dependency of the transmittance spectra with the external refractive index, was experimentally measured in the same way as in [4]. That is, on a transmittance graph (see Fig. 6), the displacement of the peaks λ_t —due to the variation of the external refractive index $(n_{\rm ext})$ —were fitted to a line whose slope represents the sensitivity, as shown in Fig. 7. The spectral position of the peak centered at $\lambda \approx 1307$ nm was followed as the refractive index of the external medium was varied. Selecting this particular value for λ was by reason of a better defined peak at this wavelength.

In Fig. 6, the presented transmission spectra show how the D-microfiber is sensitive to small additions of ethanol in water.



Fig. 7. Measurements of the peak displacements when varying the external refractive index, as in Fig. 6. The slope of the linear fit is equivalent to the measured sensitivity, $S = (3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU. Inset shows the transmission spectra for a 4 μ m thick D-microfiber surrounded by air and ethanol.

A change of roughly 1% of the concentration implies a considerable shift of the peak position, λ_t . In order to perform this measurement, the fiber taper was carefully put in a box filled with ethanol-water solutions with different concentrations, providing changes in the external refractive index.

The peaks displacements as a function of the external refractive index are represented in a λ_t vs. n_{ext} graph as in Fig. 7. Finally, the slope obtained from the linear fit (solid red line) gives the experimental measurement of the sensitivity, S, for a determined central wavelength and a external refractive index. Using this method, a maximum sensitivity of $(3.0\pm0.2) \times 10^4$ nm/RIU was obtained. This value for the sensitivity has the same magnitude order as the one obtained by Jie Li *et al.* in [4].

The inset in Fig. 7 shows how the transmission spectrum changes abruptly when the fiber taper was immersed in air and in ethanol. This variation is explained by the fact that the group birefringence was lower when the fiber was immersed in a medium of higher refractive index. Also, it should be pointed out that the wavelength bandwidths from measurements in Fig. 4 differs from those in Figs. 6 and 7 as a reason of the peak's broadening when the fiber tapers were immersed in water-ethanol solutions. As can be seen in Fig. 6, a 200 nm optical window will be insufficient for the FSR measurement. Also, at wavelengths above 1400 nm a low transmittance was obtained due to water absorption. Thus, it was necessary to change the wavelength bandwidth to perform the sensing measurements.

The sensitivity can be defined as $d\lambda_t/dn_{\text{ext}}$, that after an expansion around a small variation can be approximated as,

$$S \approx \frac{\lambda}{G} \frac{\partial B}{\partial n_{\text{ext}}} \tag{4}$$

where λ is the vacuum wavelength at which G and $\partial B / \partial n_{\text{ext}}$ were calculated. The external refractive indexes n_{ext} were estimated using the expression presented in [11]—for the refractive index of the mixture of two liquids—and the values of the refractive index of alcohol and water, 1.359 and 1.333 respectively [12].

From (4), it can be seen the sign of S is determined by the direction in which the peaks are shifted, being only of interest the

JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, VOL. 31, NO. 16, AUGUST 15, 2013



Fig. 8. Results for the proposed external refractive index microsensor for $n_{\rm ext}=1.3585$ RIU and $\lambda=1.295~\mu{\rm m}.$ Colored marks represents the numerical results for S using different polishing depths, h, as shown in the legend. A polynomial fit is presented as solid lines to aid the eye. The experimental result obtained for a D-microfiber, with approximately $h\approx 15~\mu m$ and a diameter of $3.5 \pm 0.5 \ \mu$ m, are represented by a gray rhombus and its error bar

absolute value of S. When the microfiber waist and the external refractive index are related in a way that G is close to zero, maximum values of |S| are obtained. For that reason, to accurately measure P for low values of G, one must obtain the longer fiber taper possible, as it is supported by (2).

The numerical results obtained for the sensitivity are presented in Fig. 8, where colored marks represent the numerical results and the solid colored lines are polynomial fits drawn to aid the eye and show the tendency of the results. On the right side of Fig. 8, the solid gray rhombus represents the experimental measurement, $S = (3.0 \pm 0.2) \times 10^4$ nm/RIU. Both numerical and experimental results were made using external refractive indexes around $n_{ext} = 1.3585$ RIU and wavelengths around $\lambda = 1.15 \ \mu m$.

IV. CONCLUSION

The D-microfiber has demonstrated to be a successful proposal as an ultra-high birefringent waveguide as well as a highly-sensitive external refractive index microsensor. Our initial hypothesis can be confirmed by comparing the values of the group birefringence for the D-microfiber with those of the rectangular microfiber using the same diameters. A higher G was obtained by using similar dimensions while the D-microfiber uses a standard SMF-28 fiber avoiding the fabrication of specially designed preforms. This also signifies a better compatibility with other connectorized fiber components.

The D-microfiber is a viable proposal as high birefringence can be achieved without polishing too deep. As shown in Fig. 2 a polishing depth of just 10 μ m will be enough to attain a birefringence superior to 10^{-2} . It can also be noticed a right shift of the maxima of each curve as h increases, this is due to the different dimensions in the parallel (x axis) and transversal direction (y axis) of the polished section. In other words, a deep polished fiber needs to be less tapered to obtain a maximum G, that is because the y polarized field will be highly evanescent much sooner-as D decreases-than the x polarized field. After this maxima was attained, further reducing the taper dimensions made both fields evanescent, the asymmetry of the waveguide became irrelevant and therefore G drops drastically

Fig. 5 shows an agreement between the measured G and the simulations. Qualitatively, the same trends-the maxima, the minima and the roots—of the function G were observed for both the numerical and experimental results. Discrepancy may be caused by the approximation of the fiber profile to an ideal D-shaped microfiber. Also, as already discussed, determining the length L of the tapered polished region as it appears in (2), may be an important source of error.

On the other hand, in the case of the sensitivity, polishing too deep can make the D-microfiber very brittle, at a point it can be broken just by the superficial tension of the outer liquid. To circumvent this drawback, it is possible to polish under 10 μ m and select the appropriate taper diameter in order to make G close to zero. As it can be seen from (4), the point where $G \approx 0$ determines the diameter of the taper at which |S| is boosted. In that way, the polishing could be superficial and, at the same time, attain values over 105 nm/RIU for the sensitivity (Fig. 8).

Finally, as future perspectives, there is a need to improve our experimental techniques in order to enhance the control of parameters such as L and h. This will improve the accuracy as well as the reproducibility of our measures. It may also be interesting to use this polishing technique with a doubly-clad fiber. In this way, the inner clad will be exposed in one direction, while a tight confinement will be present at the other direction.

ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank E. Silvestre for letting them make use of the iterative modal solver developed by his group [8] and for the advice on important points regarding these calculations.

REFERENCES

- 1327-1327, Sept. 2000 [Online]. Available: http://or.osa.olg/ad-stract.cfm/2URI=ol-25-18-1325
 F. Beltrán-Mejia, G. Chesini, E. Silvestre, A. K. George, J. C. Knight,
- and C. M. Cordeiro, "Ultrahigh-birefringent squeezed lattice photonic crystal fiber with rotated elliptical air holes," Opt. Lett. vol. 35, no. 4, pp. 544-546, Feb. 2010 [Online]. Available: http://ol.osa.org/abstract. cfm?URI=ol-35-4-544
- [3] Y. Jung, G. Brambilla, K. Oh, and D. J. Richardson, "Highly birefringent silica microfiber," *Opt. Lett.* vol. 35, no. 3, pp. 378–380, Feb. 2010 [Online]. Available: http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-35-3-378
- [4] J. Li, L-P. Sun, S. Gao, Z. Quan, Y.-L. Chang, Y. Ran, L. Jin, and B.-O. Guan, "Ultrasensitive refractive-index sensors based-on rectangular silica microfibers," *Opt. Lett.* vol. 36, no. 18, pp. 3593–3595, Sep. 2011 [Online]. Available: http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-36-18-3593
- [5] H. Xuan, J. Ju, and W. Jin, "Highly birefringent optical microfibers," *Opt. Exp.* vol. 18, no. 4, pp. 3828–3839, Feb. 2010 [Online]. Available: http://www.opticsexpress.org/abstract.cfm?URI=oe-18-4-3828
- [6] J.-L. Kou, Z.-D. Huang, G. Zhu, F. Xu, and Y.-Q. Lu, "Wave guiding properties and sensitivity of D-shaped optical fiber microwire devices," Appl. Phys. B vol. 102, pp. 615–619, 2011 [Online]. Available: http://dx.doi.org/10.1007/s00340-010-4244-y
 [7] T. Birks and Y. Li, "The shape of fiber tapers," J. Lightw. Technol., vol.
- Dins and F. Li, The shape of noet lapers, J. Egnin. Technol., vol. 10, no. 4, pp. 432–438, 1992.
 E. Silvestre, T. Pinheiro-Ortega, P. Andrés, J. J. Miret, and A. Or-tigosa-Blanch, "Analytical evaluation of chromatic dispersion in phonic crystal fibers," Opt. Lett. vol. 30, no. 5, pp. 453-455, Mar. 2005 [Online]. Available: http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-30-5-453

BELTRÁN-MEJÍA et al : D-MICROFIBERS

- [9] W. H. Press, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, and B. P. Flannery, Numerical Recipes in C (2nd Ed.): The Art of Scientific Computing. New York, NY, USA: Cambridge Univ. Press, 1992.
 [10] S. C. Rashleigh, "Measurement of fiber birefringence by wave-length scanning: Effect of dispersion," Opt. Lett. vol. 8, no. 6, pp. 336–338, Jun. 1983 [Online]. Available: http://ol.osa.org/ab-stract.cfm?URI=ol-8-6-336
 [11] W. Heller, "Remarks on refractive index mixture rules," J. Phys. Chem. vol. 69, no. 4, pp. 1123–1129, 1965 [Online]. Available: http://pubs. acs.org/doi/abs/10.1021/j100888a006

[12] M. Astle and R. Weast, CRC Handbook of Chemistry and Physics. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 1979.

Author biographies not included at authors' request due to space constraints.

 N_{i}

IOP PUBLISHING

Meas. Sci. Technol. 24 (2013) 015102 (8pp)

High sensitivity LPG Mach–Zehnder sensor for real-time fuel conformity analysis

Jonas H Osório¹, L Mosquera¹, Carlos J Gouveia², Claudecir R Biazoli¹, Juliano G Hayashi¹, Pedro A S Jorge² and Cristiano M B Cordeiro¹

¹ Instituto de Física Gleb Wataghin, UNICAMP, Campinas, SP, Brazil
 ² INESC-Porto, Rua do Campo Alegre, 687, 4169-007 Porto, Portugal

E-mail: jhosorio@ifi.unicamp.br and cmbc@ifi.unicamp.br

Received 30 July 2012, in final form 15 October 2012 Published 10 December 2012 Online at stacks.iop.org/MST/24/015102

Abstract

A high sensitivity refractive index sensor based on the combination of mechanically induced long period gratings (LPG) and fiber tapers was developed for real-time fuel quality analysis. The sensor was built in a Mach–Zehnder configuration by employing a pair of in-series gratings. In order to enhance sensor sensitivity, the region between both LPGs was tapered down from 125 to 10 μ m. The system was tested by measuring water concentration in ethanol and ethanol concentration in commercial gasoline. The tapered sensor has shown an average sensitivity of 930 nm/RIU, 18 times higher than the non-tapered version. The resolution limit of the system using spectral interrogation was estimated to be 0.06% of ethanol dissolved in gasoline. For the purpose of real-time monitoring, an interrogation system based on white light interferometry (WLI) and virtual instrumentation was employed to evaluate ethanol evaporation in water, avoiding the use of spectral analysis. The WLI system, using phase tracking techniques, enabled us to record the evolution of the ethanol concentration in water with a resolution of 0.005% (v/v).

Keywords: fiber optics, sensors, long period grating, fiber taper, fuel

(Some figures may appear in colour only in the online journal)

1. Introduction

Gasoline is a complex mixture of liquid hydrocarbons derived from petroleum, volatile and flammable, with special physical and chemical properties that allow its applicability in the field of fuels, especially as fuel for internal-combustion engines. The exact composition of gasoline varies with the characteristics of the raw material, its production process and on the specifications imposed by regulatory agencies. In Brazil, for instance, according to the government laws the distributed and commercialized gasoline contains anhydrous ethanol, with a volume percentage between 20% and 25%. Ethanol–gasoline blend has some advantages over the pure gasoline blend. For instance, the inclusion of ethanol improves the thermodynamic efficiency of the product providing better performance for combustion engines. Furthermore, the combustion of ethanol– gasoline blend provides significant reduction in the emission of air pollutants. Finally, a relevant fact is that the ethanol stems from fermented biomass, a renewable natural resource [1, 2].

However, one of the biggest problems with this practice is that the sector has to deal with fuel adulteration. A common malpractice is to increase the solvent and/or ethanol concentration in proportions higher than those stated by the legislation. Fuel quality monitoring requires the application of a rigorous sampling technique in conjunction with several and expensive analyses of fuel physical and chemical properties. On the other hand, the use of alternative and renewable energy sources has drawn great attention in recent years [1, 2].

In this context, ethanol is one of the most common alternatives. Whilst ethanol can be considered an environmentally friendly compound, it is a versatile solvent

0957-0233/13/015102+08\$33.00

© 2013 IOP Publishing Ltd Printed in the UK & the USA

miscible in all proportions with water. Consequently, operating an engine with an ethanol fuel with a high water percentage or with a gasoline blend with too high hydrated alcohol content can cause engine damage and poor performance, with possible consequences to the environment. Therefore, a careful monitoring of water content in ethanol fuel is necessary to avoid these problems. Within this context, the development of smart monitoring systems able to assess the fuel conformity and to supply real-time and reliable results assumes great importance [1, 2].

Fiber optic sensors are an interesting solution in this context due to their high sensitivity, small size, electromagnetic immunity, electrical passivity, non-chemical reactivity and capability for *in situ*, real-time and remote sensing. Long period gratings (LPG), in particular, can be used as refractive index sensors, being useful for such purposes.

LPGs consist of a periodic perturbation in optical fiber refractive index which is able to, at specific wavelengths, partially couple light that propagates in the fundamental core mode to co-propagating cladding modes [3]. Such cladding modes can have interesting chromatic dispersion characteristics [4, 5] or, more generally, be used for sensing applications. Grating transmission spectrum, which is characterized by attenuation bands due to the high loss experienced by the cladding modes, can be used to sense parameters such as temperature, LPG surrounding medium refractive index and fiber bending curvatures [6].

LPGs can be fabricated by employing different techniques which can provide the necessary changes in the fiber refractive index. Photoinduced LPGs can be produced by exposing the fiber to UV laser irradiation using an amplitude mask or a point-by-point technique. LPG fabrication techniques based on the use of CO_2 lasers, on fiber exposure to arc discharges or fiber subjection to mechanical stress have also been developed [7–11].

Mechanically induced long-period fiber gratings (MLPGs) have been attractive due to their simplicity, flexibility and low cost. Further, MLPGs, which can be recorded on single mode fibers [9], holey fibers [10] or even on tapered fibers [11], can have their attenuation loss controlled in real time, what makes them very promising for tunable spectral filtering, gain equalization and other applications.

Among the possible applications referenced above are refractive index sensors. As the grating makes the light propagate through fiber cladding, it becomes sensitive to external environment refractive index—since the light evanescent field will permeate the region around the fiber. Therefore, it is possible to apply the LPG-based devices to probe the external environment—making them a suitable platform for the development of sensors for fuel conformity analysis.

In order to improve the resolution of these sensors, it is possible to set the LPGs to act as a beam splitter or combiner in an all-fiber interferometer configuration. Literature reports configurations based on the use of two LPGs [12–14], in which the first LPG couples part of the core mode energy to cladding modes and the second makes the light which propagates through the cladding re-couple in the core. Also, in a reflection measurement configuration, just one grating can be employed—in this case, the fiber end tip must be metalized [15–18].

Likewise, sensor sensitivity can be improved by tapering down the fiber region between two LPGs [13, 14]. Fiber tapering causes a greater portion of cladding mode to extend beyond the fiber interface as evanescent field. This lowers the propagating mode effective refractive index making it more sensitive to the external medium refractive index changes.

Fiber optic sensors for fuel conformity analysis reported so far are mostly based on simple LPG configurations [19]. Just very recently, an all-fiber LPG interferometer device was studied for the assessment of fuel refractive index [1]. In particular, a Michelson configuration using a simple LPG and a mirrored tip was used.

In this work, a more versatile solution is proposed using MLPG based interferometers. Different configurations are studied including the case in which a fiber with reduced diameter was employed in order to increase system sensitivity. A practical application based on detecting percentages of water dissolved in ethanol and of ethanol dissolved in commercial gasoline will be shown. Also, to demonstrate the system ability for real-time high sensitivity monitoring, ethanol evaporation was evaluated while using a white light interferometry (WLI) interrogation system with virtual instrumentation in a differential configuration.

2. Mechanically induced long period gratings

Gratings were mechanically induced on commercial standard single mode optical fiber. Figure 1(a) shows the experimental setup used to produce the MLPGs where a V-grooved plastic board was used to press the fiber. MLPG transmission spectra were measured by launching broadband light (supercontinuum generated in a photonic crystal fiber) into the fiber and by connecting the fiber end tip to an optical spectrum analyzer (OSA Ando AQ-6315).

Figure 1(*b*) shows the transmission spectrum of a MLPG 20 mm long and 500 μ m pitch—firstly the fiber spectrum without the grating is measured; afterwards, the grating spectrum is measured and then the two curves are subtracted. The observed dips at 1473 and 1549 nm correspond to cladding mode resonances. Phase matching conditions between the fundamental core mode and specific forward-propagating cladding modes are achieved at wavelengths λ_n which satisfy the following equation [3]:

$$\lambda_n = \left(n_{\rm co}^{01} - n_{\rm clad}^{0n} \right) \Lambda,\tag{1}$$

where n_{co}^{01} is the effective core mode refractive index, n_{clad}^{0n} is the effective refractive index of the *n*th order cladding mode and Λ is the LPG period (distance between the points that pressurize the fiber). One can note that the coupled cladding modes have zero azimuthal order (l = 0). This happens because the coupling must occur between modes that result in a non-zero overlap integral. Thus, the coupled cladding modes must have light in the core region of the fiber—which is a characteristic of l = 0 modes.

Figure 1(b) also presents MLPG transmission spectrum dependence on the applied pressure on the fiber. One can



Figure 1. (a) Experimental setup for MLPG fabrication. SCG: supercontinuum generation in photonic crystal fibers, L: grating length. (b) MPLG transmission spectrum as a function of the applied pressure (L = 20 mm; $\Lambda = 500 \mu \text{m}$). Inset shows the out-coupled cladding mode near-field pattern at $\lambda = 1549 \text{ nm}$.



Figure 2. Schematic diagram for the MLPG Mach-Zehnder interferometer.



Figure 3. MLPGs individual and associated spectra are shown. Inset shows a simulation (continuous line) for Mach–Zehnder interferometer transmission spectrum using the following parameters: $\Lambda = 500 \ \mu m$; $\Delta n_1 = 2.955 \times 10^{-3}$; $\Delta n_2 = 3.080 \times 10^{-3}$; $L_1 = 19 \ mm$; $L_2 = 19 \ mm$ and $2L_{cav} = 40 \ mm$. Experimental data reproduced for better comparison.

observe that when pressure is increasingly applied on the fiber, transmission loss is increased to approximately 11 dB. The attenuation band depth depends on a squared sine which has the coupling coefficient as its argument. Thus, if the applied pressure is high enough, resonance depth increases to a maximum value and then decreases—meaning that the mode is being re-coupled to the core.

In order to identify the coupled cladding modes, mode imaging was performed. A tunable laser was used to couple light in the core mode and, by tuning the laser wavelength, a cladding mode was selectively excited and the transmitted light was projected on an infrared camera (Micron Viewer) using a near-field technique. The inset in figure 1(b) shows the near-field output pattern obtained by exciting LP₀₆ mode.

3. Interferometer characterization

Firstly, an all-fiber Mach–Zehnder interferometer (MZI) based on a pair of in-series MLPGs was implemented (figure 2). In this setup, a fraction of the power in the core mode is transferred to the cladding modes by the first MLPG. Therefore, in the region between the two MLPGs, light propagates through core and cladding simultaneously. In sequence, the second MLPG induces coupling between the cladding to the core mode and a spectral fringe pattern appears in the transmission spectrum.

The interferometer was produced by employing a pair of MLPGs with period $\Lambda = 500 \,\mu\text{m}$ and length $L = 20 \,\text{mm}$ which were 40 mm apart. Figure 3 shows the LPGs transmission



Figure 4. Schematic diagram for the MLPG Mach-Zehnder interferometric sensor with a fiber taper between the gratings.

spectrum when they act alone and when they act togetherfigures are vertically shifted for better visualization.

The inset in figure 3 shows a simulation for interferometer transmission spectrum using $\Lambda = 500 \ \mu \text{m}$; $\Delta n_1 = 2.955 \ \times 10^{-3}$; $\Delta n_2 = 3.080 \ \times 10^{-3}$; $L_1 = 19 \ \text{mm}$; $L_2 = 19 \ \text{mm}$ and $2L_{\text{CAV}} = 40 \ \text{mm}$. The index differences Δn_1 and Δn_2 were simulated with values close to those expected from equation (1)—using $\lambda_n = 1473 \ \text{nm}$ and $\Lambda = 500 \ \mu \text{m}$ —in order to obtain the best agreement with experimental data.

In this MLPG configuration, the separation between them $(2L_{cav})$ determines the number of interferometric fringes in the transmission spectrum, that is, the increase of gratings separation causes the fringes to be spectrally closer. Experimental data showed that for $L_{cav} = 35$ mm, fringes were typically 17 nm apart and for $L_{cav} = 108$ mm, 7 nm apart.

Considering this, the choice of cavity length must consider measurement dynamic range (i.e. the refractive index interval to be evaluated) besides measurement resolution. This consideration is important because, as an increase in cavity length causes the fringes to be spectrally closer, ambiguity may occur when interpreting sensor response. This happens because there is a compromise between resolution and dynamic range, the use of long cavities being recommended only when measuring short refractive index intervals with high sensitivity. It should be noted that tuning the cavity length is straightforward when dealing with mechanically induced gratings.

The setup presented has the great advantage of being extremely simple and inexpensive because it employs standard telecom optical fibers and machinable corrugated boards. It also presents the possibility of tuning its spectral response by adjusting the applied pressure, grating and cavity lengths. However, the sensitivity of such devices to external refractive index, which is highly dependent on the mode order and on the external refractive index, is usually low, typically in the order of 30 nm/RIU for refractive index changes around 1.33 [13] and 230 nm/RIU for refractive index changes around 1.42 [19].

To enhance such sensitivity, the fiber region between the gratings can be tapered down as shown in figure 4. In this case, as the fiber taper causes a greater fraction of the cladding mode field to extend beyond the fiber interface (i.e. in the external medium), an expressive increase in sensor sensitivity can be observed. In [13], a 38.75 microns thick taper was included between two laser induced LPGs with the expected sensitivity enhancement. A sensitivity of approximately 172 nm/RIU was achieved for refractive index change between 1.3333 and 1.3624.

Here, we combined mechanically induced all-fiber interferometers based on LPGs and fiber tapers. Also, differently from [13], a thinner taper (10 μ m diameter) was used—which allowed us to obtain a sensitivity about four times higher (695 nm/RIU) for refractive index change around 1.333—as well as a WLI setup enabling real-time phase tracking ability with higher resolution. Applications and interrogation schema will be discussed below.

4. Application: sensors for fuel conformity analysis

As optical fiber devices present passive operation, they can be useful for determining fuel quality (detecting adulteration, for example). Thus, in this investigation, one has performed sensing experiments concerning water concentration in ethanol and ethanol concentration in commercial gasoline.

Figure 5(a) shows water-ethanol sensor response. Gratings used had 600 μ m pitch, were 20 mm long and were 175 mm distant from each other. Sensor operation is evidenced by the spectral shift of interferometric fringes when the tapered region (15 mm long and 10 μ m thick) was immersed in water-ethanol solutions with different concentrations. One can observe that as mixtures refractive index increases, fringes fall at lower wavelengths. From the obtained data, one can plot the fringe wavelength as a function of mixture refractive index (figure 5(*b*)). A sensitivity of 695 nm/RIU can then be calculated. This value is about four times higher in relation to the data reported in [13].

Also, ethanol concentration in commercial gasoline was evaluated. Figure 6(a) shows the interferometer response when it acts as an ethanol–gasoline sensor. Gratings with a 600 μ m pitch and 20 mm long were used. The distance between the gratings was 410 mm in order to obtain a large number of interferometric fringes and, consequently, a reduced FWHM ($\Delta \lambda = 1$ nm). This procedure made it easier to observe fringe shift when the concentration of ethanol in gasoline was changed. Figure 6(b) shows the fringes spectral shift as a function of the solution refractive index. This procedure again demonstrated the versatility of the system which enables straightforward adjustment of the sensor characteristics by simple mechanical adjustment.

Again, as mixtures refractive index increased, fringes fell at lower wavelengths. For instance, the fringe centered at 1511.46 nm shifted to 1509.38 nm as the refractive index changed from 1.422 to 1.424.

The refractive index of mixtures (n) of two liquids with refractive indices n_1 and n_2 were estimated by equation (2).



Figure 5. (a) Water–ethanol sensor response. The configuration of figure 4 was used. Gratings had $600 \ \mu m$ pitch and were 20 mm long. Gratings were 175 mm apart. (b) Fringe wavelength as a function of the surrounding refractive index. Sensitivity of 695 nm/RIU was obtained.



Figure 6. (a) Spectral shift of interferometric fringes. MLPGs: $\Lambda = 600 \ \mu m$; $L = 20 \ mm$; $2L_{cav} = 410 \ mm$. (b) Fringe wavelength as a function of the refractive index associated with the percentage of ethanol dissolved in commercial gasoline.

 ϕ in equation (3) means the volume concentration of liquid with refractive index n_1 [20]:

$$n = \sqrt{\frac{2g+1}{1-g}},\tag{2}$$

where

$$g = \left(\frac{n_1^2 - 1}{n_1^2 + 2}\right)\phi + \left(\frac{n_2^2 - 1}{n_2^2 + 2}\right)(1 - \phi).$$
 (3)

Refractive indices used were 1.333 for water, 1.359 for ethanol [21] and 1.424 for Brazilian commercial gasoline [19]—all of them at 589 nm.

Considering all the fringes presented in figure 6(a), the sensor average sensitivity is 930 nm/RIU. In terms of ethanol concentration, the sensitivity can be calculated as 0.62 nm/% of ethanol dissolved in gasoline—a sensitivity 18 times higher when compared to 0.035 nm/% ethanol obtained without the tapered region (using the configuration referenced in figure 2).

Besides, this sensitivity is fourfold higher when compared to 0.15 nm/% ethanol reported in [19].

Also, the achieved sensitivity is 50% higher when compared to the sensor reported in [22], where the authors tested a refractive index sensor based on Bragg gratings inscribed in microfibers.

Using the FWHM cited above ($\Delta \lambda = 1$ nm), one can estimate a resolution limit for the developed system considering that one can resolve two fringes if they are at least a wavelength difference of $\Delta \lambda/25 = 0.04$ nm apart. This means that the estimated resolution limit of our system would be 0.06% of ethanol.

Moreover, if an optical spectrum analyzer of spectral resolution of 10 pm is used, in terms of refractive index, a resolution of 1.08×10^{-5} can be achieved—a value which has the same order of magnitude as the resolution reported in [23], where the authors studied a refractive index sensor based on Fresnel reflection.



Figure 7. (a) Readout interferometer interrogation device. (b) Setup for differential measurement of refractive index using readout interferometer and mechanically induced LPG MZI.

We should analyze, however, that this sensor can only detect adulteration if the tampering agents have different refractive index than gasoline. Still, as the main tampering agents—ethanol and kerosene—have considerably different refractive index than gasoline—1.359 [21] and 1.436 [24], respectively—we evaluate that the proposed sensor can indeed be useful.

5. Real-time concentration measurement with WLI interrogation system

In an operational context, the use of an optical spectrum analyzer is not practical. In order to avoid spectral acquisition, a WLI technique was used for sensor interrogation in real time. This method provided an interrogation system which allowed tracking the fringes wavelength shift in the form of the phase shift of an electronic carrier signal.

Figure 7(*a*) shows the setup of the WLI system based on a standard fiber-optic MZI. In one of the arms of the MZI, a piezoelectric phase modulator (PZ1 from Optiphase) was inserted for carrier generation by periodic phase modulation. On the other arm, through a circulator, an air path was implemented using a GRIN lens and a mirror mounted in a translation stage. This arrangement allowed to adjust the interferometer path imbalance and also to modulate its phase as desired. A sawtooth modulation with its amplitude adjusted to obtain a 2π phase excursion was used yielding a sinusoidal carrier generation at the interferometer output [25].

For the purpose of evaluating the developed sensor response for refractive indices around 1.33, one evaluated the ethanol evaporation as a function of time. Figure 7(*b*) shows the experimental setup employed for differential measurement of refractive index. The readout interferometer was illuminated by a SLED source (super light emitting diode, $\Delta\lambda \approx 120$ nm and $L_{\text{coherence}} \approx 10 \,\mu$ m). A sawtooth modulation signal (1 kHz) with amplitude 4 V generated by a signal acquisition board (DAQ NI 6259 USB) was applied.

The two output ports of the readout interferometer were used to interrogate two identical MLPG interferometric sensors. For this purpose, the reading interferometer path imbalance was tuned to match the path imbalance of the sensors. In this situation, the phase of the output carrier is proportional to the fringe wavelength shift of each interferometer.

Using one of the interferometers as reference and the other as sensor, we obtained a situation in which environmental perturbations affect the phase of both signals and, by phase subtraction, the common information is canceled out. Therefore, the phase difference between the two signals depends only on the modulation inferred by the parameter of interest allowing a very stable and accurate phase measurement retrieved using phase comparison software [25, 26].

The response to the surrounding RI was studied by exposing the sensor to different solutions of distilled water mixed with different concentrations of ethanol to provide the RI standards in a range between 1.338 and 1.356. The calibration curve obtained is represented in figure 8(a). Results show, as expected, an increment in the phase difference with the increase of the surrounding refractive index. From the calibration curve, a sensitivity of 23 600 deg/RIU was estimated.

The detection limit can be estimated by 2σ , where σ is the highest standard deviation considering all calibration points, divided by the sensitivity. Thus, an average resolution of 1.5×10^{-5} was calculated—which is very close to the one obtained in the spectral measurement: 1.4×10^{-5} (estimated assuming a resolution of 10 pm and a sensitivity of 685 nm/RIU obtained in the previous water ethanol/experiment).

However, it should be mentioned that very seldom is the resolution with which the fringe shift can be tracked given by the spectral instrument maximum resolution. Signal-to-noise ratio and fringe period often result in degraded resolution. In addition, in this particular case the interferometric system, which had a phase stability of $2\sigma = 0.2$ deg, was not fully optimized. Improving thermal and acoustical insulation, introducing polarization control, etc can easily result in improvement that would directly impact the measurement resolution.



Figure 8. (a) Calibration curve for refractive index variations. (b) Ethanol evaporation measurement.

Figure \$(b) shows the real-time system differential response in a measurement in which ethanol evaporation was evaluated. To do this, a water-ethanol mixture was used to immerse the tapered region of the fiber and a measurement of the phase difference as a function of time was performed. Mixture refractive index was directly obtained by the phase difference (using the calibration curve).

After obtaining the mixture refractive index, equations (2) and (3) can be used to obtain the corresponding ethanol concentration in water. Thus, one could observe that, after 45 min, the concentration of ethanol in the chamber decreased from 32.9% to 15.8%. From the results obtained, it was estimated that the ethanol concentration could be tracked with a resolution as high as 0.005% v/v, demonstrating the ability for real-time assessment of fuel quality with very high resolution.

6. Conclusion

In this paper, the development of a high sensitivity sensor using mechanically induced long period gratings and fiber tapers was reported for real time fuel conformity analysis. The mechanical nature of the LPG and the tapering enabled to rapidly adjust the sensor characteristics (fringe period, sensitivity) in a straightforward fashion.

In order to demonstrate sensor versatility and applicability to the fuel industry, measurements were performed in waterethanol and ethanol-gasoline mixtures. Both sensors presented high sensitivity: 695 nm/RIU for the water-ethanol sensor and 930 nm/RIU for the ethanol-commercial gasoline sensor.

To avoid the use of expensive spectral interrogation devices, the sensors were interrogated using a low-cost white light interferometric interrogation system with virtual instrumentation. Using MLPG allowed us to easily replicate two identical interferometers with exactly matching optical path imbalances. Thus, differential arrangement could be tested using a reference interferometer, immersed in distilled water, and a sensor interferometer, immersed in water–ethanol mixtures. Their relative phase was shown to be practically immune to most environmental perturbations and proportional only to the water/ethanol ratio, enabling real time, long-term measurements with very high accuracy and stability.

The platform demonstrated has a strong potential for other environmental monitoring applications involving label free sensor techniques.

Acknowledgments

This research was supported by FAPESP, CNPq and CAPES (bi-national collaboration project, CAPES-FCT Brazil/Portugal coordinated by authors CMBC and PJ). Also, the authors would like to thank José Aparecido dos Santos for technical support.

References

- Kawano M S, Heidemann B R, Cardoso T K M, Possetti G R C, Kamikawachi R C, Muller M and Fabris J L 2012 Tailoring fiber grating sensors for assessment of highly refractive fuels *Appl. Opt.* 51 2015–22
 Possetti G R C, Côcco L C, Yamamoto C I, De Arruda L V R,
- [2] Possetti G R C, Côcco L C, Yamamoto C I, De Arruda L V R, Falate R, Muller M and Fabris J L 2009 Application of a long-period fibre grating-based transducer in the fuel industry Meas. Sci. Technol. 20 034012
- [3] Vengsarkar A M, Lemaire P J, Judkins J B, Bhatia V, Erdogan T and Sipe J E 1996 Long-period fiber gratings as band-rejection filters J. Lightwave Technol. 14 58-65
- [4] Stegall D B and Erdogan T 2000 Dispersion control with use of long-period fiber gratings J. Opt. Soc. Am. A 17 304–12
- [5] Beltrán-Mejía F, Cordeiro C M B, Andrés P and Silvestre E 2012 Broadband dispersion compensation using inner cladding modes in photonic crystal fibers *Opt. Express* 20 3467–72
- [6] James S W and Tatam R P 2003 Optical fibre long-period grating sensors: characteristics and application *Meas. Sci. Technol.* 14 R49–61
- [7] Chan H M, Alhassen F, Tomov I V and Lee H P 2008 Fabrication and mode identification of compact long-period gratings written by CO₂ laser *IEEE Photon. Technol. Lett.* 20 611–3

Optical sensor based on two in-series birefringent optical fibers

Jonas H. Osório^{1,2} and Cristiano M. B. Cordeiro^{1,3}

¹Instituto de Física "Gleb Wataghin", UNICAMP, Campinas, SP, Brazil

²email: jhosorio@ifi.unicamp.br

³email: cmbc@ifi.unicamp.br

Received 2 April 2013; accepted 10 June 2013; posted 14 June 2013 (Doc. ID 187846); published 9 July 2013

An optical fiber sensor based on the combination of two spliced birefringent optical fiber sections is proposed in this paper. The sensor is built up in a Solc-filter-like configuration and a simple theoretical model based on Jones matrices is employed to predict experimental results. By choosing the suitable birefringent optical fibers (e.g., photonic crystal fibers, birefringent microfibers, elliptical core fibers, PANDA fibers, etc.), the sensor described herein allows for probing of two physical parameters (e.g., refractive index and temperature, hydrostatic pressure and temperature) or sensing the same parameter in two disconnected environments. In order to demonstrate the sensor performance, the system response was evaluated in a temperature-sensing measurement. © 2013 Optical Society of America

OCIS codes: (060.2310) Fiber optics; (060.2370) Fiber optics sensors; (260.1440) Birefringence; (280.6780) Temperature.

http://dx.doi.org/10.1364/AO.52.004915

1. Introduction

Optical fibers have acquired great importance in the field of sensors once they can be employed in setups which are able to probe different physical parameters with high sensitivity and high resolution. In addition, optical fiber sensors have small size, are lightweight, and also present electromagnetic immunity [1].

Several physical quantities can be sensed by the employment of optical fiber sensors, such as temperature, refractive index, pressure, curvature, strain, and electric current [1]. In order to measure those quantities, numerous techniques based in different fiber configurations have been developed. Fiber longperiod and Bragg gratings [2,3], photonic crystal fibers [4], and birefringent fibers [5] are some of the technologies used to build up optical fiber sensors.

In this paper, it is reported an optical sensor setup based on two in-series birefringent optical fibers which are spliced in a Solc-filter-like configuration [6]. The setup employs an input and an output polarizer which are adjusted to obtain the desired response, as will be explained. The proposed configuration can be employed to sense different physical parameters if the suitable birefringent fibers are chosen. Moreover, it can be used to sense the same physical parameter in different environments or probe the same environment with different resolutions. In addition, with the purpose of evaluating the sensor performance, a temperature sensor for probing two disconnected environments was designed and characterized.

2. Theoretical Analysis

As discussed in the introduction, a configuration in which two birefringent optical fibers are spliced in order to obtain an optical sensor for dual parameter evaluation or dual environment monitoring was studied. A schematic diagram for the proposed setup is shown in Fig. $\underline{1}$.

In Fig. 1, broadband light [supercontinuum (SC) from a photonic crystal fiber] is polarized by the first polarizer (P_1) , which is rotated by an angle α , and

10 July 2013 / Vol. 52, No. 20 / APPLIED OPTICS 4915

¹⁵⁵⁹⁻¹²⁸X/13/204915-07\$15.00/0

^{© 2013} Optical Society of America



Fig. 1. Schematic diagram for the proposed sensor. SC, supercontinuum light; P_1 , first polarizer; a, angle of the first polarizer; P_2 , second polarizer; θ , angle of the second polarizer; L_1 , length of the first fiber; L_2 , length of the second fiber; G_1 , group birefringence of the first fiber; G_2 , group birefringence of the second fiber; φ , angle of the second fiber; φ , angle of the second fiber; φ , angle of the second fiber; φ .

then launched in the fiber so that both states of polarization of the first fiber are excited. A second polarizer (P_2) , rotated by an angle θ , is placed just after the second fiber end tip, so that the waves can recombine and generate an interference pattern in the transmission spectrum [measured in an optical spectrum analyzer (OSA)]. The first birefringence G_1 . The second fiber section has length L_1 and group birefringence G_2 . The second fiber section is rotated by an angle φ in relation to the horizontal plane.

Thus, in order to study system transmission properties, a simple theoretical model based on Jones matrices [7] was employed. The optical elements are, therefore, described by matrices and the final system response (electric field on the orthogonal directions E_x and E_y) is given by the multiplication of those matrices as shown in Eq. (1):

$$\begin{split} \vec{E} &= \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} \\ &= R^{-1}(\theta) P_H R(\theta) R^{-1}(\varphi) F_2(L_2, G_2, \lambda) \\ &\times R(\varphi) F_1(L_1, G_1, \lambda) R^{-1}(\alpha) P_H R(\alpha) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \quad (1) \end{split}$$

where

$$R(\delta) = \begin{pmatrix} \cos \delta & \sin \delta \\ -\sin \delta & \cos \delta \end{pmatrix}, \tag{2}$$

$$P_H = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix},\tag{3}$$

$$F_j(L_j, G_j, \lambda) = \begin{pmatrix} 1 & 0\\ 0 & e^{i \left(\frac{2\pi L_j G_j}{\lambda}\right)} \end{pmatrix}, \tag{4}$$

and L_j and G_j are fiber length and group birefringence, respectively.

Notice that $R(\delta)$ is a rotation matrix, P_H describes a polarizer with axis parallel to the horizontal plane and $F_j(L_j, G_j, \lambda)$ describes the birefringent fibers. By simplifying Eq. (<u>1</u>), Eq. (<u>5</u>) can be obtained,

$$\vec{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \xi & \cos \theta & \cos \alpha \\ \xi & \cos \alpha & \sin \theta \end{pmatrix},$$
 (5)

where

4916 APPLIED OPTICS / Vol. 52, No. 20 / 10 July 2013

$$\xi = \cos(\theta - \varphi) \left(\cos \varphi \cos \alpha + e^{\frac{2\pi i L_1 G_1}{\lambda}} \sin \varphi \sin \alpha \right) - e^{\frac{2\pi i L_2 G_2}{\lambda}} \sin(\theta - \varphi) \left(\cos \alpha \sin \varphi - e^{\frac{2\pi i L_1 G_1}{\lambda}} \cos \varphi \sin \alpha \right).$$
(6)

The expression for the electric fields on the orthogonal directions expressed in Eq. (5) allows calculating the system transmittance in decibels by multiplying by 10 the base-10 logarithm of the scalar product between the electric field complex conjugate Jones vector \vec{E}^+ and the electric field Jones vector \vec{E} , as it is shown in Eq. (7),

$$T = 10\log_{10}(\vec{E}^+ \cdot \vec{E}) = 10\log_{10}(\xi * \xi \cos^2 \theta), \quad (7)$$

where $\xi *$ is the complex conjugate of ξ .

Theoretical model analysis revealed that it is possible to access each fiber response separately by conveniently adjusting the polarizer angles, i.e., the model predicted that it is possible to obtain separable single-fiber responses (even when the fibers are spliced by tuning the input and output polarizers regardless of the angle φ between the axes of the two fibers. The only constraint for the angle φ is $\varphi \neq m\pi/2$, where *m* is an integer; if $\varphi = m\pi/2$, the principal axes of the fibers will coincide and the system will act as if it was formed by only one fiber.

For accessing the first fiber response, one needs to launch light out of the fiber principal axes (by setting the angle α of the first polarizer, $\alpha = \pi/4$, for an optimized situation) and set the second polarizer at an angle θ that satisfies $\theta = \varphi$ or $\theta = \varphi + \pi/2$. For these situations, the transmittance [Eq. (7)] loses its dependence on the parameters of the second fiber (L_2 and G_2) and can be expressed as an oscillating function of the parameters of the first fiber (L_1 and G_1). Eq. (8) presents the transmittance for the situation in which $\theta = \varphi + \pi/2$:

$$T\left(\theta = \varphi + \frac{\pi}{2}\right) = 10\log_{10}\left[A(\alpha, \varphi) - B(\alpha, \varphi)\cos\left(\frac{2\pi L_1 G_1}{\lambda}\right)\right],$$
(8)

where

$$A(\alpha,\varphi) = \cos^2 \alpha \sin^2 \varphi \, \cos \, 2\varphi + \frac{\sin^2 2\alpha}{4}, \qquad (9)$$

$$B(\alpha,\varphi) = \frac{\sin 2\alpha \sin 2\varphi}{4}.$$
 (10)

For accessing the second fiber response, it is necessary to launch light at one of the first fiber principal axes and also to set the angle of the first polarizer so the electric field will be oscillating on the horizontal or vertical fiber axis $\alpha = 0$ or $\alpha = \pi/2$. When using $\alpha = \pi/2$, it is necessary to change the input electric field Jones vector in Eq. (1) $\binom{1}{0}$ by $\binom{0}{1}$; otherwise, the system response will be null. The second polarizer is set to be at an angle θ so that $\theta \neq \varphi + \pi/2$ and $\theta \neq \varphi$; otherwise, just a single fiber axis will be probed and no modulation observed.

In this situation, the transmittance [Eq. (7)] loses its dependence on the parameters of the first fiber $(L_1 \text{ and } G_1)$ and can be expressed as an oscillating function of the parameters of the second fiber $(L_2$ and G_2). Equation (11) presents the transmittance for the situation in which $\alpha = 0$:

$$T(\alpha = 0) = 10 \log_{10} \left[C(\theta, \varphi) - D(\theta, \varphi) \cos\left(\frac{2\pi L_2 G_2}{\lambda}\right) \right],$$
(11)

where

$$C(\alpha, \varphi) = \frac{1}{2} + \frac{1}{4} \cos 2\theta + \frac{1}{4} \cos[2(\theta - 2\varphi)], \quad (12)$$

$$D(\alpha, \varphi) = \frac{1}{2} \sin 2\varphi \sin[2(\theta - \varphi)]. \tag{13}$$

Figure 2 shows theoretical plots for the transmittance of the system represented in Fig. 1 concerning the situations in which the first fiber, second fiber, and mixed responses were accessed. In order to obtain the first fiber response, the angles were set so that $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, and $\varphi = \pi/3$ (notice that $\theta = \varphi + \pi/2$). For obtaining the second fiber response, the angles were set so that $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, and $\varphi = \pi/3$ (notice that the light was launched on the horizontal axis of the first fiber and $\theta \neq \varphi + \pi/2$). In order to exemplify a situation of mixed response, the angles were set so that $\alpha = \pi/4$, $\theta = 7\pi/12$, and $\varphi = \pi/3$. The curves were vertically shifted for better visualization.

It is worth to observe that the number of valleys (minimum points) in the individual fiber responses



Fig. 2. Simulation of the system schematized in Fig. 1 transmittance for the situations in which the first fiber, second fiber, and mixed responses were accessed. Angles for obtaining the proposed situations: first fiber response, $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, and $\varphi = \pi/3$; second fiber response, $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, and $\varphi = \pi/3$; mixed response, $\alpha = \pi/4$, $\theta = 7\pi/12$, and $\varphi = \pi/3$. Parameters: $L_1 = 40$ cm; $L_2 = 80$ cm; $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$.

depends on the product between the group birefringence and the length of the fiber being measured. It can be understood, by observing Eq. $(\underline{4})$, that the higher this product, the closer together are the wavelength values that lead to exponent values which are odd multiples of π .

The number of valleys per wavelength range in the transmission spectrum (and, therefore, the group birefringence and fiber length product) contains very important information for setting up the system reported herein. The importance arises from the fact that it is through this information that the single fiber responses are identified. For instance, if the first and the second fibers have the same group birefringence, one will need to employ fiber with different lengths; otherwise, it would be impossible to identify which fiber is being accessed.

In addition, as the individual responses of the first and second fibers can be obtained by tuning the input and output polarizer angles, we decided to evaluate the single fiber responses when their group birefringence was individually varied. This is an interesting situation since, if there is a measurable spectral change due to group birefringence variation, a sensor can be designed. The theoretical simulation concerning the situation just described is shown in Figs. $\underline{3(a)}$ and $\underline{3(b)}$.

Figure 3(a) shows the situation in which the first fiber response was accessed and the group birefringence of the first fiber was varied (parameters: $\alpha = \pi/4, \theta = 5\pi/6, \varphi = \pi/3, L_1 = 40 \text{ cm}, L_2 = 80 \text{ cm}, G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}, \quad \Delta G = 5 \times 10^{-7}$). Likewise, Fig. 3(b) presents the situation in which the second fiber response was accessed and the group birefringence of the second fiber was varied (parameters: $\alpha = 0, \theta = 12\pi/7, \varphi = \pi/3, L_1 = 40 \text{ cm}, L_2 = 80 \text{ cm}, G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}, \Delta G = 5 \times 10^{-7}$). One can analyze that there is a spectral shift due

One can analyze that there is a spectral shift due to the variation of the birefringence of the fiber being accessed. The referenced spectral shift can be characterized by following the position of any point in the spectrum as a function of the birefringence. The analysis proposed herein uses the position of the minimum points (valleys) to characterize the system response.

As parameters, such as refractive index, temperature, strain, and pressure can be sensed by exploring birefringence changes in birefringent optical fibers [5,6,8-11], the proposed configuration can be used to probe different physical quantities (by choosing the suitable birefringent fibers, which must be sensitive to the parameters intended to be measured). Also, it can probe the same parameter in disconnected environments (by concatenating two sections of the same birefringent fiber with different lengths).

In order to complete the design of the sensor, system cross-sensitivity was evaluated. To perform this evaluation, the birefringence of the second fiber was varied while the response of the first fiber was being measured (parameters: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$,

10 July 2013 / Vol. 52, No. 20 / APPLIED OPTICS 4917



Fig. 3. (a) Simulation of the first fiber response as the birefringence of the first fiber is varied (Parameters: $\alpha=\pi/4, \ \theta=5\pi/6, \ \varphi=\pi/3, \ L_1=40 \text{ cm}, \ L_2=80 \text{ cm}, \ G_1=G_2=1\times10^{-4}, \ \Delta G=5\times10^{-7})$. (b) Simulation of the second fiber response as the birefringence of the second fiber is varied (Parameters: $\alpha=0, \ \theta=7\pi/12, \ \varphi=\pi/3, \ L_1=40 \text{ cm}, \ L_2=80 \text{ cm}, \ G_1=G_2=1\times10^{-4}, \ \Delta G=5\times10^{-7})$.

 $\Delta {\rm G}=5\times 10^{-7}).$ Moreover, the situation in which the birefringence of the first fiber was varied while the response of the second fiber was being accessed was also tested (parameters: $\alpha=0,\ \theta=12\pi/7,\ \varphi=\pi/3,\ L_1=40$ cm, $L_2=80$ cm, $G_1=G_2=1\times 10^{-4},\ \Delta {\rm G}=5\times 10^{-7}).$ Simulation results for those situations are presented in Figs. 4(a) and 4(b). Spectra are vertically shifted for better visualization.

It is seen in Figs. 4(a) and 4(b) that, as expected, there is no wavelength shift concerning the valley positions in the spectra. Therefore, one can observe that there is no cross sensitivity in the proposed setup, i.e., when a single fiber response is being evaluated, birefringence variations in the inactive fiber do not influence the sensor response.

Thus, the properties of the system described in Fig. $\underline{1}$ were theoretically analyzed and the way it can be used to sense different physical parameters or the same parameter in different environments was explained. In the next section, experimental results for the situations just analyzed will be presented and discussed.

4918 APPLIED OPTICS / Vol. 52, No. 20 / 10 July 2013



Fig. 4. (a) Simulation of the first fiber response as the birefringence of the second fiber is varied (Parameters: $\alpha = \pi/4$, $\theta = 5\pi/6$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$). (b) Simulation of the second fiber response as the birefringence of the first fiber is varied (Parameters: $\alpha = 0$, $\theta = 7\pi/12$, $\varphi = \pi/3$, $L_1 = 40$ cm, $L_2 = 80$ cm, $G_1 = G_2 = 1 \times 10^{-4}$, $\Delta G = 5 \times 10^{-7}$). Vertical dashed lines helps to observe that there is no wavelength shift.

3. System Characterization and Design of a Temperature Sensor: Experimental Approach

In order to obtain an experimental realization for the proposed system, two sections of elliptical core (e-core) optical fiber with different lengths $(L_1 =$ 18.1 cm and $L_2 =$ 81.4 cm) were spliced according to the configuration of Fig. <u>1</u>. Figure <u>5</u> shows the single fibers and mixed responses which were obtained by tuning the input and output polarizers (spectra are vertically shifted for better visualization). It should be noted that there is no information about the orientation of the fiber ends and no information about the angle φ between the birefringent fiber sections. Thus, the polarizers are tuned by making trials.

In addition, the spectra presented in Fig. <u>5</u> allow calculating the fiber group birefringence G by using Eq. (<u>14</u>) where S is the valleys' wavelength spacing, λ is the wavelength, and L the length of the birefringent fiber [<u>5</u>]. From Fig. <u>5</u> data, one can calculate a value of 3.8×10^{-4} for the e-core fiber group



Fig. 5. Single fibers and mixed responses. Elliptical core fiber sections with different lengths were used: $L_1=18.1\ {\rm cm}$ and $L_2=81.4\ {\rm cm}.$

birefringence, which is consistent to the value reported in [5], $3.85\times10^{-4},$

$$G = \frac{\lambda^2}{SL}.$$
 (14)

To check the lack of cross-sensitivity, two e-core fiber sections were spliced according to the configuration presented in Fig. 1. As the e-core fiber is temperature sensitive, two situations were then evaluated: first, when the first fiber response was being measured, the second fiber section was heated; afterward, when the second fiber response was being analyzed, the first fiber section was heated. In both situations, no wavelength shifting was observed, as can be seen in Figs. 6(a) and 6(b).

In order to provide more versatility to the sensor, a configuration in which a standard single-mode fiber was spliced between the two birefringent fiber



Fig. 6. Cross-sensitivity verification experiment using e-core fibers. (a) First fiber response was observed while the second fiber was heated; $L_1 = 42$ cm and $L_2 = 102.5$ cm. (b) Second fiber response was observed while the first fiber was heated; $L_1 = 73.5$ cm and $L_2 = 16$ cm.



Fig. 7. Schematic diagram for the proposed sensor with a section of standard single-mode fiber placed between the birefringent fiber sections. SC, supercontinuum light; P_1 , first polarizer; a, angle of the first polarizer; P_2 , second polarizer; θ , angle of the second polarizer; L_1 , length of the first fiber; L_2 , length of the second fiber; G_1 , group birefringence of the first fiber; G_2 , group birefringence of the second fiber.

sections was also tested. Figure $\underline{7}$ shows a diagram for the setup.

Concerning the configuration presented in Fig. 7, experimental measurements showed that singlefiber responses could be obtained even with the existence of a standard telecom optical fiber section, straight or curved, between the birefringent fiber sections, as can be observed in Fig. 8 (standard telecom fiber length was 113 cm and the curvature radius had a typical value of 4 cm). Curves are vertically shifted for better visualization.

Figure 8, thus, shows that the birefringence that may be induced in the standard telecom fiber by the curvature doesn't degrade the measurement of the single-fiber responses. In [12], for instance, a birefringence of 5.3×10^{-8} is estimated for a 125 µm diameter silica fiber bent by a radius of 10 cm. By using Eq. (4), one can calculate the matrix that would describe this fiber and check that, if it is inserted in Eq. (1) the result is minimally altered; as the curvature-induced birefringence is small, the matrix that mathematically describes the standard telecom fiber section can be approximated as a unit matrix to be inserted in Eq. (1), which clearly doesn't affect this equation's original results.

To demonstrate the sensor performance, a temperature sensor for probing two disconnected environments was designed by exploring the temperature sensitivity provided by PANDA fibers. Two sections



Fig. 8. Single fiber responses for the situations in which a (a) straight and (b) curved standard single-mode fiber (113 cm long) was spliced between the birefringent fiber sections (e-core fibers); $L_1 = 18.1$ cm and $L_2 = 81.4$ cm. Typical curvature radius, 4 cm.

10 July 2013 / Vol. 52, No. 20 / APPLIED OPTICS 4919

of PANDA fiber with different lengths were then spliced to a standard telecom optical fiber according to the configuration depicted in Fig. 7 ($L_1 = 31.2$ cm; $L_2 = 91.1$ cm; Length of standard SMF fiber between PANDA fiber sections, 15.2 cm). PANDA fibers were used since they provide a temperature sensitivity which is 7 times higher than the one provided by e-core fibers [10].

The experiment is performed by first accessing the response of the first PANDA fiber section and then by heating it. Spectrum is subsequently measured as the temperature is increased and the wavelength shifting is analyzed. Similarly, the sensitivity of the second fiber is measured.

However, as the heated section of the fiber is the same for both situations (heated length $L_{\text{heat}} = 10 \text{ cm}$) and the length of the PANDA fiber sections are different, one can see that different percentages of the fibers are heated. The fact of heating different percentages of the fibers implies a difference between the temperature sensitivities to be measured. To explain the difference between the temperature sensitivities, one can imagine the birefringent fiber being evaluated as divided into three parts, as shown in Fig. 9. Each division can be thought of as having $\beta_{x,i}(T,\lambda)$ and $\beta_{y,i}(T,\lambda)$ as its orthogonal mode propagation constants (dependent on temperature and wavelength) and D_i as its length.

For a certain valley position (minimum point) in the system spectrum, the phase difference between the x and y modes can be written as shown in Eq. (15):

$$\Phi = \sum_{i=1}^{i=3} [\beta_{x,i}(T,\lambda) - \beta_{y,i}(T,\lambda)] D_i = (2m+1)\pi.$$
(15)

Thus, with the purpose of taking into account variations in the birefringence of the fiber, one can perform a first-order Taylor expansion for the propagation constants around a temperature T_0 as shown in Eq. (16):

$$\beta(T,\lambda) = \beta(T_0,\lambda) + \frac{\partial\beta}{\partial T}dT + \frac{\partial\beta}{\partial\lambda}d\lambda.$$
(16)

By substituting Eq. (<u>16</u>) into Eq. (<u>15</u>) and by using the group velocity, group birefringence (*G*), phase birefringence (*B*), and propagation constants definitions, one can obtain the interferometer sensitivity to temperature (*S*) when a fraction of the fiber with length L_{heat} is heated,

$$S = \left(\frac{L_{\text{heat}}}{L}\right) \frac{\lambda}{G} \frac{\partial B}{\partial T}, \qquad (17)$$

$$g_{x,1}(T,\lambda) \qquad \beta_{x,2}(T,\lambda) \qquad \beta_{x,3}(T,\lambda)$$

$$g_{y,1}(T,\lambda) \qquad \beta_{y,2}(T,\lambda) \qquad \beta_{y,3}(T,\lambda)$$

$$D_1 \qquad D_2 = L_{\text{heat}} \qquad D_3$$

Fig. 9. Schematic diagram for analyzing sensitivity differences. The fiber is thought to be divided into three parts, each one with its mode propagation constants $\beta_{x,i}$ and $\beta_{y,I}$ and length D_i . The central part is assumed to be heated.

4920 APPLIED OPTICS / Vol. 52, No. 20 / 10 July 2013

β,

B,

where L is the total length of the fiber, and $L = D_1 + D_2 + D_3$. Therefore, one can observe that the sensitivity to temperature is dependent on the fraction of the fiber that is being heated. Thus, if we consider two fibers with length L_1 and L_2 but same values for L_{heat} , B, G, and $\partial B / \partial T$ (which is the case for the experiment reported in this paper), the sensitivities S_1 and S_2 can be compared as follows:

$$\frac{S_1}{S_2} = \frac{L_2}{L_1}.$$
 (18)

Figure <u>10</u> shows the measured spectra and the valley position plots as a function of the temperature concerning the temperature-sensing experiment. Figure <u>10(a)</u> is the measurement for the situation in which the first fiber was being heated and its response evaluated. Figure <u>10(b)</u> is the analogous measurement related with the second fiber. Figure <u>10(c)</u> is a plot of the wavelength shift ($\Delta\lambda$) as a function of the temperature concerning the data from Figs. <u>10(a)</u> and <u>10(b)</u>.

Figure 10 shows that the temperature from the first and the second environment could be probed. Also, it is seen that the measured sensitivities for the fiber sections were different. As explained before, the reason for this difference is that different percentages of the fiber sections were heated in the experiments (the length of fiber that was heated was the same in both situations, $L_{\rm heat} = 10$ cm, but the fiber lengths were different: $L_1 = 31.2$ cm and $L_2 = 91.1$ cm). By dividing the measured sensitivities ($S_1 =$

By dividing the measured sensitivities $(S_1 = -0.74 \text{ nm/°C}; S_2 = -0.25 \text{ nm/°C})$, one can calculate $(S_1/S_2)_{\text{experiment}} = 2.96$. By using L_1 and L_2 values, Eq. (18) predicts $(S_1/S_2)_{\text{predicted}} = 2.92$. Thus, one can see that the experimental ratio for the temperature sensitivities is consistent with the one predicted by Eq. (18). Thus, one can analyze that a temperature sensor for dual environment probing could be obtained and characterized.

In addition, as referenced before, it should be analyzed that this Solc-like sensor configuration can probe any physical parameter to which a particular birefringent fiber is sensitive; it would be possible to sense temperature and refractive index (by using a PANDA fiber [10] and a birefringent microfiber [8,9]) or temperature and hydrostatic pressure (by using a PANDA fiber [10] and a pressure-dependent photonic crystal fiber [11]), for example.

Moreover, this sensor could be used to sense the same environment with different resolutions since the number of fringes in the spectrum (and, consequently, the FWHM of the valleys) depends on the length of the fiber in such a manner that the longer the fiber, the smaller the valley FWHM. Thus, if it is desired to perform the measurement with high resolution, the response of the longest fiber must be analyzed; if a lower resolution is required, the smallest fiber response must be monitored.

Furthermore, one should analyze that measurement dynamic range (variation range of the physical

> 3 - 19 19



Fig. 10. (a) Measured spectra for the first PANDA fiber section while being heated. Polarizer angles: $P_1 = 350^\circ$, $P_2 = 145^\circ$. (b) Measured spectra for the second PANDA fiber section while being heated. Polarizer angles: $P_1 = 5^\circ$, $P_2 = 90^\circ$. For both experiments, PANDA fiber lengths $L_1 = 31.2$ cm; $L_2 = 91.1$ cm; Length of SMF between PANDA fiber sections, 15.2 cm; Heated length, 10 cm. (c) Wavelength shift as a function of the temperature. Temperature sensitivities $S_1 =$ first fiber sensitivity = -0.74 nm/°C and $S_2 =$ second fiber sensitivity = -0.25 nm/°C.

parameter to be measured, e.g., temperature interval to be evaluated) must be considered besides measurement resolution. It is important because the increase of the resolution causes the valleys to be spectrally closer. If the wavelength shift of the valleys is greater than the wavelength separation between two of them, ambiguity may occur when analyzing system response. Therefore, a high resolution measurement implies a short dynamic range to be measured, while for a measurement performed with lower resolution, a larger dynamic range can be probed.

4. Conclusion

In this paper, the development of an optical sensor which employs two sections of in-series birefringent fibers was reported. The sensor characteristics were theoretically studied by the use of Jones matrices formalism.

In order to experimentally characterize the sensor performance, a temperature sensor for dual environment probing was built up. The setup employed an input and an output polarizer which were tuned in order to access the fiber responses individually. Transmitted light was measured in an OSA and the wavelength shift of the transmission valleys due to temperature variations was monitored.

Also, it was analyzed that the reported sensor allows sensing different physical parameters if the suitable birefringent fibers are chosen. Likewise, it can be used to sense the same physical parameter in different environments if two sections of the same birefringent fiber with different lengths are used, which allows choosing the best resolution dynamic range relation for the desired measurement.

The authors would like to acknowledge Fapesp for financial support.

References

- 1. E. Udd and B. W. Spillman, Jr., Fiber Optic Sensors: An Intro-
- duction for Engineers and Scientists, 2nd ed. (Wiley, 2011).
 S. W. James and R. P. Tatam, "Optical fibre long-period gratings sensors: characteristics and applications," Meas. Sci. Technol. 14, R49-R61 (2003).
- K. O. Hill and G. Meltz, "Fiber Bragg gratings technology fundamentals and overview," J. Lightwave Technol. 15,
- Berland, M. T. Baptista, and J. L. Santos, "Recent
 O. Frazão, J. M. T. Baptista, and J. L. Santos, "Recent
- advances in high-birefringence fiber loop mirror sensors, Sensors 7, 2970–2983 (2007).
- R. H. Chu and J. J. Zou, "Transverse strain sensing based on optical Solc filter," Opt. Fiber Technol. 16, 151–155 (2010).
- 7. A. Gerrard and J. M. Burch, Introduction to Matrix Methods in
- Optics, Dover Books on Physics (Wiley, 1975).
 8. J. Li, L.-P. Sun, S. Gao, Z. Quan, Y.-L. Chang, Y. Ran, L. Jin, and B.-O. Guan, "Ultrasensitive refractive-index sensors based on rectangular silica microfibers," Opt. Lett. 36, 3593–3595 (2011).
- 9. F. Beltrán-Mejía, J. H. Osório, C. R. Biazoli, and C. M. B. Cordeiro, "D-microfibers," Submitted to Journal of Lightwave Technology.
- 10. F. Zhang and J. W. Y. Lit, "Temperature and strain sensitivity measurements of high-birefringent polarization-maintaining
- H. Y. Fu, H. Y. Tam, L.-Y. Shao, X. Dong, P. K. A. Wai, C. Lu, and S. K. Khijwania, "Pressure sensor realized with
- and O. A. Kurywand, Tressure sensor rearized with polarization-maintaining photonic crystal fiber-based Sagnac interferometer," Appl. Opt. 47, 2835–2839 (2008).
 A. Kumar and A. Ghatak, Polarization of Light with Applica-tions in Optical Fibers, Tutorial Texts in Optical Engineering (SPIE, 2011).

10 July 2013 / Vol. 52, No. 20 / APPLIED OPTICS 4921

. . .