



UNIVERSIDADE PRESBITERIANA MACKENZIE

MackGraphe

Centro de Pesquisas Avançadas em Grafeno e Nanomateriais

---

## RELATÓRIO TÉCNICO - CIENTÍFICO

### Moduladores ultrarrápidos baseados em grafeno depositado em fibra óptica de perfil D

Projeto fomentado pelo Mackpesquisa

Durante o período de 02/2016 a 01/2017

Pesquisadora líder: Prof<sup>a</sup>. Lúcia Akemi Miyazato Saito

Março 2017



## Resumo

O presente relatório descreve os principais resultados obtidos no projeto de pesquisa “Moduladores ultrarrápidos baseados em grafeno depositado em fibra óptica de perfil D”, fomentado pelo Fundo Mackenzie de Pesquisa no período entre fevereiro de 2016 e janeiro de 2017. A estratégia para desenvolver o projeto contando com a aprovação de cerca de 30% do orçamento previsto inicialmente foi focar os trabalhos experimentais na modulação passiva, ficando o desenvolvimento do modulador ativo restrito a simulação devido a impossibilidade de aquisição de alguns materiais e equipamentos. Apesar da aprovação parcial de recursos, obteve-se ótimos resultados tendo contribuído diretamente para a formação de recursos humanos com os seguintes quantitativos: formação de três alunos de iniciação científica, um aluno de mestrado e um aluno de doutorado, sendo que este último está em fase de finalização. Em termos de publicações, obteve-se dez artigos completos em anais de eventos nacionais e internacionais, um artigo publicado e um aceito para publicação em periódico de alto impacto além de dois artigos que estão em fase de elaboração. A contribuição deste projeto em conjunto com recursos de outras agências de fomento foi importante para o desenvolvimento do MackGraphe na área de dispositivos fotônicos baseados em grafeno.



UNIVERSIDADE PRESBITERIANA MACKENZIE

MackGraphe

Centro de Pesquisas Avançadas em Grafeno e Nanomateriais

---

## Sumário

1. Introdução .....	4
2. Objetivos .....	5
3. Produção Científica e Acadêmica .....	6
4. Descrição dos Principais Resultados .....	8
5. Conclusão e Perspectivas .....	12



## 1. Introdução

O avanço das comunicações ópticas tem demonstrado a necessidade de exploração de novas fronteiras tecnológicas na Física e na Engenharia a fim de atender o rápido crescimento global. Novas fontes de luz, formatos de modulação, fotodetetores além de melhor aproveitamento da banda de transmissão e melhor eficiência de modulação têm sido estudadas no intuito de buscar novas soluções para os sistemas de transmissão óptica em altas taxas de repetição. Recentemente, um dos materiais que tem atraído atenção dos pesquisadores tem sido o grafeno devido as suas propriedades ópticas e eletrônicas com perspectivas para o desenvolvimento de dispositivos fotônicos e optoeletrônicos.

A ausência de *bandgap* e a dispersão linear dos elétrons de Dirac são características do grafeno que permite a sintonização em uma extensa faixa de comprimentos de onda, ou seja, possibilita que dispositivos optoeletrônicos baseados em grafeno possam operar em uma ampla região do espectro de transmissão óptica tornando-o atrativo para operação em diversas bandas de comunicações ópticas. Além de ser um material flexível e robusto, possui alta transmitância óptica podendo ser fabricado com espessuras da ordem de alguns nm, bem mais fino quando comparado com outros materiais condutores transparentes.

A camada de grafeno depositada sobre um filme fino de polímero pode ser acoplada entre dois conectores de fibra óptica formando um “sanduíche”, fixado com um adaptador. Este dispositivo passivo com propriedade de absorção saturável pode ser inserido na cavidade laser para a geração de pulsos ultracurtos. No entanto, o filme de grafeno na ponta do conector de fibra produz pouca interação da luz durante a propagação. A deposição de grafeno na lateral polida da fibra óptica de perfil D surge como proposta para aumentar o comprimento de interação da luz com o grafeno em dispositivos a base de fibra óptica.

O projeto de pesquisa que é objeto deste relatório visou explorar e otimizar experimentalmente a alta eficiência de modulação em absorvedores saturáveis baseado em grafeno em seus diversos meios de obtenção (CVD, GO e rGO). Outros materiais também da família dos bidimensionais tais como MoS<sub>2</sub> e fósforo negro (BP – *Black Phosphorus*) foram analisados sendo depositados na ponta do conector de fibra óptica e na superfície polida da fibra óptica SMF com distância de até 1 µm entre a casca e o núcleo e, comprimentos de polimento de 10 a 25 mm. A eficiência de modulação óptica destes materiais foram analisadas



inserindo-as num laser à fibra dopada com Érbio para geração de pulsos ultracurtos em 1550 nm.

## 2. Objetivos

O projeto proposto originalmente tinha como objetivo desenvolver o estudo, pesquisa, fabricação e caracterização de moduladores ativos baseados em grafeno depositado sobre a lateral polida da fibra óptica de perfil D operando em taxas de repetição da ordem de GHz. A estratégia para desenvolver o projeto contando com a aprovação de 30% do orçamento previsto inicialmente foi focar os trabalhos experimentais na modulação passiva, ficando o desenvolvimento do modulador ativo restrito a trabalhos de simulação devido a impossibilidade de aquisição de equipamentos para fabricação e caracterização experimental.

O projeto teve também como meta contribuir para a formação de recursos humanos altamente qualificados, capazes de desenvolver dispositivos baseados no estudo de fenômenos ultrarrápidos em grafeno e outros materiais bidimensionais. Neste quesito pode-se destacar os resultados obtidos com três alunos de Iniciação Científica: 1) Israel Avansi Marques obteve o título de engenheiro elétrico como um dos melhores alunos graduados em sua turma (julho/2016) recebendo o Prêmio ABB por seus resultados. Atualmente é aluno de mestrado em engenharia elétrica. 2) Maria Cecília Schineider Araújo graduou-se como uma das melhores alunas da turma (dezembro/2016) sendo concedida uma bolsa de isenção de taxas escolares para cursar o mestrado em engenharia elétrica e prosseguir com sua pesquisa. 3) Rubens Luiz Marcondes recebeu o prêmio de melhor trabalho de IC da Escola de Engenharia na Jornada Científica organizada pela Universidade Presbiteriana Mackenzie e irá apresentar seu trabalho “Fabricação de absorvedores saturáveis baseados em nanomateriais bidimensionais utilizando o método da gota” no evento organizado pela SBPC previsto para julho/2017 em Belo Horizonte.

Os absorvedores saturáveis baseados em grafeno, MoS<sub>2</sub> e fósforo negro foram fabricados em colaboração com os pesquisadores da área de Química e Engenharia de Materiais e testados nos Laboratórios de Fotônica do MackGraphe.

Pretendia-se obter ao final do projeto (1) os procedimentos para a fabricação de moduladores eletroópticos e as características físicas do grafeno operando em altas taxas de



repetição, obtendo-se como resultado: (2) a modulação de pulsos ópticos ultrarrápidos com a possível aplicação na geração de pulsos ultracurtos em lasers à fibra. Estas metas foram cumpridas sendo que no item (1) foi desenvolvido um modelo de modulador a base de grafeno em simulação operando a taxas de até 19,4 GHz e em (2) foram obtidos ótimos resultados experimentais com geração de pulsos da ordem de 200 fs com inovação e reprodutibilidade na fabricação de amostras de absorvedores saturáveis.

Numa outra etapa de aplicação, pretendia-se testar o modulador em sistema de comunicação em colaboração com o CPqD. A colaboração fortemente firmada tem buscado soluções para o desenvolvimento de outros modelos de moduladores ópticos a base de grafeno. Este projeto financiado pelo Mackpesquisa possibilitou o início de uma nova fase de projetos.

### 3. Produção Científica e Acadêmica

O projeto previa a disseminação da pesquisa através de publicação de artigos em periódicos e congressos internacionais:

- 1 artigo com F.I. > 3 (Optics Express);
- 2 artigos com  $1 < \text{F.I.} < 3$  (IEEE Photonics Technology Letters, Journal of Lightwave Technology)
- 2 trabalhos em congressos nacionais e internacionais.

A lista de produções científicas e acadêmicas resultantes do projeto é dada abaixo:

#### Artigos Publicados/Aceitos em Periódico Científico:

1. J. D. Zapata, D. Steinberg, L. A. M. Saito, R. E. P. de Oliveira, A. M. Cardenas, E. A. Thoroh de Souza, “Efficient Graphene saturable absorbers on D-shaped optical fiber for ultrashort pulse generation”, Scientific Reports Vol. 6:20644 (2016). Fator de impacto: 5,228.
2. E. J. Aiub, D. Steinberg, E. A. Thoroh de Souza, L. A. M. Saito, “200-fs mode-locked Erbium-doped fiber laser by using mechanically exfoliated MoS<sub>2</sub> saturable absorber onto D-shaped fiber”, aceito para publicação em Optics Express (2017). Fator de impacto: 3,148.



Artigos Completos em Anais de Eventos:

1. R. M. Gerosa, D. Steinberg, R. L. Marcondes, S. H. Domingues and L. A. M. Saito, “*2D nanomaterials saturable absorbers fabrication using the droplet method for Erbium-doped fiber lasers*”, Conference on Lasers and Electro-Optics - CLEO, JTu5A.81, California 2016.
2. J. D. Zapata, L. A. M. Saito, A. M. Cárdenas and E. A. Thoroh de Souza, “*Sub-150 fs mode-locked Erbium doped fiber laser based on monolayer graphene on a D-shaped optical fiber*” CLEO, JTu5A.71, San Jose, California 2016.
3. J. D. Zapata, L. A. M. Saito, D. Steinberg, R. E. P. de Oliveira, A. M. Cárdenas and E. A. Thoroh de Souza, “*A new criterion to optimize graphene saturable absorbers on D-shaped optical fiber for ultrashort pulse generation*”, Latin America Optics and Photonics Conference (LAOP), LTh3A.4, Medellin, Colombia, 2016.
4. R. M. Gerosa, D. Steinberg, F. N. Pellicer, S. H. Domingues, E. A. Thoroh de Souza and L. A. M. Saito, “*300-fs mode-locked Erbium doped fiber laser using evanescent field interaction through graphene oxide saturable absorber in D-shaped fibers*”, LAOP, LTh2A.5, Medellin, Colombia, 2016.
5. D. Steinberg, R. M. Gerosa, F. N. Pellicer, S. H. Domingues, E. A. Thoroh de Souza and L. A. M. Saito, “*190-fs Mode-locked Erbium Doped Fiber Laser Using Reduced Graphene Oxide onto D-shaped Fiber*”, aceito para apresentação em *Graphene 2017*, Barcelona.
6. E. J. Aiub, I. B. Martins, D. Steinberg, H. G. Rosa, E. A. Thoroh de Souza and L. A. M. Saito, “*Caracterização de MoS<sub>2</sub> esfoliado mecanicamente para geração de pulsos ultracurtos em laser a fibra dopada com Érbio*”, MOMAG, ST05-3-293, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, 2016.
7. E. J. Aiub, D. Steinberg, E. A. Thoroh de Souza and L. A. M. Saito, “*Mechanically Exfoliated MoS<sub>2</sub> onto D-shaped Optical Fiber for Erbium Doped Fiber Mode-locking*” aceito para apresentação em CLEO, 2017.
8. E. J. Aiub, D. Steinberg, E. A. Thoroh de Souza and L. A. M. Saito, “*Ultrashort Pulse Generation Using Mechanically Exfoliated MoS<sub>2</sub> in Erbium Doped Fiber Laser*” aceito para apresentação em *Graphene 2017*, Barcelona.
9. M. M. de Carvalho, I. B. Martins, R. E. P. de Oliveira, L. A. M. Saito and E. A. Thoroh de Souza, “*Polarization independent optical modulator in integrated waveguide with graphene*”, *Graphene 2016*, p. 30, Genova, Itália 2016.
10. M. M. de Carvalho, R. E. P. de Oliveira, L. A. M. Saito and E. A. Thoroh de Souza, “*Polarization independent PAM4 optical modulator in an integrated waveguide with graphene*”, aceito para apresentação em *Graphene 2017*, Barcelona.

Trabalhos de Iniciação Científica Relacionados com o Projeto:

1. Israel Avansi Marques. “*Simulação de moduladores ópticos a base de grafeno em guias de onda de nitreto de silício*”, 2016.
2. Maria Cecília Schineider Araújo. “*Projeto de moduladores ópticos de grafeno em fibras ópticas*”, 2016.
3. Rubens Luiz Marcondes. “*Fabricação de filmes finos a base de óxido de grafeno para geração de pulsos ultracurtos*”, 2016.



Dissertação de Mestrado Defendida em Decorrência do Projeto:

Eduardo José Aiub. “Dissulfeto de molibdênio esfoliado micromecanicamente depositado em fibra óptica para geração de pulsos ultracurtos”. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Universidade Presbiteriana Mackenzie. Orientadora: Lúcia Akemi Miyazato Saito.

#### 4. Descrição dos Principais Resultados

Dentre as contribuições técnico-científicas realizadas no contexto do projeto destacam-se: (1) fabricação de absorvedores saturáveis pelo método da gota que utiliza óxido de grafeno reduzido (r-GO) e fósforo negro (BP – *Black Phosphorus*); (2) Grafeno CVD transferido para a fibra óptica de perfil D para geração de pulsos ultracurtos; (3) Filmes finos de GO e r-GO transferidos para a fibra D; (4) MoS<sub>2</sub> esfoliado mecanicamente depositado na ponta da fibra e na fibra D; (5) Projeto de moduladores eletroópticos a base de grafeno. Essas contribuições serão agora detalhadas:

(1) fabricação de absorvedores saturáveis pelo método da gota que utiliza óxido de grafeno reduzido (r-GO) e fósforo negro (BP – *Black Phosphorus*)

Este método permite uma rápida e eficaz deposição de filmes finos a base de materiais bidimensionais na ponta da fibra óptica, sendo encapsulada entre dois conectores ópticos. Os filmes foram feitos e transferidos através do método da gota, que a partir da suspensão de uma microgota do nanomaterial imerso em adesivo óptico é colocado sobre a face de conectores de fibra óptica com o auxílio de uma micropipeta. O objetivo era a obtenção de moduladores ópticos passivos que foram incorporados entre dois conectores e testados em cavidades de lasers a fibra dopada com Érbio (Fig. 1a) para atuar como absorvedores saturáveis para geração de pulsos ópticos ultracurtos. Como resultado, foram obtidos pulsos com duração de 570 fs (Fig. 1b) e 650 fs e espectros com largura de banda de 7,30 e 4,50 nm para o r-GO e BP respectivamente.



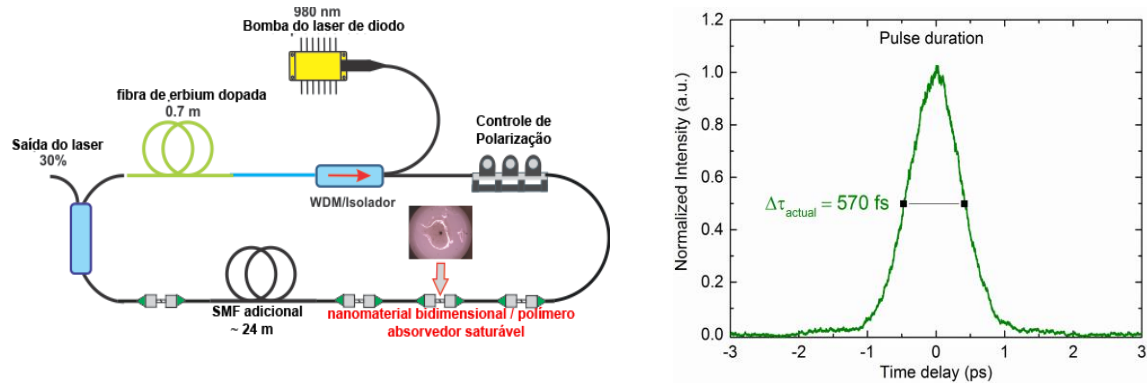


Fig. 1. (a) Configuração experimental do laser a fibra dopada com Érbio. (b) Figura de autocorrelação apresentando duração de pulso estimada em 570 fs considerando perfil  $\text{sech}^2$ .

## (2) Grafeno CVD transferido para a fibra óptica de perfil D para geração de pulsos ultracurtos

No segundo estudo são apresentados resultados referente a interação da luz com o grafeno depositado na lateral polida de uma fibra óptica padrão de telecomunicações, variando-se a distância do núcleo até a interface (casca residual) e o comprimento de polimento da fibra óptica. Demonstramos uma análise da taxa de extinção relativa a polarização como um método para se obter alta eficiência de modulação em absorvedores saturáveis baseado na interação do campo evanescente com o grafeno CVD. Os melhores resultados de geração de pulsos ultracurtos foram obtidos com a amostra em que o grafeno foi depositado próximo ao núcleo cobrindo-o com comprimento de 13 mm sobre uma região polida de 17 mm. Na caracterização por mapeamento Raman (Fig. 2a), foi observado que 83% da cobertura da superfície polida é composta por grafeno de uma única camada. Como resultado, obtivemos alta eficiência de acoplamento de modos passivo com durações de pulso menores que 150 fs (Fig. 2b), quando a taxa de extinção relativa da amostra era de 98%.

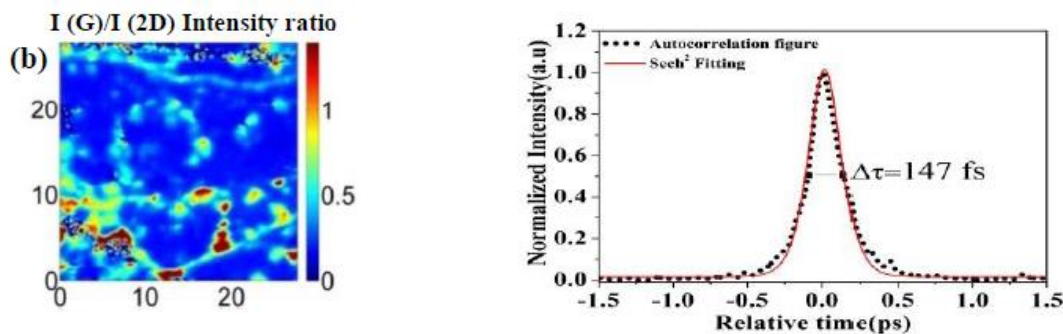


Fig. 2. (a) Caracterização por espectroscopia Raman. Mapeamento da razão de intensidade  $I(G)/I(2D)$  numa área de  $28 \times 28 \mu\text{m}$ . (b) Figura de autocorrelação apresentando duração de pulso estimada em 147 fs considerando perfil  $\text{sech}^2$ .



### (3) Filmes finos de GO e r-GO transferidos para a fibra D

Outros trabalhos importantes tratam-se da fabricação de absorvedores saturáveis a partir de filmes finos de óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (r-GO) transferidos para a lateral polida da fibra óptica de perfil D. Este método tem-se demonstrado um dos mais eficientes permitindo que seja preparado com qualquer material bidimensional. Pulsos ópticos foram gerados em laser a fibra dopada com Érbio com durações de 310 fs (GO) e 190 fs (r-GO), sendo este último (Figura 3), o melhor resultado obtido com r-GO encontrado na literatura.

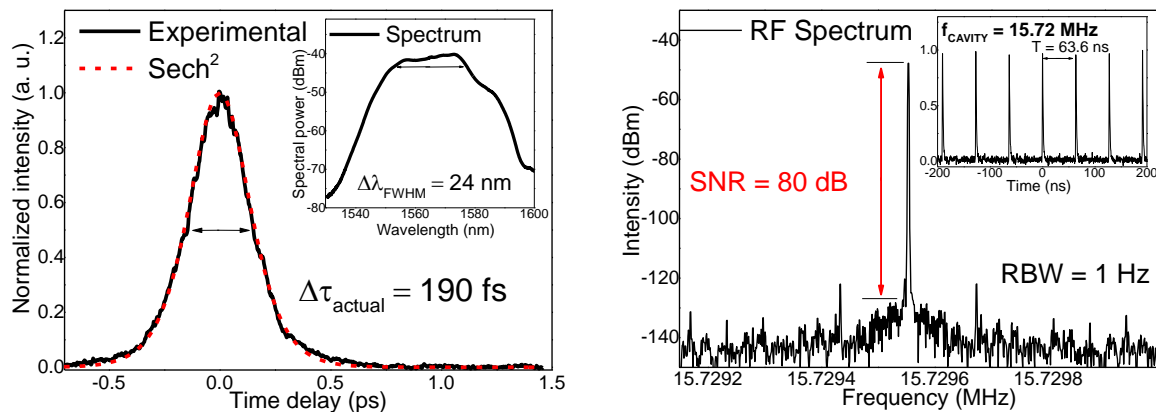


Fig. 3. Geração de pulsos ultracurtos com amostra de r-GO no laser a fibra dopada com Érbio. (a) Figura de autocorrelação apresentando duração de pulso estimada em 190 fs considerando perfil  $\text{sech}^2$ . No canto superior direito, tem-se o espectro óptico. (b) Espectro RF com a taxa de repetição fundamental da cavidade em 15,729 MHz.

### (4) MoS<sub>2</sub> esfoliado mecanicamente depositado na ponta da fibra e na fibra D

Além destes trabalhos, foram apresentadas técnicas para obtenção e caracterização de *flakes* de MoS<sub>2</sub> esfoliados mecanicamente que foram transferidos para a lateral polida da fibra D (Figura 4), permitindo que amostras de MoS<sub>2</sub> esfoliados pudessem ser usadas pela 1ª vez como absorvedor saturável no laser a fibra. Com essas amostras, foi demonstrada a mais curta duração de pulsos ultracurtos gerados com MoS<sub>2</sub> com duração da ordem de 200 fs e largura de banda de 20,5 nm.

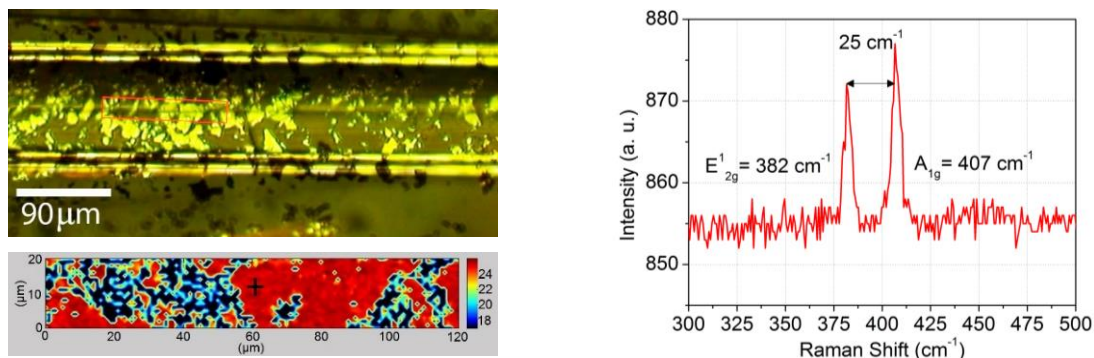
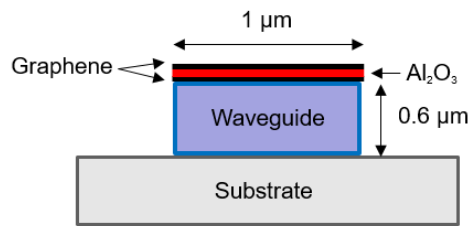


Fig. 4. (a) Imagem óptica dos *flakes* de MoS<sub>2</sub> depositado na superfície polida da fibra óptica de perfil D, usando lente objetiva 10x. (b) Mapeamento Raman da região marcada na Fig. 1(a), área de 20 x 120 μm mostrando as regiões com MoS<sub>2</sub> em vermelho e (c) Espectro Raman do MoS<sub>2</sub> com a diferença entre os modos vibracionais  $E_{2g}^1$  e  $A_{1g}$  de 25 cm<sup>-1</sup>.

#### (5) Projeto de moduladores eletroópticos a base de grafeno.

Outro resultado importante foi o desenvolvimento de dispositivos fotônicos de alto desempenho utilizando grafeno para modulação ativa da luz visando aplicações em comunicações ópticas operando a altas taxas e também para modulação ativa em cavidades lasers com fibras dopadas com Érbio para geração de pulsos ultracurtos. A simulação do modulador foi feita numa configuração similar a um capacitor de placas paralelas sobre um guia de onda planar. Um dos focos deste trabalho foi projetar um modulador eletro-óptico de forma a otimizar o funcionamento do dispositivo para a máxima velocidade de operação. Estão sendo analisadas diferentes características tais como material do guia de onda, espessura e área do dielétrico (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); comprimento de interação do grafeno de forma a maximizar a interação com o campo evanescente da luz; tipo e dimensões do guia de onda (silício, sílica). Resultados recentes demonstram a possibilidade de fabricação de um modulador independente da polarização baseado em grafeno-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-grafeno sobre um guia de onda de nitreto de silício com dimensões de 1 x 0,6 μm (Fig. 5a). A profundidade de modulação estimada é de 45 dB/mm para uma espessura de dielétrico de aproximadamente 80 nm com banda de operação de 7,9 GHz para uma profundidade de modulação de 10 dB. Com esta configuração, propõe-se um modulador PAM4 para modulação em amplitude multi-nível composto por 2 segmentos de capacitor de grafeno sobre o guia de onda. Estima-se que com esta configuração, é possível operar em até 19,4 GHz sendo possível transmitir taxas de até 50 Gbps com operação independente da polarização dos modos TE e TM (Fig. 5b).



	Material	Er	n
Substrate	SiO <sub>2</sub>	2.07	1.44
Waveguide	SiN	4.00	2.00
Dielectric	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.69	1.64

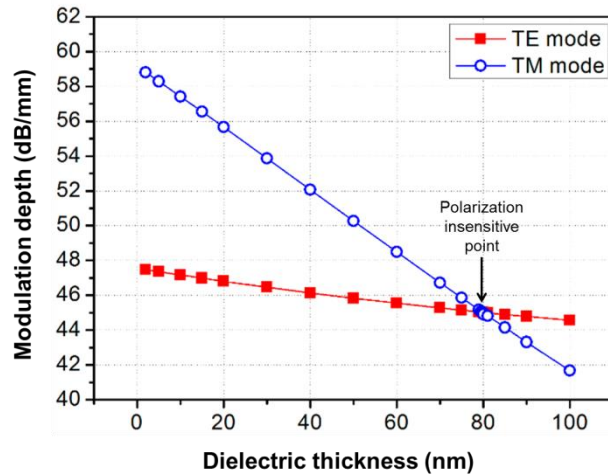


Fig. 5. (a) Configuração do guia de onda com o modelo capacitor de grafeno e (b) Relação entre a profundidade de modulação entre os modos TE e TM. No ponto de intersecção TE é igual a TM, ou seja, o modulador é insensível a polarização.

## 5. Conclusão e Perspectivas

O projeto de pesquisa desenvolvido apresentou ótimos resultados de absorvedores saturáveis operando como dispositivo de modulação passiva em 1550 nm. A modulação ativa de moduladores eletroópticos a base de grafeno foi investigada em simulações obtendo-se resultados preliminares com perspectivas de possível fabricação. Atividades relacionadas ao tema do projeto continuam a ser desenvolvidas, em particular, a montagem do modulador ativo que aguarda a chegada de amplificadores RF para caracterização e outras montagens em andamento.