

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y DE EDUCACIÓN SUPERIOR
DE ENSENADA**



**PROGRAMA DE POSGRADO EN CIENCIAS
EN ÓPTICA
CON ORIENTACIÓN EN OPTOELECTRÓNICA**

**CARACTERIZACIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE LOS MATERIALES
FERROELÉCTRICOS $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ Y LiTaO_3 .**

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de
MAESTRO EN CIENCIAS

Presenta:

NORMA ALICIA BARBOZA TELLO

Ensenada, Baja California, México, Diciembre de 2005.

RESUMEN de la tesis de **Norma Alicia Barboza Tello**, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de MAESTRO EN CIENCIAS en ÓPTICA con orientación en optoelectrónica. Ensenada, Baja California. Diciembre de 2005.

CARACTERIZACIÓN DE LA DISPERSIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE LOS MATERIALES FERROELÉCTRICOS $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ Y LiTaO_3 .

Resumen aprobado por:

Dr. Roger Sean Cudney Bueno
Director de Tesis

Los materiales ferroeléctricos cuentan con varias propiedades físicas especiales que permiten que sean ampliamente utilizados en los procesos de conversión de la frecuencia óptica de un haz de bombeo a otra frecuencia, como la oscilación, la generación y la amplificación óptica paramétrica, entre otros. En cualquier proceso de conversión de frecuencias el índice de refracción del medio juega un papel muy importante para determinar con exactitud qué longitudes de onda se generan.

El objetivo de este trabajo de investigación fue encontrar empíricamente una ecuación de Sellmeier que determine de manera precisa y exacta la dispersión del índice de refracción en función de la temperatura para cada uno de los materiales ferroeléctricos $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ y LiTaO_3 . Estas ecuaciones se obtuvieron ajustando numéricamente un modelo a valores del índice de refracción obtenidos experimentalmente. Los datos del índice de refracción se obtuvieron a través de dos métodos: directamente, mediante la técnica de “desviación mínima”, e indirectamente mediante la medición de la longitud de onda obtenida por generación óptica paramétrica en cristales periódicamente polarizados. Con la técnica de desviación mínima se obtuvo la curva de dispersión en el visible y cercano infrarrojo (457-1064 nm) y con generación óptica paramétrica se obtuvo indirectamente la dispersión de 1 a 4 μm . Para obtener generación óptica paramétrica fue necesario fabricar estructuras periódicamente polarizadas en $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ (PPMgLN) y en LiTaO_3 (PPLT) con periodicidades entre 26 y 31 μm . Aunque se logró observar generación óptica paramétrica en PPMgLN los datos obtenidos no fueron suficientes para caracterizar su índice de refracción. En el caso de LiTaO_3 se obtuvo radiación sintonizable desde 1.4 hasta 4.3 μm , con lo que se logró obtener una ecuación de Sellmeier que describe el índice de refracción de este material en un intervalo de 0.4 a 5 μm y de 25°C hasta 120°C.

Palabras clave: Ecuación de Sellmeier, generación óptica paramétrica, PPMgLN, PPLT, ferroeléctricos, óptica no lineal, cuasiempatamiento de fases.

ABSTRACT of the thesis presented by **Norma Alicia Barboza Tello** as a partial requirement to obtain the MASTER OF SCIENCE degree in OPTICS with orientation in optoelectronics. Ensenada, Baja California, Mexico. December 2005.

**CHARACTERIZATION OF REFRACTIVE INDEX DISPERSION OF
FERROELECTRIC MATERIALS MgO:LiNbO₃ Y LiTaO₃.**

Abstract approved by:

Dr. Roger Sean Cudney Bueno
Thesis Director

The Ferroelectric materials count on several special physical properties that allow to be widely used in optical frequency conversion processes of a pump beam to another frequency, like oscillation, generation and optical parametric amplification among others. In any process of frequency conversion the refractive index of a media plays a very important role to determine exactly which wavelengths are generated.

The objective of this investigation work was to find empirically a Sellmeier equation that determines of a precise and exact way the refractive index dispersion with the temperature for each one of the ferroelectric materials, MgO:LiNbO₃ and LiTaO₃. This equations were obtained through two methods: directly, using the minimum deviation technique, and directly using the measurement of the wavelength obtained by optic parametric generation in periodically poled crystals. With minimum deviation technique was obtained the dispersion curve at visible and near IR (457 – 1064 nm) and with optic parametric generation was obtained indirectly the dispersion from 1 to 4 μm. To obtain optic parametric generation was necessary to fabricate periodically poled structures in MgO:LiNbO₃ (PPMgLN) and LiTaO₃ (PPLT) with periodicities between 26 and 31 μm. Although was possible to observe optical parametric generation in PPMgLN the measured data were not sufficient to characterize its refractive index. In LiTaO₃ was obtained optical tunable radiation from 1.4 to 4.3 μm with which was possible to obtain a Sellmeier equation that describe the refractive index of this material in an interval of 0.4 to 5 μm for temperatures from 25°C to 120°C.

Keywords: Sellmeier equation, optic parametric generation, PPMgLN, PPLT, ferroelectrics, nonlinear optics, quasi-phase matching.

A mis padres.

*Quiénes me impulsaron en todo momento
para alcanzar este sueño.*

Agradecimientos

Existen muchas personas a las cuales quisiera agradecer el haber contribuido de alguna manera a la realización de este sueño que alguna vez fue guajiro.

A mi padres por su amor, confianza y apoyo incondicional. A mis hermanos: *Julie, Sandra, Santiago* y *Liz* por consentirme tanto. Y por supuesto a mi sobrinos *Alejandra* y *Enrique* por hacer de algunos de mis fines de semana ¡toda una fiesta!

Al *Dr. Roger Sean Cudney B.* quién me aventuró en el mundo de la óptica no lineal, por permitirme formar parte de su excelente grupo de trabajo, su confianza, su paciencia y los útiles breviaros culturales.

A los Dres. *Serguei Stepanov, Horacio Jesús de la Cueva Salcedo, Pedro Negrete Regagnon* y *Alfred Barry U' Ren Cortés*, por aceptar ser miembros de mi comité, por las sugerencias para la mejora de este trabajo y su disponibilidad.

A los Dres. *Diana Tentori, Elena Tchaikina, Raúl Rangel, David Salazar, Anatolii Khomenko, Serguei Stepanov, Pedro Negrete, Roger Cudney, Horacio Soto, Arturo Arvizu, Kevin O'Donell, Ricardo Núñez, Santiago Camacho, Víctor Ruiz, Esteban Luna, Mikhail Shliaguine, Serguei Miridonov, Georgina Navarrete* y *Alfonso García*, con quiénes tuve el agrado de cursar algunas materias durante el primer año de maestría.

A *Luis Antonio Ríos Osuna* por las largas horas de trabajo empleadas, por sus ideas, su motivación y principalmente por su amistad... también por los chistes malos. A *Fabián H. Alonso Cordero* por estar siempre al pendiente, por el apoyo técnico y moral, por su comprensión y amistad y por la *Lic. Serafina* ¡también!

A mis amigos y compañeros de aventura: *Karina* por su paciencia y cariño. A *César, Noemí, Yasser, Teth,* y *Daniel* por su compañía y ayuda incondicional.

Quiero agradecer especialmente a mis amigas *Livier, Blanca* y *Alma* quiénes desde lejos me acompañaron y escucharon siempre. Y a los plebes: *Juan Carlos, Alex, Abraham* y *Víctor*... ¡por el gran incendio!

A *Marcia Padilla* y *Jessica Ángel* por el préstamo de material y equipo. A las secretarias del departamento de óptica: *Olga, Carmen* y *Ana* por su amabilidad y disponibilidad de colaborar. A *Dolores Sarracino, Ivonne Best* y *Citlali Romero* por todas sus atenciones.

Al CONACYT por proporcionar la beca para que continuara mis estudios de posgrado y patrocinar parcialmente este proyecto.

Contenido

INTRODUCCIÓN	1
I.1. Objetivo de la tesis	10
I.2. Estructura de la tesis	11
II. MEDICIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN.....	12
II.1. Ecuación de sellmeier	12
II.2. Técnica de desviación mínima	19
II.3. Generación óptica paramétrica.....	23
III. CÁLCULOS Y FABRICACIÓN DE PPMgLN Y PPLT.	24
III.1. Cálculos para la fabricación de PPMgLN y PPLT	24
III.1.1. <i>Inversión de polarización espontánea en MgO : LiNbO₃ .</i>	32
III.1.2. <i>Inversión de polarización espontánea en LiTaO₃ .</i>	36
III.2. Pulido de cristales PPMgLN y PPLT	39
IV. EXPERIMENTOS Y RESULTADOS.....	41
IV.1. Técnica de desviación mínima	43
IV.1.1. <i>Resultados en MgO : LiNbO₃ .</i>	45
IV.1.2. <i>Resultados en LiTaO₃ .</i>	45
IV.2. Generación óptica paramétrica en PPLT	46
V. CONCLUSIONES.....	56
APÉNDICE A. ANÁLISIS DE LA PROPAGACIÓN DEL ERROR.....	58
REFERENCIAS.....	61

LISTA DE FIGURAS

Figura	Descripción	Página
1	Generación óptica paramétrica (GOP).....	2
2	Longitud de coherencia.....	4
3	Curva de histéresis para un ferroeléctrico.....	6
4	Material ferroeléctrico periódicamente polarizado.....	7
5	Efecto fotorrefractivo. (a) Fotoexcitación de cargas atrapadas en trampas localizadas (energéticamente) dentro de la brecha prohibida; (b) difusión de las cargas fotoexcitadas; (c) recombinación de las cargas en trampas vacías y (d) formación de una distribución inhomogénea de carga con la cual se genera un campo eléctrico.....	8
6	Trazo de rayos para la medición del ángulo de desviación mínima.....	20
7	Curvas de sintonización para la generación óptica paramétrica en LiNbO_3 y LiTaO_3	25
8	Arreglo utilizado en la fabricación de mascarillas.....	26
9	Rejilla de periodicidad $\Lambda=26 \mu\text{m}$	27
10	Determinación de la cara +Z en un material ferroeléctrico.....	28
11	Vista transversal de rejillas grabadas en fotoresina sobre una oblea de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ o LiTaO_3	29
12	Oblea de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ lista para la inversión de polarización espontánea.....	29
13	Circuito para la polarización periódica del material ferroeléctrico.....	30
14	Inversión de polarización, (a)nucleación, (b)crecimiento vertical y (c)crecimiento lateral.....	31
15	Datos de la primera inversión de P_s en $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$	32

LISTA DE FIGURAS (continuación)

Figura	Descripción	Página
16	PPMgLN visto a través de dos polarizadores cruzados con $\Lambda = 30\mu\text{m}$	33
17	Pulso de voltaje aplicado a la estructura PPMgLN para realizar la reinversión de dominios y corriente de desplazamiento generada.....	34
18	PPMgLN reinvertido, visto a través de 2 polarizadores cruzados.....	35
19	Datos obtenidos al invertir un área de 1cm^2 en $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$, con un voltaje base 7 kV y un voltaje máximo de 10 kV.....	36
20	Imagen obtenida a través de microscopio con dos polarizadores cruzados del área invertida.....	37
21	Datos obtenidos al invertir un área de 0.61 cm^2 en LiTaO_3 , un voltaje base de 7 kv y un máximo de 10 kV.....	38
22	Imagen de una zona de tantalato de litio periódicamente polarizado con periodicidad de $26\ \mu\text{m}$, obtenida a través de un microscopio con dos polarizadores cruzados, se observa un duty cycle de $50\pm 3\%$	38
23	Material periódicamente polarizado “ensandwichado” entre 4 trozos de vidrio común.....	39
24	Material ferroeléctrico preparado para iniciar el proceso de pulido.....	40
25	Arreglo para la medición del índice de refracción de los materiales ferroeléctricos.....	42
26	Comparación entre la curva teórica propuesta por Jundt para el LiNbO_3 y los datos de índice de refracción obtenidos por desviación mínima en $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$	44
27	Comparación entre los datos obtenidos mediante desviación mínima en LiTaO_3 y la ecuación de Sellmeier encontrada por Meyn <i>et al.</i>	46

LISTA DE FIGURAS (continuación)

Figura	Descripción	Página
28	Arreglo para la medición de la longitud de onda de señal en dos estructuras periódicamente polarizadas PPLT y PPMgLN.....	47
29	Datos obtenidos a través de una estructura PPLT con $\Lambda=26, 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$	49
30	Diagrama de flujo del procedimiento para la obtención de los coeficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada.....	51
31	Variación de coeficientes B y $\lambda_{0,A}$ de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo con respecto a la temperatura.....	52
32	Comparación entre los datos de índice de refracción y las predicciones teóricas obtenidas a partir de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo, (a) $T = 25^\circ\text{C}$, (b) $T = 50^\circ\text{C}$, (c) $T = 90^\circ\text{C}$ y (d) $T = 120^\circ\text{C}$..	53
33	Comparación entre las longitudes de onda de señal y acompañante medidas indirectamente y las curvas de sintonización calculadas a partir de la ecuación de Sellmeier propuesta en esta tesis para dos temperaturas.....	54
34	Longitud de onda de la señal contra temperatura. Periodicidad: $28 \mu\text{m}$. Puntos: datos experimentales. Línea continua: predicción teórica.....	55

LISTA DE TABLAS

Tabla	Descripción	Página
I	Coefficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada empíricamente por Jundt para el LiNbO_3	18
II	Coefficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada empíricamente por Meyn et al. para LiTaO_3	18
III	Parámetros de pulido.....	40
IV	Ángulo de desviación mínima obtenidos para $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ a diferentes longitudes de onda y temperatura.....	43
V	Ángulos de desviación mínima obtenidos para LiTaO_3 a diferentes longitudes de onda y temperaturas.....	45
VI	Coefficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo de investigación para LiTaO_3	53

I. INTRODUCCIÓN

Los materiales ferroeléctricos (Fatuzzo y Walter, 1967) cuentan con varias propiedades físicas especiales: se comportan como cristales piroeléctricos, piezoeléctricos, electroópticos y no lineales; por esta razón son utilizados ampliamente en la fabricación de dispositivos ópticos y circuitos electrónicos tales como fuentes de luz sintonizables, láseres, transductores y filtros acústicos, moduladores de amplitud y de fase óptica, generadores de segundo armónico, deflectores de haz, conjugadores de fase, memorias, sensores infrarrojos y guías de ondas dieléctricas entre otros; por lo cual es común encontrarlos en varios aparatos electrónicos de uso cotidiano, por ejemplo teléfonos celulares, microprocesadores e interruptores de luz que responden a sonidos y movimientos.

Los altos coeficientes de no linealidad óptica y electroópticos son los de mayor importancia en este trabajo de investigación. Para comprender el porqué, es necesario conocer algunos conceptos básicos de la óptica no lineal.

La óptica no lineal se encarga de estudiar los fenómenos que ocurren al interactuar una onda electromagnética con un material, siendo la conversión de frecuencias uno de estos fenómenos. Se dice que un material es no lineal cuando su polarización \mathbf{P} depende no linealmente del campo eléctrico \mathbf{E} y dicha polarización está dada por la ecuación (Prasad *et al.*, 1991):

$$\mathbf{P} = \varepsilon_0 \chi^{(1)} \cdot \mathbf{E} + \varepsilon_0 \chi^{(2)} : \mathbf{E}\mathbf{E} + \varepsilon_0 \chi^{(3)} : \mathbf{E}\mathbf{E}\mathbf{E} + \dots, \quad (1)$$

donde $\chi^{(n)}$ representa la susceptibilidad no lineal de orden n del medio.

El primer término de la ecuación da origen al índice de refracción complejo, responsable de la absorción, refracción y reflexión. Los siguientes términos dan origen al proceso de conversión de frecuencias: el segundo término da origen a la generación de segundo armónico, generación de suma y diferencia de frecuencias, y efecto electroóptico, entre otros, y el tercer término da origen a la generación de tercer armónico, efecto Kerr, y conjugación de fases entre otros; así cada término da origen a diversos fenómenos ópticos, siendo el segundo término el más importante para el desarrollo de este trabajo de investigación.

Un ejemplo de conversión de frecuencias es la *generación óptica paramétrica* (GOP) o fluorescencia paramétrica (Prasad *et al.*, 1991). En este proceso al interactuar un haz de bombeo con longitud de onda λ_b con un material no lineal se generan dentro de éste dos ondas, una llamada “onda señal” con longitud λ_s y otra llamada acompañante “idler” de longitud de onda λ_i (figura 1).

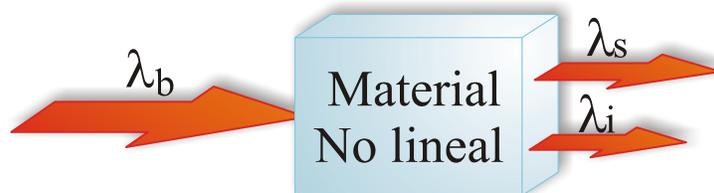


Figura 1. Generación óptica paramétrica (GOP).

Desde el punto de vista cuántico, la generación óptica paramétrica es un proceso en donde por cada fotón de bombeo que se aniquila se crea un fotón de la onda señal y otro fotón de la onda acompañante; este proceso está condicionado por los principios de conservación de energía (Ec. 2) y momento (Ec. 3),

$$\hbar\omega_b = \hbar\omega_s + \hbar\omega_i, \quad (2)$$

$$\hbar\mathbf{k}_b = \hbar\mathbf{k}_s + \hbar\mathbf{k}_i, \quad (3)$$

donde $\mathbf{k}_b = \frac{\omega_b n_b}{c}$, $\mathbf{k}_s = \frac{\omega_s n_s}{c}$, y $\mathbf{k}_i = \frac{\omega_i n_i}{c}$, representan a los vectores de onda de las ondas

de bombeo, señal y acompañante respectivamente, y de igual forma ω_b , ω_s y ω_i son sus frecuencias.

En términos de longitudes de onda, la condición de conservación energía, la Ec.(2) se puede expresar como

$$\frac{1}{\lambda_b} = \frac{1}{\lambda_s} + \frac{1}{\lambda_i}. \quad (4)$$

Debido a la dispersión del material es decir, la variación del índice de refracción con la longitud de onda: $n(\lambda)$, generalmente las ondas originadas en distintas partes del material a lo largo de la propagación de la onda de bombeo no interfieren constructivamente. La diferencia de fase entre éstas depende de su velocidad de propagación y de la distancia entre los puntos en que se generen. La distancia entre dos regiones en la cual las ondas generadas tienen una diferencia de fases menor a 180° , es decir interfieren constructivamente se define como longitud de coherencia l_c (figura 2). En la figura 2 se analiza el caso específico de generación óptica paramétrica (GOP) donde la longitud de onda de las señales generadas es mayor que la longitud de onda de bombeo. Existen técnicas para lograr que las ondas generadas interfieran constructivamente y así

obtener una buena eficiencia de conversión de frecuencias; como son el empatamiento y el cuasiempatamiento de fases.

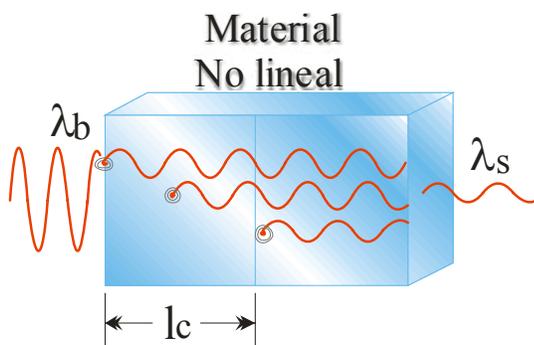


Figura 2. Longitud de coherencia.

El empatamiento de fases ideal requiere que la diferencia de fases $\Delta kz = (k_b - k_s - k_i)z$ sea igual a cero (donde z es el eje de propagación del material), y debido a la dispersión del medio esto no se logra en materiales isotrópicos. El empatamiento de fases puede alcanzarse en materiales birrefringentes mediante la elección adecuada de los ejes de propagación para la onda de bombeo y las ondas generadas (Yariv, 1989).

El cuasiempatamiento de fases (Quasi-Phase Matching) consiste en agregar un desfase de 180° a las longitudes de onda de señal y acompañante generadas en el medio cada longitud de coherencia (Fejer *et al.*, 1992). La condición para el cuasiempatamiento de fases está dada por la ecuación 5:

$$\Delta k = k_b - k_s - k_i \pm k_g, \quad (5)$$

donde $k_g = \frac{2\pi}{\Lambda}$; Λ es la periodicidad del material y es igual a $2l_c$. La ecuación 5 también puede escribirse en términos de índice de refracción y longitud de onda,

$$\frac{n_b}{\lambda_b} = \frac{n_s}{\lambda_s} + \frac{n_i}{\lambda_i} \pm \frac{1}{\Lambda}. \quad (6)$$

La condición para el cuasiempatamiento de fases puede verse desde el punto de vista cuántico como la conservación de momento (ecuación 3) en la cual debe considerarse el momento que adquiere el cristal al ser bombeado; éste se representa con el término k_g y está cuantizado a $\hbar k_g$.

De lo anterior, vemos que para lograr cuasiempatamiento de fases es necesario encontrar una manera de introducir ese desfase de 180° con el periodo espacial Λ a las ondas generadas. Una manera de introducir esa fase es alternar el signo de la no linealidad del medio cada longitud de coherencia. Es relativamente fácil lograr cuasiempatamiento de fases utilizando materiales ferroeléctricos, por razones que se darán más adelante. Estos materiales poseen un momento dipolar permanente o polarización espontánea. En general, la polarización espontánea no es uniforme en todo el cristal, sino que cambia de dirección de un lugar a otro. A las regiones dentro del material donde la dirección de la polarización espontánea es igual se les llama dominios ferroeléctricos.

Una característica muy importante de la polarización espontánea de los ferroeléctricos es que puede ser invertida mediante la aplicación de un campo eléctrico externo. Estos cristales también presentan histéresis (Fatuzzo y Walter, 1967), lo cual

quiere decir que una vez invertida la dirección de polarización permanece así a menos que se aplique un campo eléctrico en dirección contraria.

En la figura 3 se muestra una típica curva de histéresis para un cristal ferroeléctrico, donde P_s representa la polarización espontánea y E_c representa el campo coercivo del material, que es el campo eléctrico mínimo necesario para lograr la inversión de polarización. La magnitud del campo coercivo depende del material con que se esté trabajando y la temperatura.

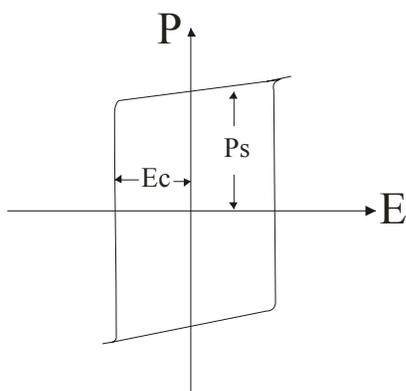


Figura 3. Curva de histéresis para un ferroeléctrico.

Para los cristales ferroeléctricos los elementos del tensor de susceptibilidad no lineal de orden dos $\chi^{(2)}$ son proporcionales a la polarización espontánea; más específicamente,

$$\chi^{(2)} \propto \beta_{ijk} P_s, \quad (7)$$

donde β_{ijk} es el tensor del potencial de la polarización (DiDomenico y Wemple, 1969).

Supongamos que se tiene una material ferroeléctrico homogéneamente polarizado. Si se

aplica un campo eléctrico mayor o igual al campo coercivo del material alternadamente cada longitud de coherencia, se obtiene la inversión periódica del signo de la polarización espontánea y por ende de la no linealidad óptica, como se muestra en la figura 4. De esta manera puede darse el proceso de cuasiempatamiento de fases.

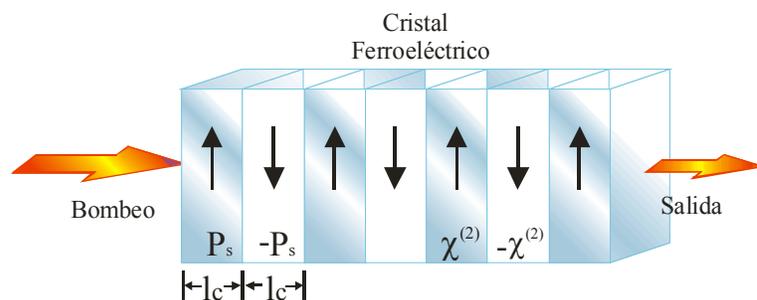


Figura 4. Material ferroeléctrico periódicamente polarizado.

El niobato de litio (LiNbO_3) es uno de los cristales ferroeléctricos más empleados en la industria: se fabricó por primera vez hace ya varias décadas (Weiss y Gaylonrd, 1985) y cuenta con un alto coeficiente óptico no lineal, $d_{33}=28\text{pm/V}$; sin embargo, tiene algunas desventajas que hacen atractiva la exploración de materiales alternativos: el alto valor de su campo coercivo, alrededor de 21 kV/mm ; la dificultad de fabricar estructuras de dominios en cristales con grosores superiores a 1mm y el bajo umbral de daño fotorrefractivo.

Se conoce como *daño fotorrefractivo* (Taya *et al.*, 1996) a las distorsiones que sufre el haz al propagarse por un material electroóptico debido a cambios de índice de refracción en el medio inducidos por el mismo haz, es decir, debido al *efecto fotorrefractivo* (Saleh *et al.*, 1991). En la figura 5 se muestra cómo es que se produce el efecto fotorrefractivo.

Cuando se expone el material a la luz espacialmente no uniforme, se excitan portadores de carga libre desde un nivel de impurezas a la banda de conducción (Figura 5a). Después estos portadores se propagan hacia zonas de menor iluminación dejando atrás cargas fijas del signo opuesto (figura 5b). Los portadores libres son atrapados por impurezas localizadas en la banda prohibida de energía, depositando su carga negativa en otros sitios (Figura 5c). Como resultado se crea una distribución heterogénea espacio-carga que puede permanecer en un lugar por un periodo de tiempo después que la luz ha sido retirada (Figura 5d). Esta distribución de cargas crea un patrón de campo eléctrico interno \vec{E} que modula el índice de refracción del medio.

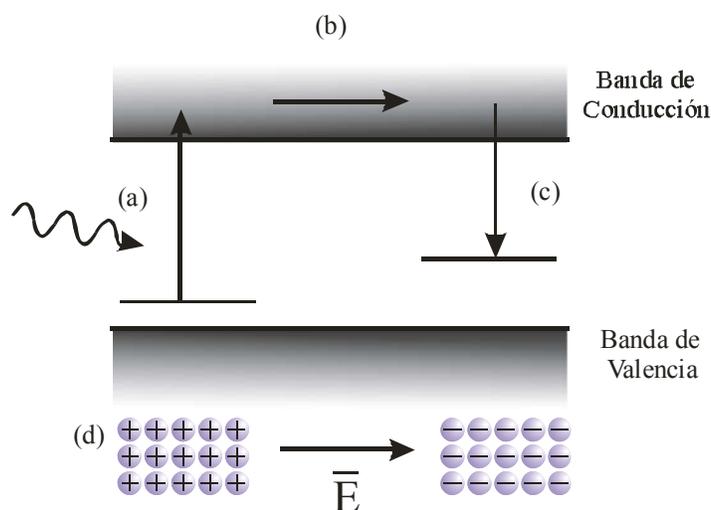


Figura 5. Efecto fotorrefractivo. (a) Fotoexcitación de cargas atrapadas en trampas localizadas (energéticamente) dentro de la brecha prohibida; (b) difusión de las cargas fotoexcitadas; (c) recombinación de las cargas en trampas vacías y (d) formación de una distribución inhomogénea de carga con la cual se genera un campo eléctrico \vec{E} .

Aunque el efecto fotorrefractivo presenta muchas aplicaciones, principalmente en holografía [8], para el caso de la conversión de frecuencias representa un problema, ya que

distorsiona los haces que se propagan dentro del material. Una variación de LiNbO_3 es el niobato de litio dopado con óxido de magnesio ($\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$) (Furukawa *et al.*, 1998). Ambos son cristales del tipo uniaxial negativo del grupo puntual 3m, transparentes entre ~ 0.4 y $5\mu\text{m}$ (coeficiente de absorción menor a 0.01cm^{-1}) (Dimitriev y Gurzadyan, 1997). La diferencia entre niobato de litio sin dopar y niobato de litio dopado con óxido de magnesio en cuanto a composición química es que se retiran algunos iones de niobio y se sustituyen por iones de magnesio.

Una ventaja del $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ sobre el LiNbO_3 es que tiene un menor campo coercivo, 5 kV/mm (Nakamura *et al.*, 1998), lo cual facilita la inversión de la polarización espontánea permitiendo la fabricación de estructuras más gruesas. Otra ventaja sin duda muy importante en aplicaciones de conversión de frecuencias ópticas es que tiene un mayor umbral de daño fotorrefractivo debido al gran aumento en la conductividad del material por el dopante (Nakamura *et al.*, 1998). Además el $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$, a diferencia del niobato de litio sin dopar, no presenta absorción en el infrarrojo inducida por luz verde (GRIIRA por sus siglas en inglés) (Furukawa *et al.*, 2001).

El tantalato de litio (LiTaO_3) (Bruner *et al.*, 2003) es también un material ferroeléctrico con propiedades muy parecidas al LiNbO_3 , pero el primero cuenta con un mayor intervalo de transparencia desde ~ 280 a 5500 nm lo que lo hace ideal para aplicaciones en el ultravioleta. El campo coercivo es muy parecido al del LiNbO_3 .

Ambos materiales están siendo utilizados cada vez más en dispositivos que utilizan cuasiempatamiento de fases y se han fabricado fuentes de luz de alta potencia con PPMgLN ($\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ periódicamente polarizado) (Ishizuki *et al.*, 2004) y fuentes de luz azul con

PPLT (LiTaO₃ periódicamente polarizado) (Matsumoto *et al.*, 1991). Para poder calcular la periodicidad requerida para obtener un proceso no lineal dado es necesario saber con gran exactitud (error relativo del orden de 10⁻⁴) cómo varía el índice de refracción con la longitud de onda. Generalmente el índice de refracción de un cristal es calculado mediante una ecuación empírica en función de la longitud de onda y temperatura, conocida como *ecuación de Sellmeier*. Ésta se deriva del modelo de Lorentz que describe la interacción de la luz con un dieléctrico. En su forma general, la *ecuación de Sellmeier* se representa como

$$n^2 - 1 = \sum \frac{A\lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_0^2} . \quad (8)$$

La cantidad de términos que aparecen en la sumatoria depende del material que se quiere describir. Aunque existen ecuaciones de Sellmeier que describen la dispersión de LiTaO₃ (Meyn y Fejer, 1997) y MgO:LiNbO₃ (Zelmon *et al.*, 1997), éstas no tienen la exactitud requerida. Para el caso niobato de litio sin dopar sí existe (Jundt, 1997).

I.1. OBJETIVO DE LA TESIS

El objetivo principal de este trabajo es determinar una ecuación de Sellmeier que describa de manera precisa y exacta la dispersión del índice de refracción en función de la temperatura de dos materiales ferroeléctricos muy importantes en la industria óptica y electrónica, LiTaO₃ y MgO:LiNbO₃.

I.2. ESTRUCTURA DE LA TESIS

En el segundo capítulo de esta tesis se encuentra una descripción de los métodos que se utilizaron para la medición del índice de refracción: Generación óptica paramétrica en PPMgLN y PPLT con la ayuda de una herramienta computacional y el método de desviación mínima con la fabricación de un prisma de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ con 5% moles de MgO y un prisma de LiTaO_3 .

En el tercer capítulo está una descripción completa de los cálculos y la metodología que se siguió en la fabricación de PPMgLN, PPLT. En el cuarto capítulo se muestran los experimentos realizados y resultados obtenidos. Finalmente en el quinto capítulo se dan las conclusiones obtenidas de este trabajo.

II. MEDICIÓN DEL ÍNDICE DE REFRACCIÓN

II.1. ECUACIÓN DE SELLMEIER

Para estudiar la variación del índice de refracción con la frecuencia (fenómeno de dispersión) es necesario adentrarnos en la teoría atómica de la materia. Sabemos que un material está formado por moléculas y las moléculas de átomos, los cuales se pueden modelar como un núcleo a cuyo alrededor giran electrones. El modelo de Lorentz (Born y Wolf, 1999) supone que estos electrones se encuentran ligados a los átomos como si estuvieran sujetos por un resorte y la fuerza electromagnética inducida por un campo externo los hace oscilar alrededor de su posición de equilibrio, es decir, se forma un momento dipolar oscilatorio. Así, se puede describir el comportamiento del electrón con la ecuación de movimiento para el oscilador armónico forzado (ecuación 9),

$$m \ddot{r}(t) + kr(t) = eE(t), \quad (9)$$

donde e y m representan la carga y la masa del electrón, respectivamente, y $r(t)$ es la posición del electrón. Si el campo incidente es $E(t) = E_0 e^{-i\omega t}$ y se propone que la solución sea $r(t) = r_0 e^{-i\omega t}$, de la ecuación 9 obtiene:

$$-\omega^2 r_0 m e^{-i\omega t} + k r_0 m e^{-i\omega t} = e E_0 e^{-i\omega t}. \quad (10)$$

Despejando r_0 de la ecuación anterior:

$$r_0 = \frac{eE_0}{k - m\omega^2} = \frac{eE_0}{m} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2}, \quad (11)$$

donde $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ es llamada la frecuencia de resonancia. Entonces el momento dipolar

$p(t)$ está dada por:

$$p(t) = er(t) = \frac{e^2 E_0}{m} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} e^{-i\omega t}. \quad (12)$$

Si consideramos que por cada molécula hay sólo un electrón que genera un momento dipolar oscilatorio $p(t)$ al desplazarse, entonces la polarización total del medio $P(t) = Np(t)$, donde N es el número de moléculas por unidad de volumen, puede expresarse como

$$P(t) = \frac{Ne^2 E_0}{m} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} e^{-i\omega t}. \quad (13)$$

De las ecuaciones constitutivas de Maxwell sabemos que el vector de desplazamiento eléctrico está dado por:

$$D(t) = \varepsilon_0 E(t) + P(t). \quad (14)$$

Sustituyendo la ecuación 13 en 14:

$$D(t) = \varepsilon_0 E_0 e^{-i\omega t} + \frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} e^{-i\omega t}. \quad (15)$$

Factorizando el término $\varepsilon_0 E_0 e^{-i\omega t}$:

$$D(t) = \varepsilon_0 E_0 e^{-i\omega t} \left[1 + \frac{Ne^2 E_0}{m} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} \right]. \quad (16)$$

En función de la constante dieléctrica ε_r , el campo $D(t)$ está dado por:

$$D(t) = \varepsilon_r \varepsilon_0 E(t), \quad (17)$$

donde $\varepsilon_r = n^2$ y es la constante dieléctrica del material. Comparando las ecuaciones 16 y 17,

$$\varepsilon_r = \left[1 + \frac{Ne^2}{m\varepsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} \right], \quad (18)$$

por lo tanto,

$$n^2 - 1 = \frac{Ne^2}{m\epsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2}. \quad (19)$$

La ecuación 19 puede expresarse como:

$$n^2 - 1 = A \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2}, \quad (20)$$

donde $A = \frac{Ne^2}{m\epsilon_0}$.

La ecuación 20 describe el índice de refracción para un medio con átomos resonando a una sola frecuencia, pero en general estos átomos pueden tener varias resonancias. Además, esta ecuación fue deducida suponiendo que el campo local actuando sobre la molécula es igual al campo incidente; en realidad, es necesario tomar en consideración el efecto de apantallamiento que proporciona el resto del cristal sobre el campo local en el dipolo. Este apantallamiento modifica el valor de la constante “A” que aparece en la ecuación 20, y su valor dependerá del material en cuestión. Para un medio cualquiera, el índice de refracción está dada por una generalización de la ecuación 20:

$$n^2 - 1 = \sum A_j \frac{1}{\omega_{0j}^2 - \omega^2}. \quad j = 1, 2, 3... \quad (21)$$

Utilizando la relación $v = \frac{\omega}{2\pi} = \frac{c}{\lambda}$ se reescribe la ecuación 21 en términos de la longitud de

onda:

$$n^2 - 1 = \sum A_j \frac{1}{\left[\frac{2\pi c}{\lambda_{0j}} \right]^2 - \left[\frac{2\pi c}{\lambda} \right]^2} = \sum \frac{A_j}{4\pi^2 c^2} \frac{\lambda^2 \lambda_{0j}^2}{\lambda^2 - \lambda_{0j}^2}. \quad (22)$$

Definiendo $B_j = \frac{A_j \lambda_{0j}^2}{4\pi^2 c^2}$ se obtiene finalmente

$$n^2 = 1 + \sum \frac{B_j \lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_{0j}^2}, \quad (23)$$

la cual se conoce como la *ecuación de Sellmeier* (Born y Wolf, 1999). La ecuación de Sellmeier es una ecuación empírica que describe el índice de refracción de cualquier material en función de la longitud de onda. Para cada término que se incluye en la sumatoria hay dos constantes que se determinan experimentalmente: la longitud de onda de resonancia y otra constante que nos da un factor de peso al término. Generalmente, en la mayoría de los materiales para obtener con buena precisión la dispersión del índice de refracción, es suficiente considerar solamente uno o dos osciladores con dos frecuencias naturales de oscilación en el ultravioleta y otra con frecuencia natural de oscilación en el infrarrojo lejano.

Jundt *et al.* propuso una ecuación de Sellmeier para LiNbO_3 , que describe tanto la variación del índice con la longitud de onda como con la temperatura. Esta ecuación es de gran importancia para este trabajo de investigación ya que representa un punto de partida debido que se hace la suposición que $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ es muy parecido a LiNbO_3 . Hasta ahora esta ecuación es la más utilizada por su exactitud. La ecuación que propuso Jundt para LiNbO_3 está dada por:

$$n_e^2(\lambda, T) = a_1 + b_1 f + \frac{a_2 + b_2 f}{\lambda^2 - (a_3 + b_3 f)^2} + \frac{a_4 + b_4 f}{\lambda^2 - a_5^2} - a_6 \lambda^2, \quad (24)$$

donde $f = (T - 24.75^\circ\text{C})(T + 570.82)$ y es una función de la temperatura. Los coeficientes encontrados por Jundt se muestran en la tabla I.

Para LiTaO_3 se encontraron dos ecuaciones de Sellmeier publicadas anteriormente, la primera fue publicada por Meyn *et al.* en 1997 y la segunda por Bruner *et al.* en el 2003, ambos trabajos proponen una ecuación de Sellmeier de la misma forma (ecuación 25). Los datos obtenidos durante este trabajo de investigación se acercan más a los que predice la ecuación de Sellmeier encontrada por Meyn *et al.*, por esta razón se eligió esta ecuación como punto de partida en los cálculos realizados para LiTaO_3 .

$$n_e^2(\lambda, T) = A + \frac{B + b(T)}{\lambda^2 - [C + c(T)]^2} + \frac{E}{\lambda^2 - F^2} + D\lambda^2, \quad (25)$$

donde A, B, C, D, y E son los coeficientes encontrados mediante un ajuste de datos de índice de refracción por mínimos cuadrados. Los valores de estos coeficientes se muestran en la tabla II. Ambas ecuaciones las encontradas por Jundt y Meyn *et al.* están formadas por dos osciladores con frecuencia de resonancia en el UV y uno en el IR lejano; para este último término se consideró una longitud de onda de resonancia muy grande en comparación con la incidente, por lo tanto (analizando sólo el último término):

$$\frac{A\lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_0^2} \approx -\frac{A\lambda^2}{\lambda_0^2} = B\lambda^2; \quad (26)$$

la longitud de onda de resonancia que se consideró es alrededor de $18\mu\text{m}$.

Tabla I. Coeficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada empíricamente por Jundt (1997) para el LiNbO_3 .

Coficiente	Valor
a_1	5.35583
a_2	0.100473
a_3	0.20692
a_4	100
a_5	11.34927
a_6	1.5334×10^{-2}
b_1	4.629×10^{-7}
b_2	3.862×10^{-8}
b_3	-0.89×10^{-8}
b_4	2.657×10^{-5}

Tabla II. Coeficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada empíricamente por Meyn *et al.* (1997) para LiTaO_3 .

Coficiente	Valor
A	4.5284
B	7.2449×10^{-3}
C	0.2453
D	-2.367×10^{-2}
E	7.7690×10^{-2}
F	0.1838
b(T)	$2.6794 \times 10^{-8}(T+273.15)^2$
c(T)	$1.6234 \times 10^{-8}(T+273.15)^2$

Los coeficientes para la ecuación de Sellmeier se encuentran mediante un ajuste numérico a datos experimentales. Para esto es necesario obtener datos de índice de refracción, los cuales pueden obtenerse de varias formas. En este trabajo de investigación se utilizan dos métodos diferentes: generación óptica paramétrica y la técnica de desviación mínima, la cual se explica a continuación.

II.2. TÉCNICA DESVIACIÓN MÍNIMA

Cuando un haz de luz viaja de un medio a otro, sufre un cambio en su dirección y velocidad de propagación. Este fenómeno es conocido como refracción y se debe a la diferencia de índices de refracción entre los medios en que se propaga. En base a este concepto y la ley de refracción de Snell (Saleh y Teich., 1991), se desarrolló un método muy útil para la caracterización del índice de refracción de cualquier sustancia o material y es conocido como la técnica de desviación mínima. Este método consiste en elaborar un prisma del material que se desea estudiar para después medir el ángulo de desviación mínima que sufre al haz al atravesar el material.

Utilizando la técnica de trazo de rayos se puede analizar fácilmente cómo depende la trayectoria del haz con el índice de refracción del material (figura 6). El ángulo que se forma entre la dirección del haz incidente y la dirección del haz refractado es el ángulo de desviación del prisma; hay un *ángulo de desviación mínima* que corresponde a determinado ángulo de incidencia y ocurre cuando el haz desviado dentro del prisma es paralelo a la base del prisma.

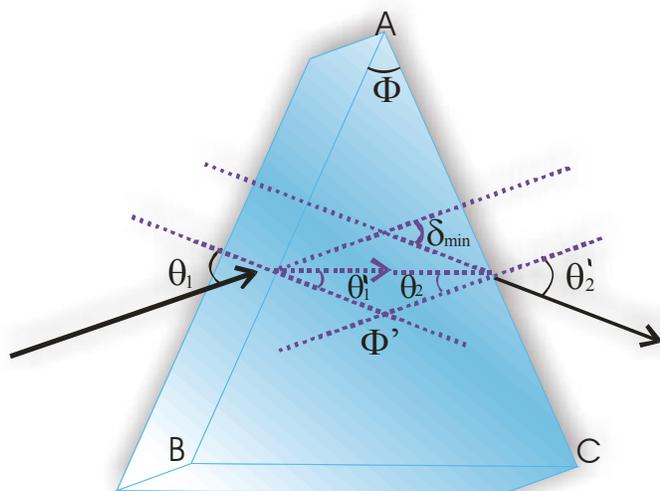


Figura 6. Trazo de rayos para la medición del ángulo de desviación mínima.

Se considera un prisma a través del cual se propaga un rayo de luz monocromática sobre un plano del prisma el cual contiene las normales a las superficies del prisma (líneas punteadas). De la ley de Snell para la refracción sabemos que $n_1 \text{sen} \theta_1 = n_2 \text{sen} \theta_2$, donde n_1 y n_2 son los índices de refracción de los medios por los que viaja el haz y θ_1 y θ_2 son los ángulos de incidencia y de refracción, respectivamente.

Si el rayo incide sobre la superficie AB a un ángulo θ_1 , al refractarse dentro del material forma con la normal a la superficie un ángulo θ_1' , y de la ley de Snell ambos rayos (el de incidencia y el refractado) están asociados:

$$\text{sen} \theta_1 = n \text{sen} \theta_1', \quad (27)$$

considerando que el prisma está rodeado por aire. El rayo refractado incide sobre la cara AC del prisma a un ángulo θ_2 y emerge del prisma a un ángulo θ_2' . La relación entre estos ángulos está dada de nuevo por la ley de Snell:

$$n \operatorname{sen} \theta_2 = \operatorname{sen} \theta_2'. \quad (28)$$

El ángulo de desviación δ_{\min} que forma el rayo emergente con la dirección del rayo incidente está dado por:

$$\delta_{\min} = (\theta_1 - \theta_1') + (\theta_2' - \theta_2). \quad (29)$$

Dado que las superficies AB y AC forman entre sí un ángulo Φ (ángulo del vértice del prisma), sus normales también forman entre sí un ángulo Φ' que es igual a Φ . De aquí encontramos que:

$$\theta_1' + \theta_2 = \Phi. \quad (30)$$

Sustituyendo la ecuación 30 en 29 obtenemos:

$$\delta_{\min} = \theta_1 + \theta_2' - \Phi. \quad (31)$$

De la geometría del triángulo tenemos que:

$$\theta_2 = \theta_1' \quad (32)$$

y

$$\theta_1 = \theta_2'. \quad (33)$$

Sustituyendo θ_1 de la ecuación 33 en 31:

$$\theta_2' = \frac{\delta + \Phi}{2}. \quad (34)$$

Ahora, utilizando la ecuación 32 en 30 obtenemos una expresión para θ_2 :

$$\theta_2 = \frac{\Phi}{2}. \quad (35)$$

Tomando las expresiones de 35 y 34 para sustituirlas en 28 obtenemos:

$$n \operatorname{sen}\left(\frac{\Phi}{2}\right) = \operatorname{sen}\left(\frac{\delta + \Phi}{2}\right). \quad (36)$$

Finalmente, despejando n tenemos:

$$n = \frac{\operatorname{sen}\left(\frac{\delta_{\min} + \Phi}{2}\right)}{\operatorname{sen}\left(\frac{\Phi}{2}\right)}. \quad (37)$$

II.2. GENERACIÓN ÓPTICA PARAMÉTRICA

Para obtener datos mediante generación óptica paramétrica es necesario fabricar estructuras de material ferroeléctrico periódicamente polarizadas con las periodicidades adecuadas y medir las longitudes de onda de señal que se generan. Lo que sigue es traducir los valores de longitudes de onda medidas a valores de índice de refracción; esto se hace utilizando alguna ecuación de Sellmeier que describa la dispersión del índice de refracción para un material similar al material bajo estudio. Luego se realiza un ajuste de los datos de índice de refracción por el método de mínimos cuadrados a la nueva ecuación de Sellmeier. El proceso de ajuste se realiza varias veces para cada temperatura deseada hasta obtener la exactitud adecuada. La técnica se explica con mayor detalle en el capítulo de experimentos y resultados.

III. CÁLCULOS Y FABRICACIÓN DE PPMgLN Y PPLT.

III.1. CÁLCULOS PARA LA FABRICACIÓN DE PPMgLN y PPLT.

El cálculo de las periodicidades adecuadas para obtener generación óptica paramétrica en PPMgLN (MgO:LiNbO₃ periódicamente polarizado) y PPLT (LiTaO₃ periódicamente polarizado) se realizó a partir de la *condición para el cuasiempatamiento de fases* (ecuación 6) para una longitud de onda de bombeo λ_b a 1064 nm. Se eligió esta longitud de onda debido a que se cuenta con un láser de Nd:YAG pulsado que emite a esta longitud de onda. Suponiendo que MgO:LiNbO₃ es muy parecido al LiNbO₃ se calculó el índice de refracción correspondiente a cada longitud de onda mediante la ecuación 24 (ecuación de Sellmeier encontrada por Jundt). En el caso del LiTaO₃ se utilizó la ecuación de Sellmeier encontrada empíricamente por Meyn *et al.* (ecuación 25).

En la figura 8 se muestra una comparación entre las curvas de sintonización obtenidas para LiNbO₃ y LiTaO₃. Ambas curvas de sintonización se obtuvieron a una temperatura de 24°C. La parte de abajo de cada una de las curvas es decir entre 1.3 y 2.2 μm son las longitudes de onda de señal que se generan a determinada periodicidad. La parte de arriba de las curvas entre 2.3 y 5 μm son las longitudes de onda acompañante que se generan.

Una vez realizados los cálculos se inicia el proceso de fabricación de las estructuras periódicamente polarizadas mediante una técnica ya desarrollada anteriormente en el

laboratorio (Cudney *et al.*, 2002). De acuerdo a las curvas de sintonización obtenidas (figura 7) se eligieron las periodicidades $\Lambda = 26, 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$ para ambos materiales con el fin de abarcar todo el intervalo donde es fácilmente observable la generación óptica paramétrica.

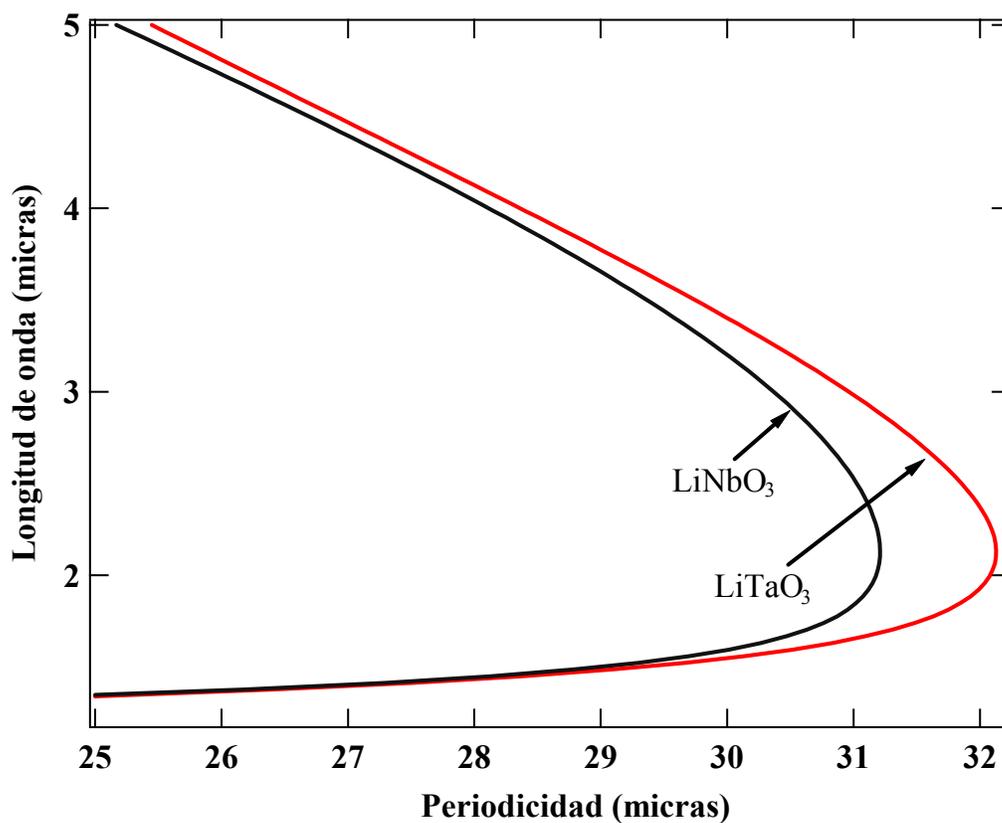


Figura 7. Curvas de sintonización para la generación óptica paramétrica en LiNbO₃ y LiTaO₃ obtenidas a partir de la condición para el cuasiempatamiento de fases a una temperatura de 24°C, con $\lambda_b=1064\text{nm}$.

Se fabricó una mascarilla mediante una técnica litográfica (Cudney *et al.* 2002), con las 6 rejillas de las periodicidades antes mencionadas.

El arreglo utilizado para la fabricación de las mascarillas se muestra en la figura 8 y consiste en grabar n veces la imagen de una rendija rectangular (siendo n el número de líneas por rejilla) con una distancia de separación Λ en una película holográfica de alta resolución que es sensible al verde. Esta película se coloca sobre una platina que es controlada horizontal y verticalmente mediante computadora. Una vez que se ha grabado el número de líneas deseado, la platina se desplaza verticalmente una distancia igual o mayor a la altura de la imagen de la rendija. El número de líneas por rejilla depende directamente de la periodicidad Λ que se esté manejando. Generalmente se fabrican rejillas de 4 cm de longitud (~ 1400 líneas para $\Lambda = 30\mu m$), esto con el fin de aprovechar toda la oblea del sustrato ferroeléctrico con que se esté trabajando cuyo diámetro es de ~ 5 cm.

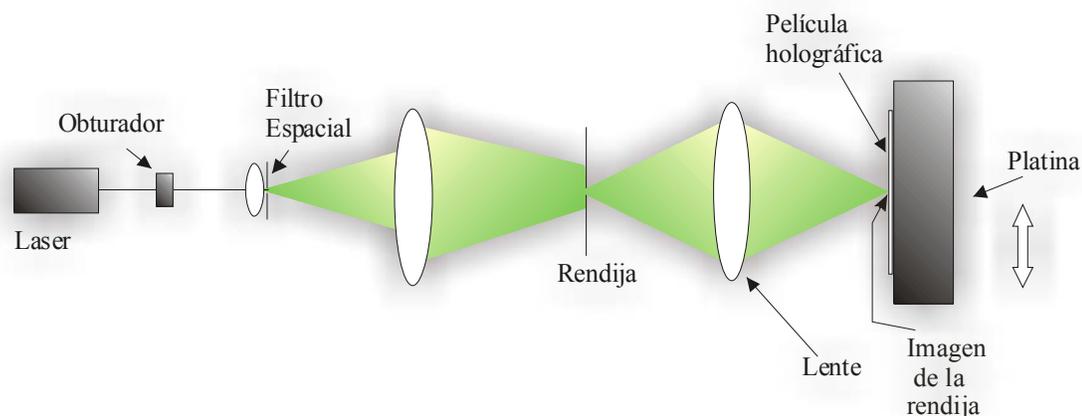


Figura 8. Arreglo utilizado en la fabricación de mascarillas.

Es muy importante que las líneas de la mascarilla estén perfectamente definidas, es decir, es necesario que la imagen de la rendija esté perfectamente enfocada en el plano de la película holográfica, ya que finalmente estas líneas son las que darán forma a los electrodos periódicos. Para asegurar la buena definición de las líneas se realizaron algunas pruebas

variando algunos parámetros como el tiempo de exposición de la película holográfica a la luz verde (diodo láser 532nm), abertura de la rendija, tipo de revelador y tiempo de revelado de la película holográfica. En la figura 9 se muestra una fotografía obtenida a través de un microscopio de una de las rejillas grabadas; el ancho de cada línea negra es de aproximadamente $22\mu\text{m}$.

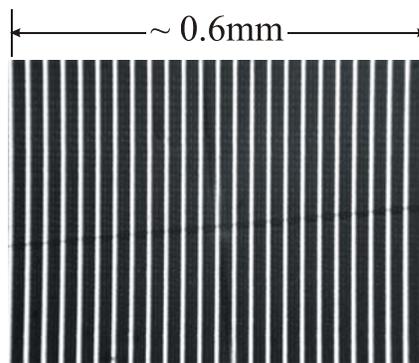


Figura 9. Rejilla con $\Lambda=26\ \mu\text{m}$. Vista ampliada a través de microscopio de una rejilla grabada en una película holográfica. Las líneas negras tienen un grosor aproximado de $18\ \mu\text{m}$ mientras que las líneas blancas miden aproximadamente $8\ \mu\text{m}$ de grueso.

Una vez fabricadas las mascarillas en la película holográfica, el siguiente paso es reproducirlas en fotorresina previamente depositada sobre una oblea de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ o LiTaO_3 . El depósito se hace mediante la técnica de “spin coating” (Cudney *et al.*, 2002) sobre la cara +Z del sustrato. Para determinar cuál es la cara +Z, se aprovecha el alto coeficiente piroeléctrico del material. Se coloca el cristal entre dos electrodos conectados a un multímetro y a continuación se le aplica aire caliente. Como respuesta al calor aplicado el cristal genera un voltaje del orden de los milivolts. Si el voltaje que se produce es

positivo la superficie del sustrato que se encuentra conectada al electrodo negativo es determinada como la cara +Z; por el contrario si el voltaje que arroja es negativo entonces la cara +Z es la que se encuentra conectada al electrodo positivo (figura 10).

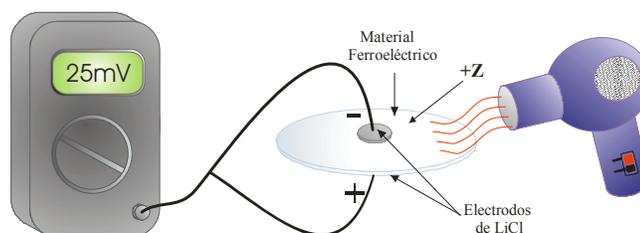


Figura 10. Determinación de la cara +Z en un material ferroeléctrico.

Debe colocarse la mascarilla a reproducir sobre el sustrato con fotorresina cuidando que la dirección del vector normal a las franjas sea paralelo al eje “X” del cristal; este eje viene marcado por el fabricante con una pequeña muesca en la oblea. Es importante mantener esta orientación de la mascarilla para facilitar el proceso de inversión de polarización espontánea, ya que los dominios tienden a crecer en dirección perpendicular al eje “X” del material. Una vez colocada adecuadamente la mascarilla sobre el sustrato, se expone durante algunos segundos a luz UV. A continuación se sumerge el sustrato en revelador para eliminar los residuos de la fotorresina que se quemaron con la exposición UV quedando únicamente las líneas debajo de las líneas oscuras de la rejilla, obteniendo finalmente escalones de fotorresina en la oblea (figura 11). Es importante que los escalones de fotorresina estén bien definidos en las orillas ya que al momento de aplicar el voltaje al material los dominios crecen primeramente en los bordes de estos escalones (Miller, 1998). Para asegurar que estén bien definidos se realizan algunas pruebas de tiempo de exposición

de la fotorresina a la luz UV y de revelado, cuyos valores dependen del contraste de la mascarilla y de las periodicidades que se estén manejando. Como electrodo se utiliza un electrolito (cloruro de litio disuelto en agua), el cual hará contacto con el material ferroeléctrico sólo en las zonas donde no hay fotorresina.

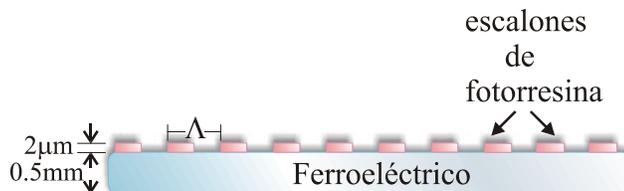


Figura 11. Vista transversal de rejillas grabadas en fotorresina sobre una oblea de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ o LiTaO_3 .

Para la aplicación del campo eléctrico externo se coloca la oblea del material en cuestión entre dos empaques de hule (o-rings) de aproximadamente 4cm de diámetro, cuya función es contener el electrolito. Éstos a su vez se colocan entre dos trozos de acrílico especialmente acondicionados con terminales eléctricas para la aplicación del alto voltaje (figura 12).

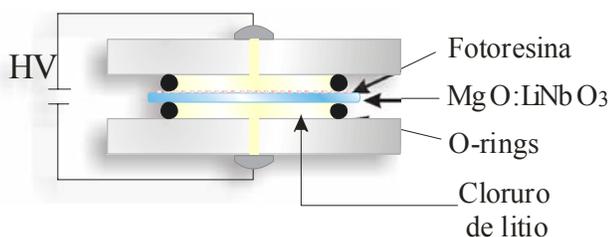


Figura 12. Material ferroeléctrico listo para realizar la inversión del polarización espontánea. El sustrato ferroeléctrico es colocado entre dos o-rings rellenos de electrolito contenido mediante dos trozos de aislante especialmente acondicionados con terminales eléctricas para la aplicación de alto voltaje.

El siguiente paso es aplicar el alto voltaje adecuado para lograr la inversión de polarización espontánea. Éste se aplica mediante una fuente de alto voltaje la cual es

controlada por computadora. Cuando se alcanza el voltaje necesario se genera una corriente de desplazamiento (o corriente de polarización) la cual está en función de la polarización espontánea del material. Tanto el voltaje aplicado como la corriente de polarización son monitoreados durante todo el proceso de inversión y a su vez se integra la corriente de polarización para obtener la carga total entregada por la fuente. El circuito utilizado para este proceso se muestra en la figura 13.

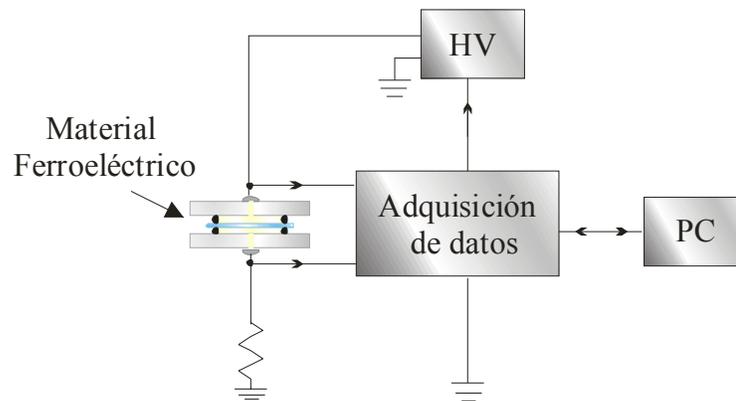


Figura 13. Circuito para la polarización periódica del material ferroeléctrico.

La cantidad de carga a aplicar y la duración del pulso de alto voltaje dependen directamente del material con que se esté trabajando. Hay algunos detalles que hay que considerar al momento de aplicar el alto voltaje al material. Ya se mencionó que cuando se aplica el voltaje mayor o igual al campo coercivo E_c del material los dominios empiezan nuclearse en los bordes de los electrodos (figura 14(a)) y crecen verticalmente hasta alcanzar la otra superficie del material (figura 14 (b)) para después crecer lentamente hacia los lados (figura 14(c)). Es necesario elegir electrodos con el grosor adecuado para compensar el crecimiento lateral de los dominios. Generalmente para las periodicidades requeridas para

generación óptica paramétrica con niobato de litio se elige un “duty cycle” con proporción 60%-40%, es decir, si se tiene una rejilla con $\Lambda = 30\mu m$ la zona opaca de la mascarilla es de $18\mu m$ y la zona transparente de $12\mu m$, siendo finalmente la zona transparente la que funciona como electrodo.

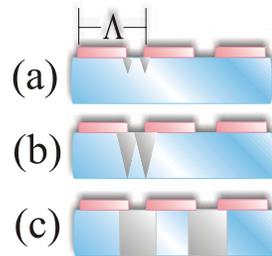


Figura 14. Inversión de polarización. (a)nucleación, (b)crecimiento vertical y (c) crecimiento lateral.

Otro parámetro muy importante es la carga total a entregar dada por (Cudney *et al.*, 2002),

$$Q = 2P_s A, \quad (38)$$

donde P_s es la polarización espontánea del material y A el área a invertir (el área sin fotoresina). El valor de P_s es de $78\mu C/cm^2$ para $MgO:LiNbO_3$ y de $65\mu C/cm^2$ para $LiTaO_3$. El programa de computadora utilizado para aplicar el voltaje al material permite elegir varios parámetros; voltaje base, voltaje máximo a alcanzar por la fuente, corriente deseada, tiempos de ascenso y descenso de voltaje aplicado, material a invertir; área a invertir y de acuerdo al área y el material a invertir se calcula la carga a entregar.

III.1.1. INVERSIÓN DE POLARIZACIÓN ESPONTÁNEA EN MgO:LiNbO₃.

Se inició con la polarización periódica de MgO:LiNbO₃ (OSICOTEC) cuyas dimensiones son ~ 5 cm de diámetro y 0.5mm de grosor. Para realizar la inversión de polarización espontánea con periodicidades $\Lambda = 26, 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$, se utilizó un voltaje base de 800V con un máximo de 4kV y los tiempos de ascenso y descenso se variaron en un intervalo de 8 a 15 segundos. Se realizaron varias pruebas utilizando “o-rings” pequeños, con un área a invertir de 0.61cm^2 . El pulso de voltaje aplicado y la corriente de desplazamiento generada durante la primera prueba de inversión de muestran en la figura 15. En ella puede observarse el comportamiento anormal de la corriente de desplazamiento generada, es decir fluctuaciones a cero, este comportamiento no se había presentado anteriormente en LiNbO₃.

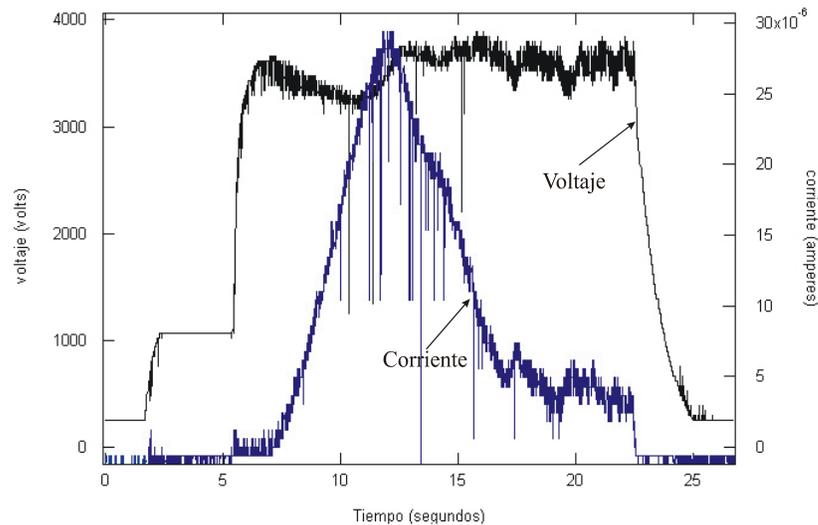


Figura 15. Datos de la primera inversión de polarización espontánea en MgO:LiNbO₃. En la gráfica puede observarse que existe un retraso entre el voltaje aplicado y la corriente de desplazamiento generada.

Se utilizaron 4 de las 5 obleas disponibles para realizar los experimentos y en ninguno de los casos se obtuvieron resultados satisfactorios. Las primeras inversiones realizadas resultaron en dominios empalmados, ya que se tomó como referencia al LiNbO_3 y se fabricó una mascarilla con duty cycle de proporción 60%- 40%, debido a la alta conductividad con que cuenta $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ los dominios crecen muy rápido lateralmente lo que provoca la sobrepolarización del material.

En la figura 16 se muestra una imagen del material sobrepolarizado visto a través de un microscopio con 2 polarizadores cruzados.

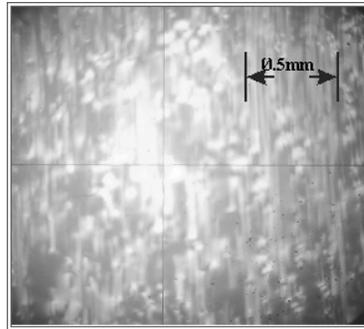


Figura 16. PPMgLN visto a través de dos polarizadores cruzados con $\Lambda=30\ \mu\text{m}$. En la fotografía pueden observarse dominios empalmados arruinando la calidad de la estructura PPMgLN.

En principio no deberían observarse los dominios pero en el proceso de formación de éstos también se generan esfuerzos y distribuciones de carga libre que distorsionan localmente el índice de refracción del material. Estas distribuciones de carga pueden eliminarse calentando la muestra a aproximadamente 110°C durante varias horas.

Al no lograr obtener PPMgLN de buena calidad se intentó emplear algunas soluciones: como reducir el duty cycle de la mascarilla y de esta manera compensar el

crecimiento lateral de los dominios, o reducir la carga a entregar en el material. Debido a que ya no se contaba con obleas $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ para emplear estas posibles soluciones, se tomó como alternativa el guardar la única oblea que quedaba virgen y reciclar las ya utilizadas. Para esto había que reinvertirlas aplicando un campo eléctrico en dirección contraria al aplicado anteriormente. En la figura 17 se muestran los datos obtenidos durante este proceso. El campo eléctrico de dirección contraria se aplicó varias veces sin lograr reinvertir totalmente los dominios.

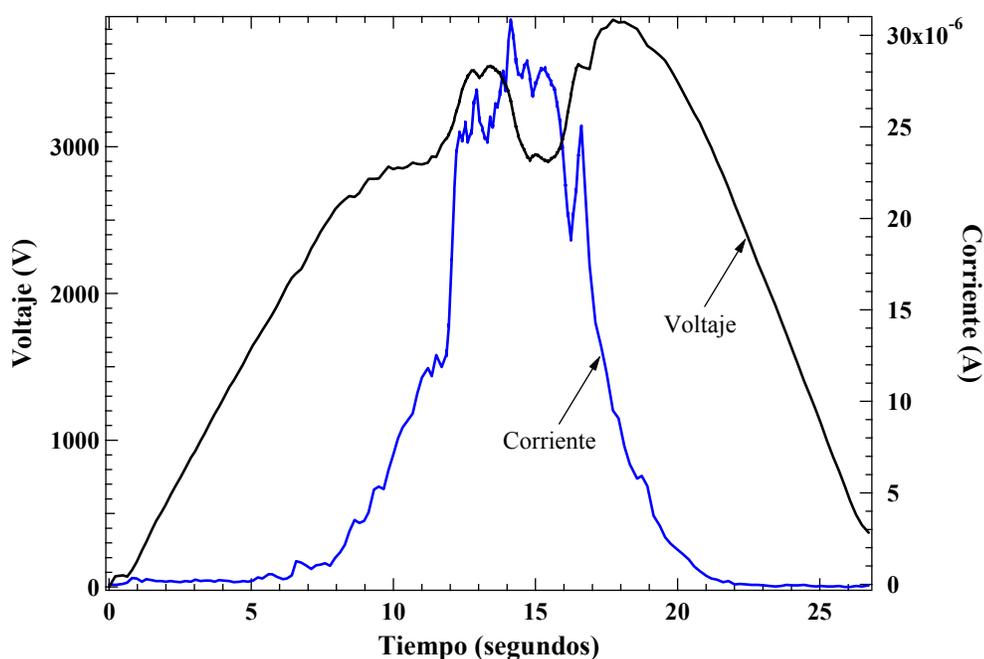


Figura 17. Pulso de voltaje aplicado a la estructura PPMgLN para realizar la reinversión de dominios y corriente de desplazamiento generada.

En la figura 18 se muestra la imagen de un cristal MgLN invertido después de haber aplicado varias veces un voltaje en dirección contraria al voltaje con que se invirtió

inicialmente. En ella pueden observarse aún algunos microdominios. Se continuó con las pruebas de inversión de polarización sin obtener resultados del todo satisfactorios.

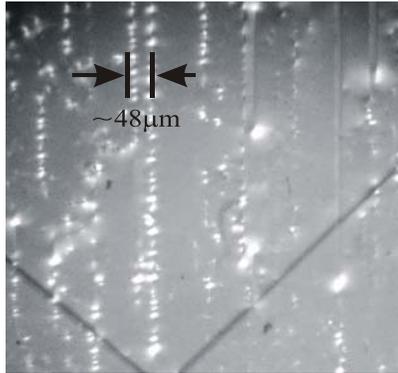


Figura 18. PMgLN reinvertido, visto a través de 2 polarizadores cruzados.

Una de las medidas que se tomó fue disminuir la carga a entregar en el material y se logró obtener un área periódicamente polarizada con un duty cycle aceptable 70-30% pero presentó algunas islas (pequeñas zonas sin invertir) además de ser un área muy pequeña ~ 1cm de largo (longitud de interacción del haz bombeo con el cristal). Con esta estructura se logró finalmente observar generación óptica paramétrica (¡yupi!), pero a una periodicidad. Además, no se logró obtener una buena eficiencia de conversión debido a las islas que presentó y a la corta longitud de interacción del haz bombeo con el cristal ferroeléctrico.

Se fabricó una nueva mascarilla con las mismas periodicidades que la anterior pero con un duty cycle 70%-30%, esto compensaría el crecimiento lateral de los dominios y evitaría la sobrepolarización. No se pudo emplear esta mascarilla en niobato de litio dopado con óxido de magnesio debido a que las obleas reinvertidas se dañaron por el tratamiento recibido.

III.1.2. INVERSIÓN DE POLARIZACIÓN ESPONTÁNEA EN LiTaO_3

La inversión de LiTaO_3 resultó mucho más sencilla. Como prueba inicial se realizó una inversión en un área pequeña del material sin fotoresina $\sim 0.61\text{cm}^2$. El voltaje aplicado y la corriente de desplazamiento generada se muestran en la figura 19 y en la figura 20 se muestra una imagen de los dominios que se formaron. Esta prueba se realizó porque en el laboratorio jamás se había trabajado con este material y era necesario determinar el valor exacto del campo coercivo, la polarización espontánea y la orientación del eje “X” en la oblea. Cabe mencionar que en el caso del tantalato de litio no existe un retraso entre el voltaje aplicado y la corriente de desplazamiento generada como con el $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ lo que indica un comportamiento muy similar al LiNbO_3 .

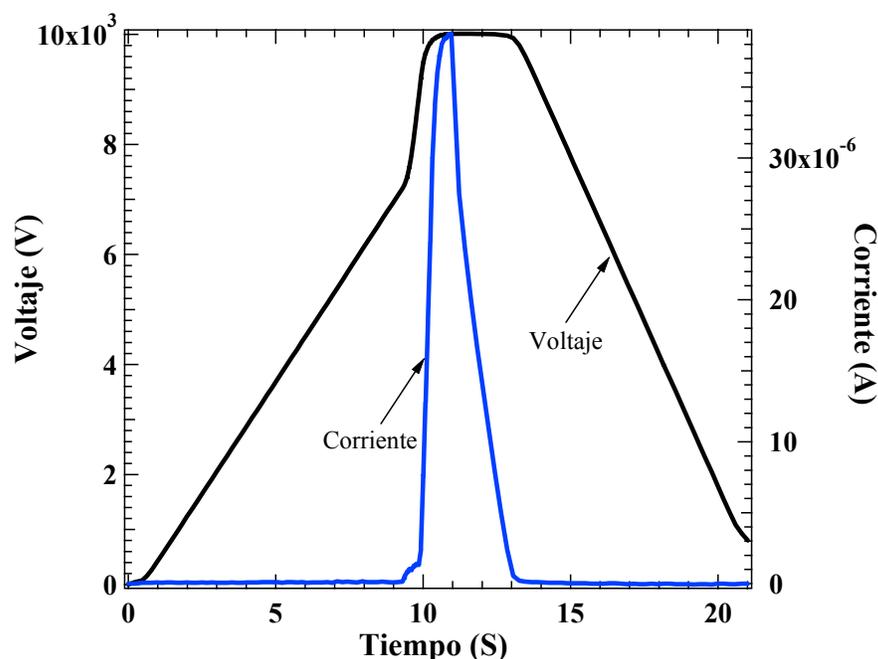


Figura 19. Datos obtenidos al invertir un área de 1cm^2 en LiTaO_3 , con un voltaje base 7kV y un voltaje máximo de 10kV .

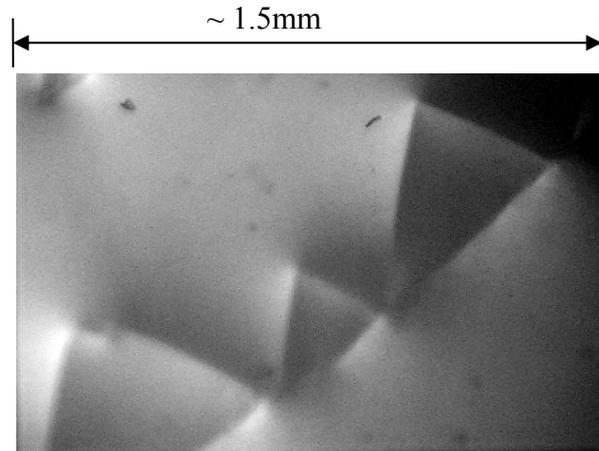


Figura 20. Área de tantalato de litio invertida utilizando un o-ring de $\sim 0.6\text{cm}^2$. Imagen del algunos dominios en forma triangular obtenida a través de microscopio con dos polarizadores cruzados.

Una vez realizada esta prueba se grabó sobre la oblea LiTaO_3 la mascarilla con periodicidades $\Lambda = 26, 27, 28, 29, 30$ y $31\ \mu\text{m}$ con un duty cycle 70%-30% . Para realizar la polarización periódica, se utilizó el mismo “o-ring” que en la prueba inicial, por lo que se realizaron varias inversiones pequeñas hasta polarizar toda la oblea de LiTaO_3 . Los resultados fueron más que satisfactorios: se logró obtener un patrón de dominios con “duty cycle” perfecto, $50 \pm 3\%$.

En la figura 21 se muestran el voltaje aplicado y la corriente generada durante una de las varias inversiones que se realizaron y en la figura 22 se muestra una fotografía obtenida a través de un microscopio con polarizadores cruzados de una zona invertida del cristal.

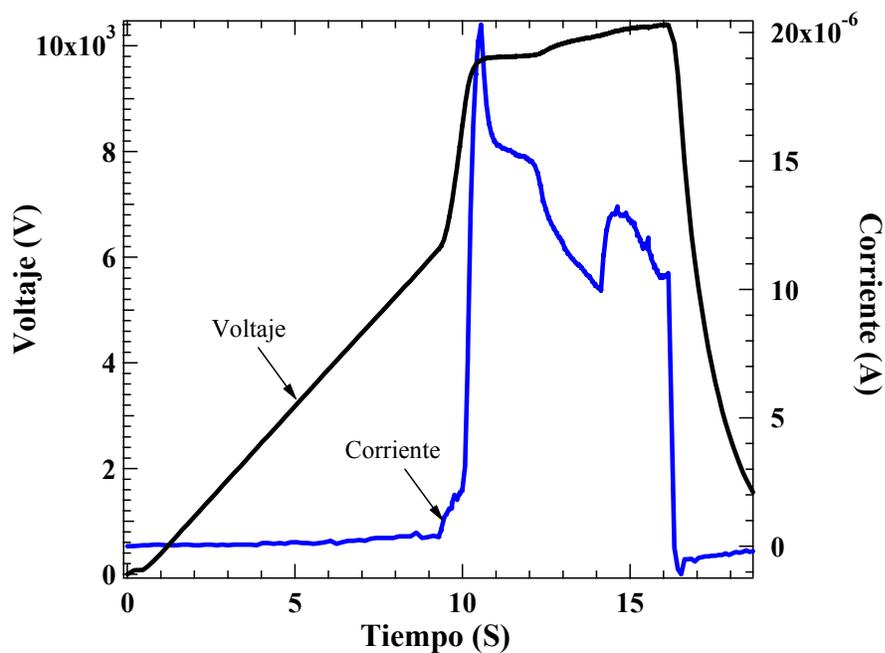


Figura 21. Datos obtenidos al invertir un área de 0.61cm^2 en LiTaO_3 , con un voltaje base de 7kV y un máximo de 10kV .

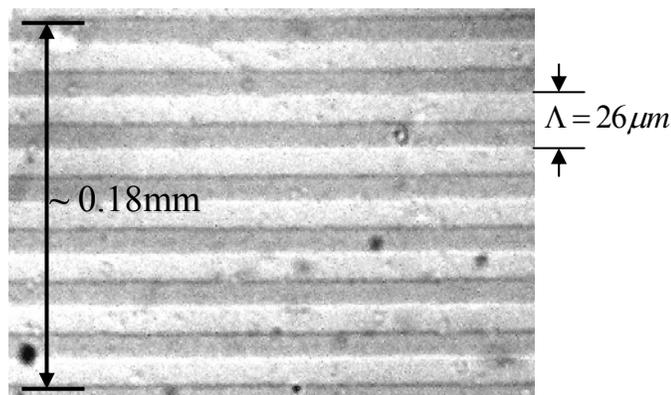


Figura 22. Imagen de una zona de tantalato de litio periódicamente polarizado con una periodicidad de $26\mu\text{m}$, obtenida a través de un microscopio con dos polarizadores cruzados. Se observa una periodicidad de los dominios con un duty cycle de $50\pm 3\%$.

III.2. PULIDO DE CRISTALES PPMgLN y PPLT

Una vez invertido, el cristal se corta y se inicia el proceso de pulido hasta obtener una superficie con calidad óptica. El pulido requiere de cerca de 8 horas de trabajo y consiste en ir devastando la superficie a pulir mediante la aplicación de diversos abrasivos con grosores tan grandes como $30\mu\text{m}$ hasta llegar a abrasivos más pequeños con $0.7\mu\text{m}$ de diámetro.

Para cortar el cristal es necesario colocarlo entre 4 trozos de vidrio común los cuales se unen con resina colada, de esta manera se protege de posibles rayaduras o fisuras durante el proceso (figura 23).



Figura 23. Material periódicamente polarizado “ensandwichado” entre 4 trozos de vidrio común.

Se corta el cristal en las dimensiones deseadas utilizando una cortadora de disco, en seguida se prepara para el proceso de pulido. Se coloca en una herramienta metálica y se rellena con yeso (figura 24(a)); de esta manera es fácil de manipular el cristal y se garantiza la obtención de una superficie perfectamente plana (figura 24(b)). Para el pulido se utilizó una máquina pulidora marca “BUELHER” y los parámetros que se utilizaron en el pulido de cada cara se muestran en la tabla III. En general el pulido se realizó a una velocidad de giro del cristal de 30rpm.

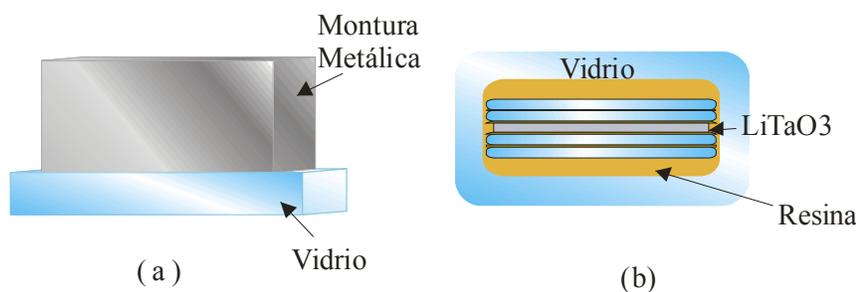


Figura 24. Material ferroeléctrico preparado para iniciar el proceso de pulido. (a) Vista lateral de la herramienta utilizada para colocar el material a pulir, (b) superficie a pulir.

Tabla III. Parámetros de pulido.

Abrasivo	Grosor (μm)	Tiempo de pulido (min)	Presión (Lbs)
Óxido de aluminio	30	30	6
Óxido de aluminio	9	45	10
Óxido de aluminio	5	90	10
Óxido de cerio	0.7	45	10

IV. EXPERIMENTOS Y RESULTADOS

IV.1. TÉCNICA DE DESVIACIÓN MÍNIMA

Se utilizó la técnica de desviación mínima como alternativa en la medición del índice de refracción de ambos materiales, $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ y LiTaO_3 . En la figura 25, se muestra el arreglo utilizado para el desarrollo de este experimento. El ángulo de abertura Φ de cada prisma se midió ópticamente a temperatura ambiente (24°C). Primero se determinó el cero o punto de referencia girando el prisma hasta que el haz reflejado y el haz incidente coincidieran en dirección. Después se giró el prisma casi 180° hasta que coincidieran de nuevo el haz reflejado y el haz incidente y se restó el ángulo de giro total a 180° . Se encontró que el ángulo de abertura para el prisma de $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ es de 24.75° y de 31.43° para el prisma de LiTaO_3 .

Se utilizaron cuatro láseres para realizar el experimento a ocho longitudes de onda diferentes: un láser de gas argón (emite a 5 longitudes de onda 457.9, 476.5, 488, 496.5 y 514.5 nm), un láser de estado sólido bombeado por diodo (532.1 nm), un láser de He-Ne (632.8 nm) y un láser Nd:YAG pulsado (1064.2nm). Para realizar mediciones a diferentes temperaturas se aplicó un voltaje ac controlado por reóstato a la montura metálica donde se colocó el prisma. Para detectar la temperatura exacta se utilizó un termopar colocado a aproximadamente 2mm de distancia del prisma. La montura metálica se colocó sobre una platina giratoria controlada por computadora. El programa controlador está en lenguaje IGOR y cuenta con una precisión de centésimas de grado permitiendo giros en sentido positivo y negativo. Para enfocar el haz incidente se utilizó una lente cilíndrica y el haz

desviado (refractado) se observó en una pantalla blanca colocada a una distancia aproximada de 2mts.

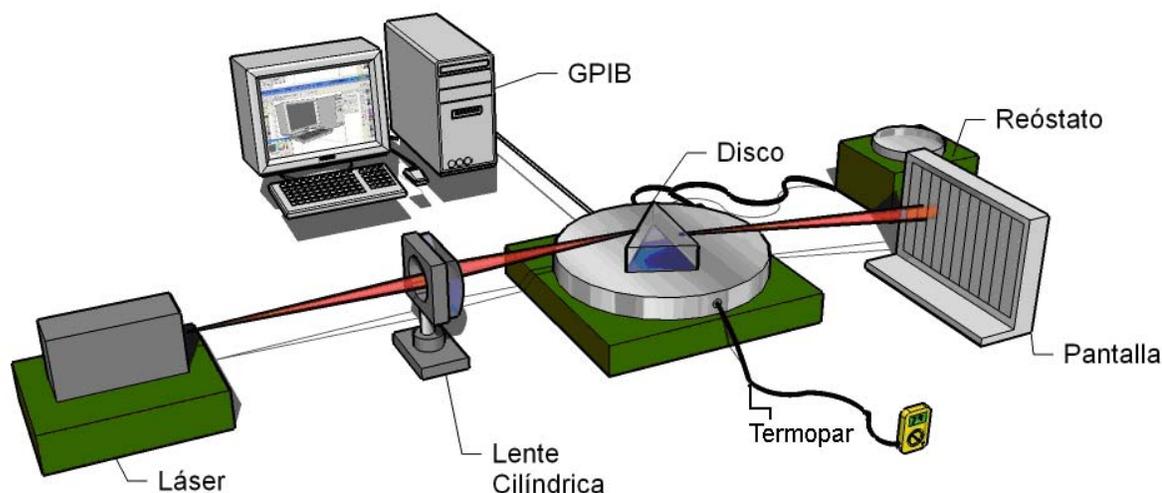


Figura 25. Arreglo para la medición del índice de refracción de los materiales ferroeléctricos MgO:LiNbO₃ y LiTaO₃ utilizando la técnica de desviación mínima.

Para determinar el ángulo de incidencia = cero (o punto de referencia) se giró el prisma hasta lograr que el haz de incidencia y el haz reflejado coincidieran en dirección. Después se giró el prisma hasta encontrar el ángulo de desviación mínima, para esto se registró el ángulo de giro total se registró en la computadora. El haz refractado avanza conforme gira el prisma hasta llegar a un punto en el cual se regresa. El punto en el cual el haz refractado empieza a regresarse es el ángulo de desviación mínima y se detecta a ojo.

Este proceso se repitió para cada longitud de onda y a 4 valores de temperatura diferentes en ambos materiales. Considerando que el material se expande debido a la temperatura, se midió el ángulo de abertura del prisma a cada temperatura disminuyendo de esta manera el error sistemático de los datos.

Finalmente se utilizó la ecuación 37 para calcular el índice de refracción correspondiente a cada longitud de onda medida.

IV.1.1. RESULTADOS EN MgO:LiNbO₃.

Las temperaturas que se manejaron y los ángulos de desviación mínima encontrados para el prisma de MgO:LiNbO₃ se muestran en la tabla IV.

Tabla IV. Ángulos de desviación mínima obtenidos para MgO:LiNbO₃ a diferentes longitudes de onda y temperatura.

	$T = 24^{\circ}\text{C}$	$T = 50^{\circ}\text{C}$	$T = 106^{\circ}\text{C}$	$T = 130^{\circ}\text{C}$
λ (nm)	δ_{min} (°)	δ_{min} (°)	δ_{min} (°)	δ_{min} (°)
457.9	29.02	29.37	29.45	29.64
476.5	28.83	29.22	29.27	29.48
488	28.67	29.07	29.17	29.27
496.5	28.57	28.92	28.97	29.07
514.5	28.47	28.77	28.82	28.97
532.1	28.38	28.68	28.72	28.82
632.8	27.80	27.97	28.26	28.37
1064.2	27.48	27.58	27.62	27.33

Como se mencionó en la sección anterior se utilizó la ecuación 37 para calcular el índice de refracción correspondiente a cada ángulo de desviación mínima medido. La figura 26 muestra una comparación entre el índice de refracción calculado para MgO:LiNbO₃ y la curva de índice de refracción para LiNbO₃ sin dopar que se obtiene de la ecuación de Sellmeier propuesta por Jundt. Debido a que MgO:LiNbO₃ es muy parecido al LiNbO₃ se espera obtener valores similares.

En la figura 26 se pueden observar varias curvas, cada una de ellas representa el índice de refracción en función de la longitud de onda a distinta temperatura.

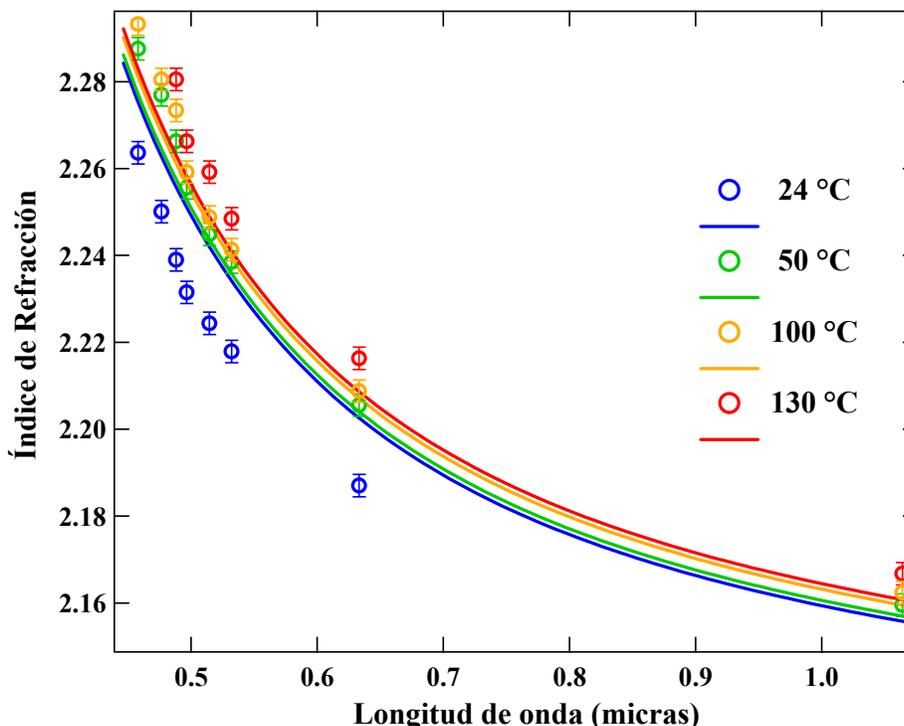


Figura 26. Comparación entre la curva teórica propuesta por Jundt para el LiNbO_3 y los datos de índice de refracción obtenidos por desviación mínima en $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$.

De aquí se observa que el índice de refracción para el $\text{MgO}:\text{LiNbO}_3$ (indicado con los puntos) tiene una mayor variación con la temperatura que el niobato de litio sin dopar. Debido a que únicamente se logró ver generación óptica paramétrica (GOP) con la periodicidad de $27 \mu\text{m}$ es decir, se obtuvo solo un dato en el infrarrojo, no se continuó con la caracterización de este material.

En las figura 26 y 27 se incluyen las barras de error en la medición. El error en medición de los ángulos de desviación mínima se estimó en $\pm 5 \times 10^{-2} \text{ }^\circ\text{C}$ lo que en índice de refracción se traduce en $\sim 2.6 \times 10^{-3}$ (unidades adimensionales).

IV.1.2. RESULTADOS EN LiTaO₃.

El procedimiento para realizar este experimento es el mismo que el descrito en la sección anterior. Los datos de ángulo de desviación medidos en este caso y las temperaturas que se manejaron se presentan en la tabla V. En la figura 27, se muestra una comparación entre los datos obtenidos a través del prisma de LiTaO₃. En este caso las curvas teóricas se obtuvieron a partir de la ecuación de Sellmeier para el LiTaO₃ encontrada por Myen *et al.*

Tabla V. Ángulos de desviación mínima obtenidos para LiTaO₃ correspondiente a cada longitud de onda y temperatura.

	$T = 25^{\circ}C$	$T = 50^{\circ}C$	$T = 90^{\circ}C$	$T = 120^{\circ}C$
$\lambda (nm)$	$\delta_{min} (^{\circ})$	$\delta_{min} (^{\circ})$	$\delta_{min} (^{\circ})$	$\delta_{min} (^{\circ})$
457.9	37.35	37.41	37.46	37.51
476.5	37.12	37.19	37.24	37.31
488	37	37.1	37.14	37.17
496.5	36.96	37.02	37.06	37.12
514.5	36.85	36.93	36.95	36.99
633.2	36.16	36.2	36.25	36.31
1064.2	35.42	35.45	35.48	35.5

De la figura 27 puede observarse que los datos se ajustan bien a las curvas teóricas calculadas. Estos datos, como se mencionó en el capítulo II nos arrojan información del material en el lado visible del espectro, ahora lo que sigue es obtener información de este material en el lado infrarrojo del espectro.

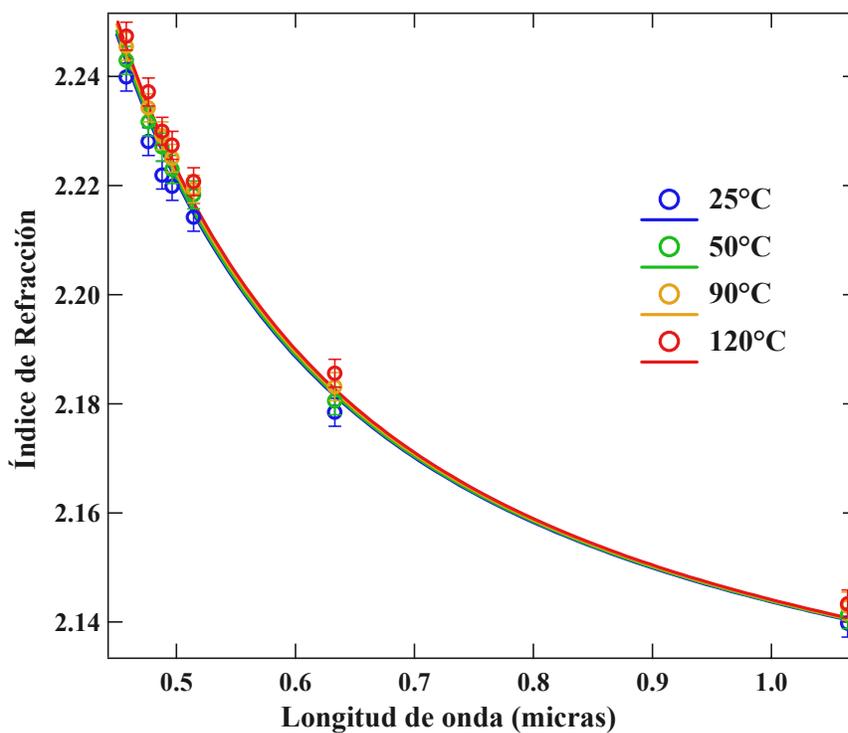


Figura 27. Comparación de los datos obtenidos mediante desviación mínima en LiTaO_3 y la ecuación de Sellmeier encontrada por Meyn et al.

IV.2. GENERACIÓN ÓPTICA PARAMÉTRICA

Para la obtención de datos mediante este método se fabricaron estructuras PPLN, PPMgLN y PPLT con periodicidades $\Lambda = 26, 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$. El arreglo utilizado para la generación óptica paramétrica se presenta en la figura 28.

Se bombeó el cristal PPMgLN o PPLT con un láser Nd:YAG el cual emite a 1064 nm con una energía de 1.5 a 2 mJ por pulso. Se utilizó una lente de 15 cm de distancia focal para enfocar el haz en el cristal, el cual se colocó en una montura especial con las dimensiones exactas de cada cristal que permitiese elevar la temperatura.

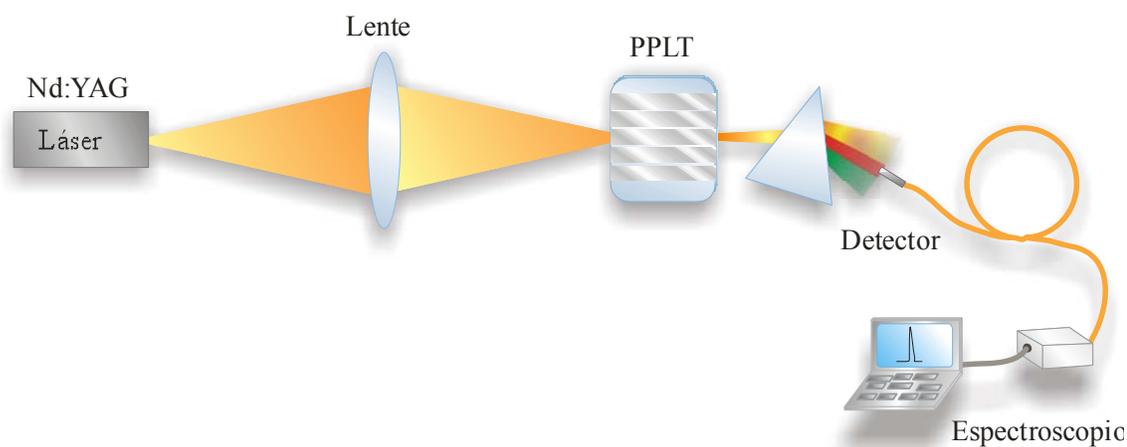


Figura 28. Arreglo para la medición de la longitud de onda de señal en dos estructuras periódicamente polarizadas PPMgLN y PPLT.

El aumento de temperatura se hizo de la misma manera que en el caso del experimento con los prismas: se aplicó un voltaje ac controlado por medio de un reóstato a la montura metálica, de igual forma la temperatura se monitoreó mediante un termopar conectado a un multímetro. Cabe mencionar que se comprobó la exactitud del sistema de detección de temperatura comparando la respuesta del termopar con un termómetro de mercurio, siendo la diferencia entre los dos menor a 0.5 grados entre 25 y 100 °C. La montura metálica se colocó sobre una mesa de traslación que permitía desplazamiento horizontal y vertical. El desplazamiento horizontal permite seleccionar la periodicidad con que se desea trabajar y el desplazamiento vertical permite una ajuste fino en la altura del cristal. A la salida del cristal se colocó un prisma para seleccionar el haz a medir (se selecciona la longitud de onda a medir debido al intervalo de medición del espectrómetro) y se utilizó un espectrómetro Ocean Optics tipo CCD con una resolución de 0.3 nm y un intervalo de detección de 0.4 a 0.98 μm para medir la longitud de onda.

En el proceso de generación óptica paramétrica se genera también un haz rojo (alrededor de 600 nm) resultado de la suma de frecuencias entre el haz de bombeo y el haz señal, y su longitud de onda está dada por la relación $\frac{1}{\lambda_R} = \frac{1}{\lambda_b} + \frac{1}{\lambda_s}$. Debido a que las longitudes de onda de señal esperadas están alrededor entre 1.3 μm y 1.8 μm y, a que el espectrómetro utilizado no puede detectar longitudes de onda superiores a 1 μm , se midió la longitud de onda de señal indirectamente, es decir, se midió la longitud de onda del haz rojo y utilizando la relación antes mencionada se calculó la longitud de onda de señal. En la figura 29 se muestra una comparación entre las longitudes de señal resultantes y la curva teórica calculada a partir de la ecuación propuesta por Meyn *et al.*, también se incluyen las barras de error en los puntos las cuales no se distinguen debido a que el error es más pequeño que el tamaño del punto. En el apéndice A se muestra un análisis de la propagación del error en la adquisición de los datos. Para disminuir el error en la adquisición de datos se consideró la expansión del cristal debida a la temperatura utilizando la ecuación:

$$\Lambda(T) = \Lambda(25^\circ\text{C})[\alpha(T - 25^\circ\text{C}) + \beta(T - 25^\circ\text{C})^2], \quad (39)$$

donde $\alpha = 1.6 \times 10^{-5}$ y $\beta = 7 \times 10^{-9}$ son los coeficientes de expansión térmica de LiTaO_3 .

La periodicidad del material también tiene cierta incertidumbre que es de ± 50 nm, y se debe a la resolución de la platina utilizada en el grabado de las mascarillas. Esta incertidumbre se incluye en la gráfica mediante barras horizontales, éstas son indistinguibles porque son más pequeñas que el tamaño del punto.

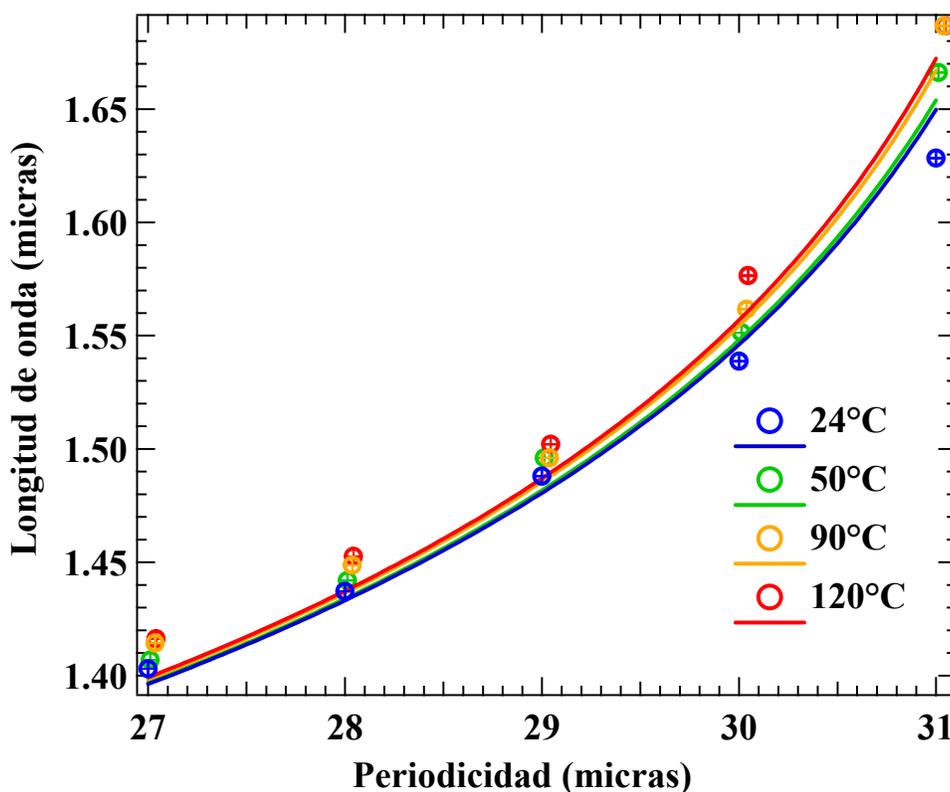


Figura 29. Datos obtenidos a través de una estructura PPLT con $\Lambda = 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$. Los puntos representan las longitudes de onda de señal medidas y las líneas continuas representan la curva teórica obtenida usando la ecuación de Sellmeier propuesta por Meyn *et al.* para 4 diferentes temperaturas: 25, 50, 90 y 120 °C. Se incluyen barras horizontales de error de $\sim 0.05 \mu\text{m}$ debido a la periodicidad del material y barras verticales de $\sim 2 \text{ nm}$ correspondientes al error en la medición de longitud de onda. Ambas barras son indistinguibles debido a que el error es más pequeño que el tamaño del punto.

Las ecuación encontrada por Jundt para LiNbO_3 y la encontrada por Meyn *et al.* para LiTaO_3 citadas anteriormente no tienen estrictamente la forma de la ecuación general de Sellmeier encontrada teóricamente en el capítulo II. En lugar del 1 que aparece al principio de la ecuación se encuentra un coeficiente empírico A diferente de 1. Además, en los términos que representan la contribución de los osciladores en el ultravioleta debería aparecer un factor de λ^2 en el numerador. Estas ecuaciones de Jundt y Meyn *et al.* no

tienen una buena justificación teórica, simplemente son ecuaciones empíricas. Para el caso de esta investigación se quiso comprobar si podía encontrarse una ecuación de Sellmeier que cumpliera con la teoría presentada en el capítulo II y que además describiera con gran precisión la variación del índice de refracción con la longitud de onda. Esta ecuación está compuesta de 2 osciladores con resonancia en el ultravioleta y una en el lejano infrarrojo,

$$n^2 = 1 + \frac{A\lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_{0,A}^2} + \frac{B\lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_{0,B}^2} + D\lambda^2, \quad (40)$$

donde A, B, D, $\lambda_{0,A}$ y $\lambda_{0,B}$ son los coeficientes que debemos encontrar empíricamente para una temperatura dada.

Para encontrar estos coeficientes se utilizó el siguiente procedimiento. Primero fue necesario “generar” los datos a los cuales se les hizo el ajuste. Para los datos en el visible se utilizaron los índices de refracción obtenidos con el prisma. Para las longitudes de onda correspondientes a la señal en el experimento de GOP se propusieron de manera inicial los índices dados por la ecuación de Meyn *et al.* Para los datos correspondientes al idler se utilizó la siguiente ecuación:

$$n_i = \lambda_i \left[\frac{1}{\Lambda} + \frac{n_s}{\lambda_s} - \frac{n_b}{\lambda_b} \right] = \frac{\lambda_b \lambda_s}{\lambda_s - \lambda_b} \left[\frac{1}{\Lambda} + \frac{n_s}{\lambda_s} - \frac{n_b}{\lambda_b} \right], \quad (41)$$

Nótese que en esta ecuación aparecen n_s y n_b . Estas se calculan inicialmente utilizando la ecuación de Meyn *et al.* Una vez que se generaron, estos datos fueron

ajustados a la ecuación 40 mediante mínimos cuadrados utilizando el algoritmo de Levenberg-Marquardt. Con los parámetros obtenidos con este ajuste se vuelven a calcular los índices n_s y n_b , se introducen en la ecuación 41, se vuelve a hacer el ajuste a los datos y se repite el proceso hasta que no haya cambios significativos en los coeficientes arrojados por el ajuste. El diagrama de flujo de este procedimiento se muestra en la figura 30.

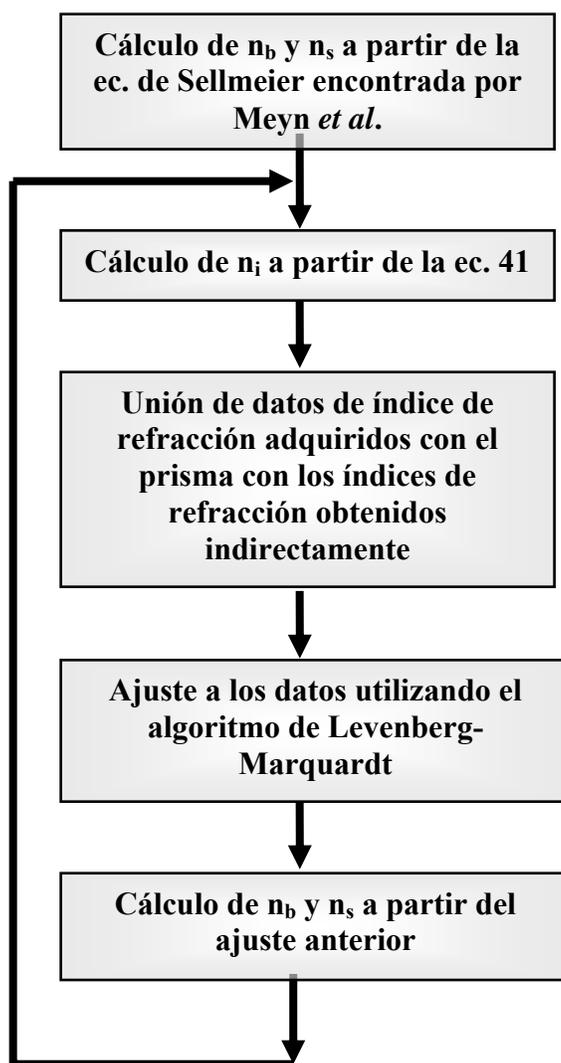


Figura 30. Diagrama de flujo del procedimiento para la obtención de los coeficientes de la ecuación de Sellmeier propuesta.

Se realizó este procedimiento para las diferentes temperaturas a las cuales se tomaron datos, obteniendo de esta manera un juego de coeficientes para cada temperatura. Se encontró que sólo dos de los 5 coeficientes propuestos, B y $\lambda_{0,A}$, dependen apreciablemente de la temperatura. En la figura 31 se muestra la variación de ambos coeficientes con respecto a la temperatura.

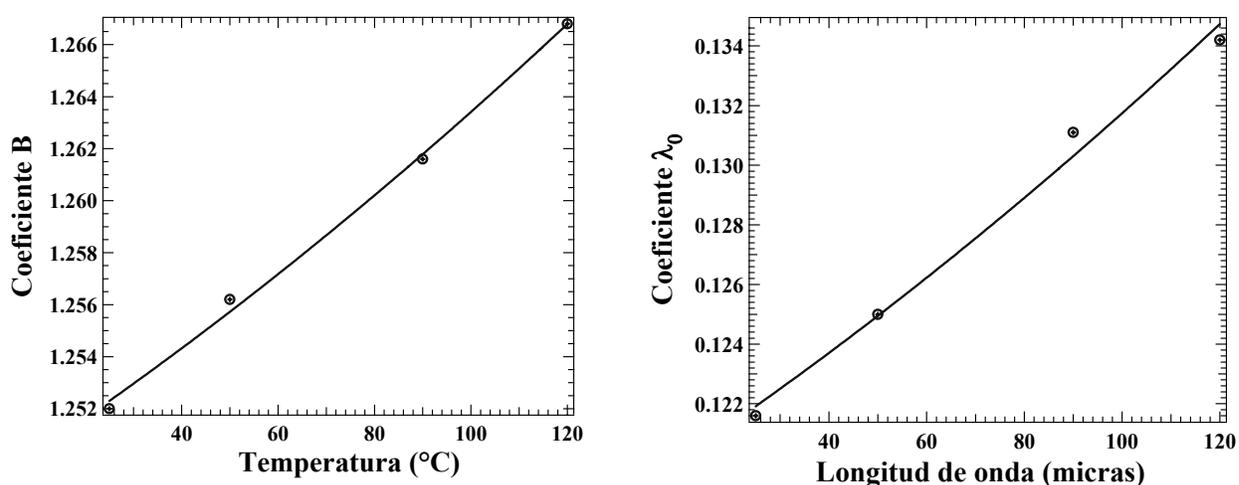


Figura 31. Variación de coeficientes B y $\lambda_{0,A}$ de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo con respecto a la temperatura.

Los coeficientes dependientes de la temperatura se ajustaron de igual manera por el método de mínimos cuadrados a una dependencia cuadrática con la temperatura absoluta (grados Kelvin). En la tabla VI se muestran los coeficientes obtenidos.

Con la ecuación encontrada se calculó una curva de índice de refracción para longitudes de onda en un intervalo de 0.4 a 5 μm para cada una de las temperaturas que se manejaron en ambos experimentos (GOP, y desviación mínima). En la figura 32 se muestran dichas curvas así como los datos obtenidos.

Tabla VI. Coeficientes de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo para el LiTaO_3 . El parámetro T es la temperatura.

Coeficiente	Valor
A	2.2261
$\lambda_{0,A}$	$7.6415 \times 10^{-2} + 2.1932 \times 10^{-8} (T+273.15)^2$
B	$1.3138 + 1.1398 \times 10^{-8} (T+273.15)^2$
$\lambda_{0,B}$	0.22346
C	-0.02422

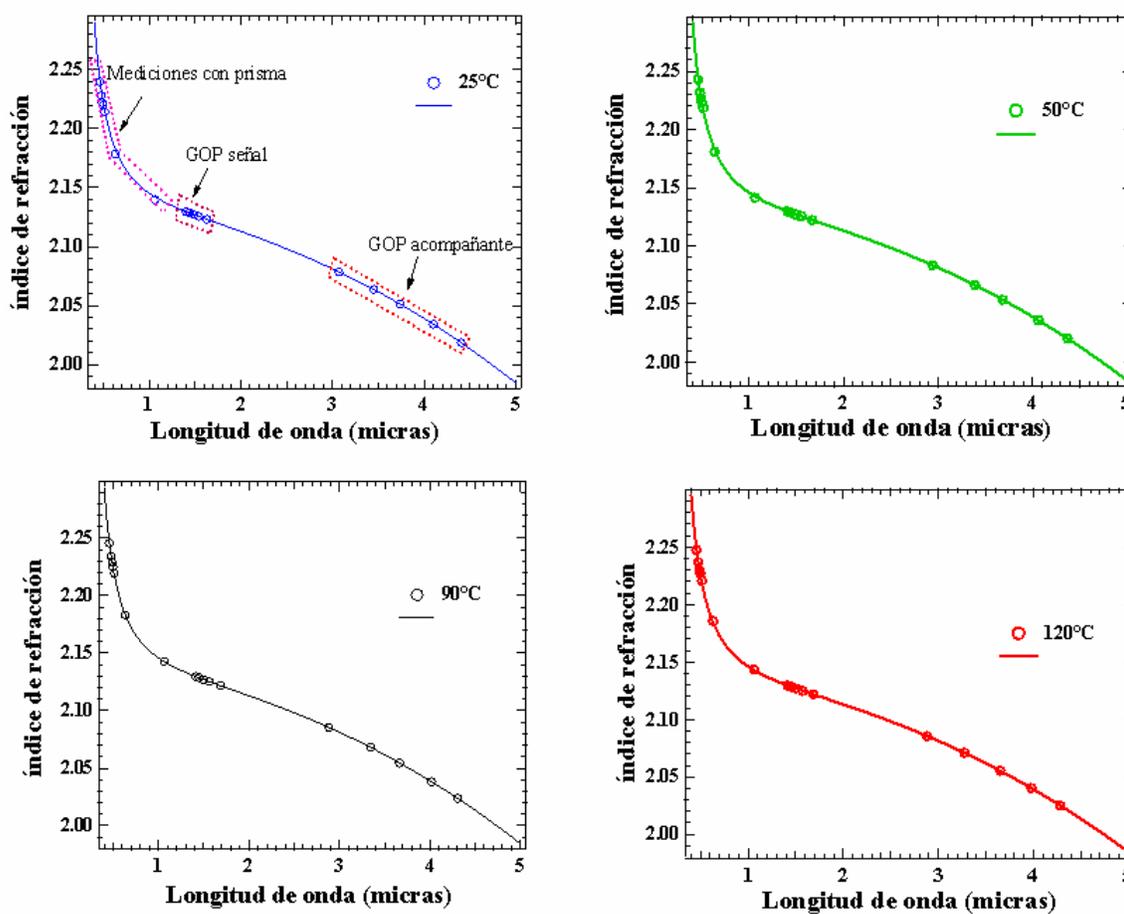


Figura 32. Comparación entre los datos de índice de refracción y las predicciones teóricas obtenidas a partir de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo, (a) $T = 25^\circ\text{C}$, (b) $T = 50^\circ\text{C}$, (c) $T = 90^\circ\text{C}$ y (d) $T = 120^\circ\text{C}$.

A partir de la ecuación de Sellmeier propuesta también se calculó la curva de sintonización a diferentes temperaturas con el fin de comparar los datos obtenidos durante la generación óptica paramétrica. En la figura 33 se muestra esta comparación.

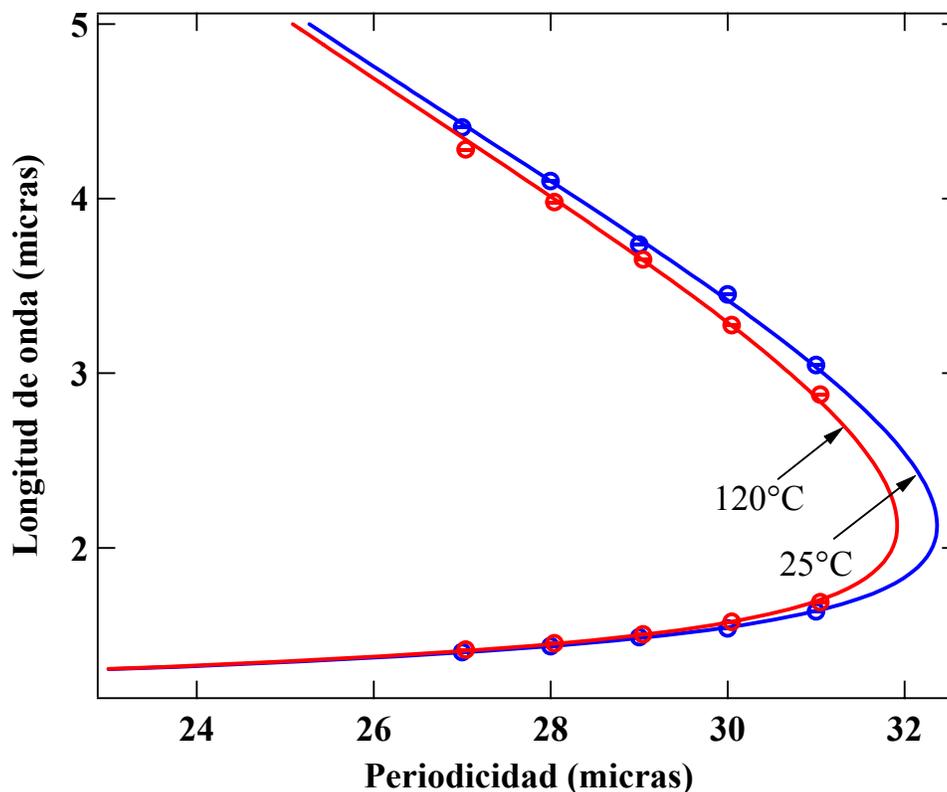


Figura 33. Comparación entre las longitudes de onda de señal y acompañante medidas indirectamente y las curvas de sintonización calculadas a partir de la ecuación de Sellmeier propuesta en esta tesis para dos temperaturas. Se incluyen también las barras de error en la medición, las cuales son indistinguibles debido a que el error es más pequeño que el tamaño del punto.

Con el fin de comprobar la exactitud de la ecuación propuesta en la predicción de longitudes de onda que se obtiene a diferentes temperaturas para una periodicidad fija, se realizó un experimento complementario en donde se midió la dependencia detallada de la

longitud de onda de la señal con de la temperatura para una periodicidad de $28\ \mu\text{m}$. Se eligió esta periodicidad debido a que con ella se observó una mayor eficiencia de conversión. En la figura 34 se muestran los resultados y la predicción teórica obtenida con la ecuación de Sellmeier que se encontró en este trabajo.

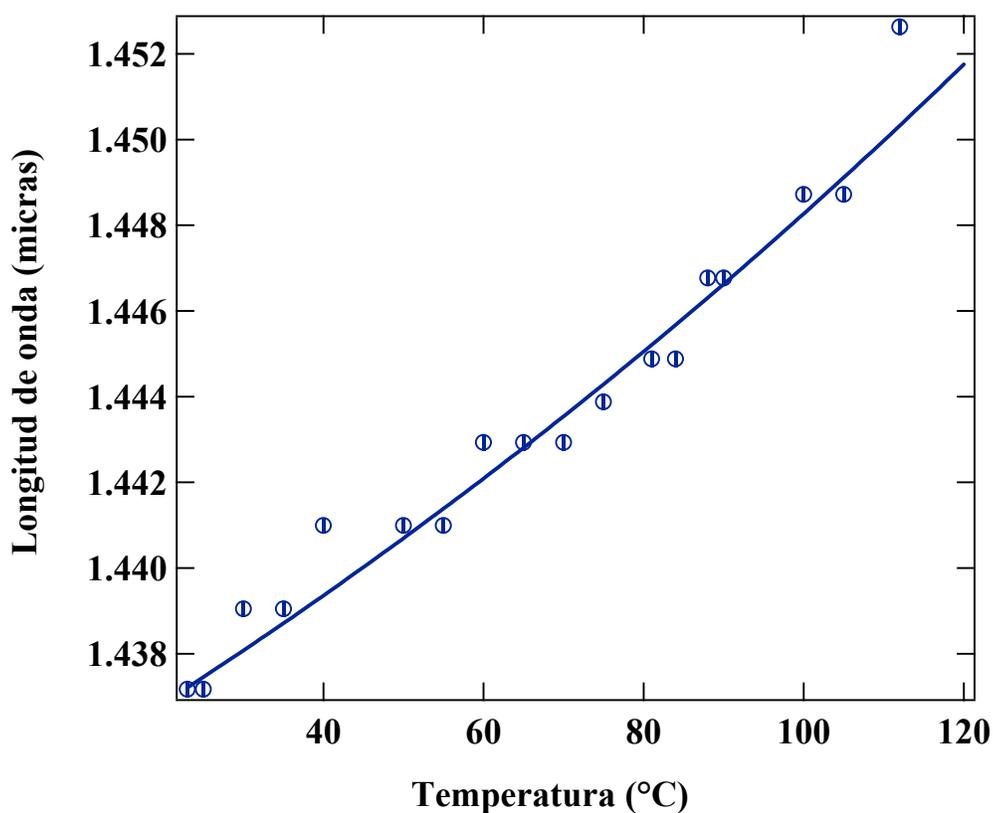


Figura 34. Longitud de onda de la señal contra temperatura. Periodicidad: $28\ \mu\text{m}$. Puntos: datos experimentales. Línea continua: predicción teórica. Se incluyen barras verticales de error que son de $\sim 2\ \text{nm}$, las cuales son indistinguibles debido a que son más pequeñas que el tamaño de los puntos.

V. CONCLUSIONES

Se obtuvo una estructura PPLT (tantalato de litio periódicamente polarizado) con periodicidades $\Lambda = 27, 28, 29, 30$ y $31 \mu\text{m}$ y se obtuvo generación óptica paramétrica en cada una de las periodicidades. Se obtuvo radiación sintonizable desde 1.4 hasta $4.3 \mu\text{m}$.

Se obtuvo una ecuación de Sellmeier que describe la dispersión del índice de refracción para LiTaO_3 en un intervalo de 0.4 a $5 \mu\text{m}$ y de 25°C hasta 120°C . Para esto se utilizaron dos métodos para la adquisición de datos, el método de desviación mínima para el visible e infrarrojo cercano y la generación óptica paramétrica para el infrarrojo medio. Las curvas de sintonización de generación óptica paramétrica de este material obtenidas a partir de la ecuación de Sellmeier encontrada en este trabajo de investigación concuerdan con los datos experimentales. El máximo error que encontramos entre experimento y teoría fue de $\sim 8 \text{ nm}$ para el haz idler y de $\sim 2 \text{ nm}$ para el haz señal. Esta diferencia puede deberse a varios factores.

Primero, a la incertidumbre de la longitud de onda de la señal que se infiere del haz rojo. Esta incertidumbre, aunque pequeña ($\sim 0.5 \text{ nm}$), se progaga y amplifica al calcular las longitudes de onda de la señal y del acompañante correspondiente a cada longitud de onda de señal. Segundo, la falta de datos obtenidos cerca de las transiciones en el ultravioleta. Tercero, la falta de datos de generación óptica paramétrica utilizando un haz de 532 nm como bombeo. Cada uno de estos factores aumentará la precisión de la ecuación.

Como trabajo futuro está la fabricación de más estructuras PPLT con las periodicidades necesarias para generar OPG con un bombeo de 532.2 nm . Además está el

alcanzar mayores temperaturas con el cristal y de esta manera obtener más información del comportamiento de este material ferroeléctrico.

Aún cuando no se pudo lograr el objetivo de este trabajo de investigación para el niobato de litio dopado con óxido de magnesio debido a la falta de datos, se logró obtener generación óptica paramétrica para una periodicidad y se midió la dispersión en el visible mediante el método de desviación mínima. Además, se generaron bastantes ideas de cómo atacar el problema de polarización periódica de este material, pero desgraciadamente no se prosiguió la investigación de este material debido a la falta de muestras de él. Algunas de estas ideas como se mencionó en el capítulo tercero son disminuir la carga a entregar en el material o la fabricación de mascarillas con duty cycle con proporciones 80-20% para de esta manera compensar el crecimiento lateral de los dominios evitando así el empalme de éstos, entre otras cosas.

En general se cumplió con el objetivo de este trabajo de investigación ya que se desarrolló en el laboratorio un método para la caracterización del índice de refracción de materiales ferroeléctricos de una manera precisa y confiable. Además cabe mencionar que en este laboratorio no se habían fabricado estructuras PPLT y PPMgLN anteriormente.

APÉNDICE A.

ANÁLISIS DE LA PROPAGACIÓN DEL ERROR

Como se mencionó en el capítulo cuarto la medición de la longitud de onda de señal se llevó a cabo de manera indirecta, es decir, se midió la longitud de onda del haz rojo, resultado de la mezcla de la onda de bombeo con la onda de señal generada. A partir de la longitud de onda del haz rojo se infirió el valor de la longitud de onda de señal con la relación $\frac{1}{\lambda_R} = \frac{1}{\lambda_b} + \frac{1}{\lambda_s}$, y de la condición de conservación de energía (ecuación 4) se infirió el valor de la longitud de onda acompañante. La medición indirecta de los datos necesarios para el análisis del material provoca que el error en la medición directa se propague y se amplifique. A continuación se presenta un análisis detallado de la propagación de los errores en la medición.

Primero hay que considerar que el haz que emite el láser Nd:YAG tiene un ancho espectral $\delta\lambda_b = \pm 0.1$ nm. También hay que considerar la resolución del espectrómetro, que es de $\delta\lambda_R = \pm 0.3$ nm. Para analizar la propagación de error es conveniente encontrar primero la relación entre $\delta\lambda$ y $\delta\nu$, donde $\delta\nu$ es la incertidumbre en la frecuencia ν . Partimos de la relación:

$$\frac{\delta\nu}{\nu} = \frac{\delta\lambda}{\lambda}. \quad (42)$$

Despejando para $\delta\lambda$, obtenemos

$$\delta\lambda = \frac{\delta\nu}{\nu} \lambda. \quad (43)$$

Utilizando la relación $\nu = \frac{c}{\lambda}$ la ecuación 43 se convierte en,

$$\delta\lambda = \frac{\delta\nu}{c} \lambda^2. \quad (44)$$

Considerando el ancho de banda en la longitud de onda de bombeo y la incertidumbre en la medición de la longitud de onda de bombeo, $\delta\nu$ se puede escribir en términos de longitudes de onda,

$$\delta\nu = \frac{c}{\lambda_B^2} \delta\lambda_B + \frac{c}{\lambda_R^2} \delta\lambda_R. \quad (45)$$

Sustituyendo la ecuación 45 en la ecuación 44 se obtiene que para λ_s :

$$\delta\lambda_s = \frac{\lambda_s}{c} \left[\frac{c}{\lambda_B^2} \delta\lambda_B + \frac{c}{\lambda_R^2} \delta\lambda_R \right], \quad (46)$$

reescribiendo 46:

$$\delta\lambda_s = \frac{\lambda_s^2}{\lambda_B^2} \delta\lambda_B + \frac{\lambda_s^2}{\lambda_R^2} \delta\lambda_R. \quad (47)$$

Según las curvas de sintonización mostradas en el capítulo tercero (figura 7) las longitudes de onda de señal que se generan están alrededor de 1.5 μm . Sustituyendo los valores correspondientes en la ecuación 47, se obtiene:

$$\delta\lambda_s = \left(\frac{1.5 \times 10^{-6}}{1.064 \times 10^{-6}} \right)^2 (0.1 \times 10^{-9}) + \left(\frac{1.5 \times 10^{-6}}{0.6 \times 10^{-6}} \right)^2 (0.3 \times 10^{-9}), \quad (48)$$

$$\therefore \delta\lambda_s \approx 2.1 \text{ nm}.$$

Ahora bien, la longitud de onda acompañante se calculó a partir de la relación

$\frac{1}{\lambda_i} = \frac{1}{\lambda_b} - \frac{1}{\lambda_s}$; entonces, según esta relación para el cálculo de error en este parámetro hay

que considerar el error de la longitud de onda de bombeo y el error en la longitud de onda de señal. Haciendo un análisis similar al anterior encontramos:

$$\delta\lambda_i = \frac{\lambda_i^2}{\lambda_B^2} \delta\lambda_B + \frac{\lambda_i^2}{\lambda_R^2} \delta\lambda_R. \quad (49)$$

Sustituyendo los valores correspondientes:

$$\delta\lambda_i = \left(\frac{3 \times 10^{-6}}{1.064 \times 10^{-6}} \right)^2 (0.1 \times 10^{-9}) + \left(\frac{3 \times 10^{-6}}{0.6 \times 10^{-6}} \right)^2 (0.3 \times 10^{-9}), \quad (50)$$

$$\therefore \delta\lambda_i \approx 8.3 \text{ nm}$$

REFERENCIAS.

- Born, M., y Wolf, E. (1999). *Principles of optics*,. Cambridge University press. 7th edition. 952 pp.
- Bruner, A., Eger, D., Oron, M. B., Blau, P., y Katz, M. (2003). *Temperature-dependent Sellmeier equation for the refractive index of stoichiometric lithium tantalate*. *Opt. Lett.*, 28(3):194-196.
- Cudney, R. S., Ríos, L. A., Orozco Arellanes, M. J., Alonso, F., y Fonseca , J. (2002). *Fabricación de niobato de litio periódicamente polarizado para óptica no lineal*. *Rev. Mex. Fís.*, 48(6):548-555.
- DiDomenico, M. J., y Wemple, S. H. (1969). *Oxygen-Octahedra Ferroelectrics. I. Theory of electro-optical and Nonlinear optical effects*. *J. Appl. Phys.*, 40(2):720-734.
- Dimitriev, V. G., y Gurzadyan, G. G. (1997). *Handbook of Nonlinear optical Crystals*. Springer, Second edition. 800 pp.
- Fatuzzo, E., y Walter, J. M. (1967). *Ferroelectricity*. North-Holland. 290 pp.
- Fejer, M. M., Magel, G. A., Jundt, D. H., y Byer, R. L. (1992). *Quasi-Phase-Matched Second Harmonic Generation: Tuning and tolerances*, *IEEE J. Quantum electron.*, 28(11):2631-2654.
- Furukawa, Y., Kitamura, K., Takekawa, S., Niwa, K., y Hatano H. (1998) *Stoichiometric Mg:LiNbO₃ as an effective material for nonlinear optics*. *Opt. Lett.* 23(24):1892-1894.
- Furukawa, Y., Kitamura, K., Alexandrovski, A., Route, R. K., Fejer, M. M., y Foulon, G. (2001). *Green-induced infrared absorption in MgO doped LiNbO₃*. *Appl. Phys. Lett.*, 78(14):1970-1972.
- Ishizuki, H., Shoji, I., y Taira, T. (2004). *High-energy quasi-phase-matched optical parametric oscillation in a 3-mm-thick periodically poled MgO:LiNbO₃ device*. *Opt. Lett.*, 29(21):2527-2529.
- Jundt, D.H. (1997) *Temperature-dependent Sellmeier equation for the index of refraction, n_e, in congruent lithium niobate*. *Opt. Lett.*, 22(20):1553-1555.
- Matsumoto S., E.J. Lim, H. M. Hertz, y M. M. Fejer. (1991). *Quasiphase-Matched second Harmonic Generation of Blue Light in a Electrically Periodically-Poled Lithium Tantalate*. *Electron. Lett.* 27:2040-2041.

Meyn, J. P., y Fejer, M. (1997). *Tunable ultraviolet radiation by second-harmonic generation in periodically poled Lithium Tantalate*. *Opt. Lett.*, 22(16):1214-1216.

Miller, G. D., (1998). *Periodically poled Lithium Niobate: Modeling, fabrication, and nonlinear-optical performance*. Stanford University.

Nakamura K., Kurz, J., Parameswaran, K., y Fejer, M. M., (2002). *Periodic poling of magnesium-oxide-doped lithium niobate*. *J. Appl. Phys.*, 91(7):4528-4534.

Prasad, N. P., y Williams, D. J. (1991) *Introduction to nonlinear optical effects in molecules and polymers*. John Wiley & Sons, Inc. 279 pp.

Saleh, Bahaa, E.A., y Teich, M. C. (1991). *Fundamentals of Photonics*. John Wiley & Sons, Inc. 966 pp.

Taya, M., Bashaw, M. C., y Fejer, M. M. (1996). *Photorefractive effects in periodically poled ferroelectrics*. *Opt. Lett.* 21(12):857-859.

Weiss, R. S., y Gaylonrd, T. K. (1985). *Lithium Niobate: summary of Physical properties and crystal structure*. *Appl. Phys.* 37:191-203.

Yariv, A. (1989). *Quantum Electronics*. John Wiley & Sons, Inc. 570 pp.

Zelmon, D. E., Small, D. L., y Jundt, D. (1997). *Infrared corrected Sellmeier coefficients for congruently grown lithium niobate and 5 mol.% magnesium oxide-doped lithium niobate*. *J. Opt. Soc. Am. B*, 14(12):3319-3322.