

Una década del Instituto
de Física Aplicada
1995 - 2005



**Una década del Instituto de Física Aplicada,
1995-2005**

**Una década del Instituto de Física Aplicada,
1995-2005**

*Pedro Corredera Guillén,
F. Javier Gutiérrez Monreal*

**Instituto de Física Aplicada
Consejo Superior de Investigaciones Científicas**

ISBN: 978-84-612-1440-2

Madrid, 2007

En memoria de nuestro amigo y compa ero Manuel Torres Hernanz

Índice

Introducción	11
Estados cuasiperiódicos en experimentos de ondas lineales superficiales.	13
<i>M. Torres, J.P. Adrados, P. Cobo, A. Fernández, G. Chiappe, E. Louis, J.A. Miralles, J.A. Verges and J.L. Aragón</i>	
Dispositivos fotónicos integrados en LiNbO₃.	19
<i>Ginés Lifante, Fernando Cussó, Eugenio Cantelar, Manuela Domenech, Isaac Suárez y Pablo Luis Pernas</i>	
Sensores optoelectrónicos aplicados a la biología	27
<i>L.M. Lechuga, E. Mauriz, B. Sepúlveda, J. Sánchez del Río, A. Llobera, A. Calle and C. Domínguez</i>	
Tecnologías de sensores fotónicos: técnicas y tendencias	33
<i>J.M. López-Higuera, A. Cobo, O.M. Conde, M. Lomer, F.J. Madruga, M.A. Quintela, A. Quintela, D.A. González</i>	
Fuente supercontinua en fibra óptica (basada en bombeo continuo)	49
<i>Sonia Martín-López, Miguel González-Herraez, Pedro Corredera Guillén, Ana Carrasco Sanz, Maria Luisa Hernanz Sanjuan y Laura Abrardi</i>	
Recubrimientos ópticos en el rango espectral entre 50 y 200 nm	57
<i>Mónica Fernández Perea, José Antonio Méndez, Juan Ignacio Larruquert, José Antonio Aznárez</i>	
Tomografía óptica coherente y generación de supercontinuo	65
<i>Frédérique Vanholsbeeck, Sonia Martín-López, Miguel González-Herráez, and Stéphane Coen</i>	
Fabricación y caracterización de cristales fotónicos bidimensionales para nuevos dispositivos optoelectrónicos.	73
<i>P. A. Postigo, A. R. Alija, L. J. Martínez and J. Sánchez-Dehesa</i>	
Electroluminiscencia y amplificación óptica en nanoestructuras de silicio: hacia la integración de la electrónica y la fotónica	81
<i>Blas Garrido</i>	
Luz lenta y luz rápida en fibras ópticas	91
<i>Luc Thévenaz, Kwang-Yong Song, Miguel González-Herraez</i>	
Propiedades ópticas no lineales de nanocompuestos metal dieléctrico	99
<i>Javier Solís</i>	

El alba de las comunicaciones ópticas: de la Revolución Francesa al Imperio ...	105
<i>José A. Martín Pereda</i>	
La exploración de Marte	111
<i>Luis Vázquez</i>	
Espectroscopía vibracional sobre nanoestructuras metálicas (SERS y SEIR): nuevos sustratos y aplicaciones	117
<i>José Vicente García-Ramos y Santiago Sánchez-Cortés</i>	
Espectroscopía Raman de nanotubos de carbono	123
<i>C. Domingo</i>	
Aplicación de los nanotubos de carbono como nuevos materiales sensores para la detección de gases	131
<i>I. Sayago Olmo</i>	
Criptografía caótica	137
<i>Gonzalo Álvarez Marañón</i>	
Criptoanálisis de registros de desplazamiento irregularmente controlados	143
<i>Slobodan Petrovic</i>	
Identificación biométrica de personas: un paso más en seguridad	149
<i>Carmen Sánchez Ávila</i>	
Necesidades de investigación en Nanotecnología Biomédica para el desarrollo de las regulaciones de control	157
<i>D.G. Rickerby</i>	
Radiometría de precisión para el sensado remoto en el rango spectral del visible y del infrarrojo próximo	163
<i>Edward Zalewski</i>	
Óptica adaptativa: de los telescopios al ojo humano	165
<i>Pablo Artal Soriano</i>	
Focalización y colimación de luz por láminas delgadas metálicas	167
<i>Nicolás García García</i>	

Introducción

El presente libro recoge la colección de trabajos que resumen el ciclo de seminarios realizado durante el año 2005 en el Instituto de Física Aplicada del CSIC de Madrid, con motivo del décimo aniversario de su creación.

El Instituto de Física Aplicada (IFA) del CSIC se creó en 1995, como resultado del plan de reestructuración y reorganización de los Centros e Institutos de Física del CSIC del área de la calle Serrano de Madrid.

El Instituto de Física Aplicada está formado actualmente por 32 investigadores (incluidos los doctores vinculados), 12 becarios predoctorales y 24 personas de apoyo técnico. Nuestras líneas de investigación abarcan desde la Medida de la Radiación Óptica, Tecnologías para las Comunicaciones Ópticas, Interacción de Campos Electromagnéticos con el entorno, Tecnología de Antenas, Criptografía y Seguridad de la Información, Propagación Ondulatoria, Sensores de Gases y Óptica de Láminas Delgadas.

Con motivo del décimo aniversario del IFA han tenido lugar dos tipos de actos conmemorativos: un ciclo de conferencias que se denominó “*10 años del Instituto de Física Aplicada (IFA-CSIC), 1995-2005*” y una mesa redonda titulada “*La Física Aplicada y la Industria Española*”.

El ciclo de conferencias “*10 años del Instituto de Física Aplicada (IFA-CSIC), 1995-2005*” se diseñó con un doble objetivo: por una parte, presentar a la comunidad científica los resultados de las investigaciones realizadas por los distintos grupos del propio Instituto y, por otra, ofrecer a los investigadores de otros institutos y de la comunidad científica nacional e internacional la posibilidad de compartir con nosotros sus conocimientos y avances. Con este propósito y con escasos recursos, se han impartido un total de 23 seminarios durante todo el año 2005. Para organizar la selección de estos seminarios se invitó a cada grupo de investigación del Instituto a impartir una conferencia relacionada con la línea de investigación cultivada y, además, se ha contado con la colaboración de investigadores y amigos de otros grupos e instituciones, que nos han enriquecido con sus conocimientos y sus logros científicos.

El presente libro se ha organizado por bloques temáticos que abordan temas que van desde la óptica guiada y la nanofotónica, los sensores ópticos, los procesos no lineales en fibras y materiales, las láminas delgadas y la óptica del ultravioleta lejano, la exploración de Marte, la espectroscopia y las nanotecnologías, la criptografía, la identificación biomédica y la regulación europea en las nanotecnologías. Se han incorporado al final del libro los anuncios de tres de las conferencias que a la hora de la edición del presente libro no hemos conseguido una versión más ampliada de la contribución.

Nuestro sincero agradecimiento a los conferenciantes, por su esfuerzo en presentarnos de forma amena y didáctica los logros de su investigación, y por aportar los resúmenes que configuran el contenido de este libro; y también nuestro agradecimiento a los amigos y compañeros que nos han acompañado como oyentes y que han contribuido a las discusiones en cada uno de los seminarios.

Finalmente, queremos que este libro sea un homenaje a nuestro compañero Manuel Torres Hernanz que desafortunadamente nos dejó el pasado 12 de Noviembre de 2006, cuando estábamos terminando la composición de este libro.

Pedro Corredera Guillén y F. Javier Gutiérrez Monreal

Estados cuasiperiódicos en experimentos de ondas lineales superficiales

Quasiperiodic states in linear surface wave experiments

M. Torres^{*(1)}, J.P. Adrados⁽¹⁾, P. Cobo⁽²⁾, A. Fernández⁽²⁾, G. Chiappe, E⁽³⁾,
Louis, J.A. Miralles⁽³⁾, J.A. Verges⁽⁴⁾ and J.L. Aragón⁽⁵⁾

⁽¹⁾Instituto de Física Aplicada, Consejo Superior de Investigaciones Científicas,
Serrano 144, 28006 Madrid, Spain

⁽²⁾Instituto de Acústica, Consejo Superior de Investigaciones Científicas,
Serrano 144, 28006 Madrid, Spain

⁽³⁾Departamento de Física Aplicada and Unidad Asociada del Consejo Superior
de Investigaciones Científicas, Universidad de Alicante,
San Vicente del Raspeig, Alicante 03690, Spain

⁽⁴⁾Departamento de Teoría de la Materia Condensada,
Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid, Consejo Superior de Investigaciones Científicas,
Cantoblanco, Madrid 28049, Spain

⁽⁵⁾Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada,
Universidad Nacional Autónoma de México,
Apartado Postal 1-1010, Querétaro 76000, México

*Email: aragon@fata.unam.mx

Resumen.- Se presenta un sutil procedimiento para confinar modos hidrodinámicos dentro de una región aislada en la superficie libre de un fluido. El experimento consiste en una vasija cuadrada con un pozo concéntrico sumergido vibrando ambos verticalmente, de tal modo que los modos superficiales generados por el menisco en el borde de la vasija interfieren con los estados ligados del pozo interior sumergido. Ésta es una analogía clásica de un pozo doble cuántico donde algunos fenómenos fundamentales de interferencia pueden visualizarse y controlarse. La interferencia descrita muestra por primera vez, una transición hidrodinámica de patrones cuasiperiódicos a periódicos. Como se demuestra, los análogos cuánticos del presente experimento sugieren que nuestros resultados podrían ser transferidos al diseño de sistemas cuánticos de confinamiento de ondas exhibiendo estados electrónicos cuasiperiódicos o sus aproximaciones racionales.

Abstract.- A subtle procedure to confine quasiperiodic hydrodynamic modes within an isolated region on the free surface of a fluid is presented here. The experiment consists of a square vessel with an immersed concentric square well vibrating vertically, so that the surface waves generated by the meniscus at the vessel boundary interfere with the bound wave states of the well. This is a classical analogy of a double quantum well where some fundamental interference phenomena can be visualized and controlled. The described interference leads to a hydrodynamic transition from quasiperiodic to periodic patterns for the first time. As it will be shown, the quantum analogs of the present experiment suggest that our results could be transferred to design quantum confinements exhibiting quasiperiodic electronic states or their rational approximants.

1.- Introduction

The interest in experiments of classical analogs, which accurately model the salient features of some quantum systems or other fundamental ondulatory phenomena is the main goal of this paper [1]. Such correspondences could be exploited to investigate and address formally similar quantum effects as those observed in quantum corrals and in grain boundaries or simple surface steps [1].

2.- Confinement of quasiperiodic hydrodynamic modes on the free surface of a liquid

Our main goal is to build up the hydrodynamic analogy of a double square quantum well. So we assembled an experimental set up consisting of a square-box vessel with a single square drilled well at its bottom; both squares are concentric and the well diagonals are parallel to the box sides. When the vessel vibrated vertically with such amplitudes that the Faraday instability was prevented, the geometry produced three kinds of linear, or weakly non-linear, patterns on the free surface of the liquid. The first pattern is a sort of bound state restricted to the surface area occupied by the immersed well that acts as a weak potential which binds standing waves. The second pattern is produced by the meniscus at the vessel walls and it can come into the region of the immersed well depending on the liquid depth and the vibration frequency of the vessel. Finally, the last pattern arises from the interference between the meniscus wave of the vessel and the bound states of the well. The observed pattern depends on the liquid depth h_1 , which plays the role of an order parameter by controlling the amplitudes of the bound standing states inside the boundary of the immersed well.

The bound states arise from an inertial hydrodynamic instability, balanced by the liquid surface tension that grows over the region of the square well. The amplitudes of the bound states increase on increasing $1/a^2$; where $a^2 = T/\rho g$, a is the capillary length, T is the liquid surface tension, ρ is the liquid density and $g = g_0 \pm \alpha\omega^2$ is the effective gravity, α is the vibration amplitude of the vessel and ω is the vibration angular frequency of the vessel. On the contrary, the amplitude of the meniscus wave depends on the variation of the meniscus volume for each vessel oscillation and it grows accordingly with a^2 [1]. In our experiment a is about 60 μm and the amplitude of the meniscus wave reaches a maximum at a vibration frequency of the vessel of 64 Hz. The frequency and the wavelength of the wave patterns are related by the well known dispersion relation of gravity-capillary waves.

We chose a square vessel and the configuration of the orientated square well to verify that the immersed well confined wave states. Then we used a square methacrylate box with side L of 8 cm where a single square well with depth d of 2 mm and side l of 3.5 cm was drilled at its bottom. The bottom of the vessel was covered with a shallow ethanol layer of depth h_1 . The liquid depth over the well was then $h_2 = h_1 + d$.

As it was already mentioned, the vibration amplitude of the vessel was 60 μm , below the threshold of Faraday instability at the frequencies of the experiment. The vessel vibrated vertically at a single frequency lying within the range from 35 to 60 Hz. An optimum frequency was 50 Hz. Our experimental results can be separated into three cases according to the depth h_1 .

Case I. For h_1 lower than 1 mm, the experiment shows two square lattices with a shift of 45° between them, namely the lattice of the immersed square well is separated from the square lattice of the vessel.

Case II. At a vibration frequency of the vessel of 50 Hz and when h_1 is 1.2 mm, a quasicrystalline standing wave pattern appears inside the region of the immersed square well whereas the outer-wave pattern is a square network, as seen in figure 1(a). The immersed square well acts as a weak potential and binds standing plane waves with eigenvectors parallel to the well sides. Nevertheless, it is transparent for the standing waves of the square box which tunnel the frame of the immersed well under the experimental conditions. Inside the region of the square box, the vessel eigenstates have eigenvectors parallel to the outer box sides. For the mentioned liquid depth and vibration frequency, $|A_2| = |A'_2|$, where A_2 and A'_2 are the amplitudes of the meniscus and bound waves inside the immersed well, respectively. The interference of both standing patterns increases the symmetry in the well from square crystalline to octagonal quasicrystalline. According to the dispersion relation for gravity-capillary waves described elsewhere [1] the difference between the external and internal wavenumbers k_1 and k_2 is about 2% and the refraction bending of about 1.1° at the boundary of the central window is negligible. Furthermore, the reflection of the external wave at the well step is also negligible with such parameters. On the other hand, slender outgoing evanescent waves are emitted at the boundary of the well and they play a role in the matching between patterns.

Case III. When h_1 is increased, the “potential” of the immersed well is seen

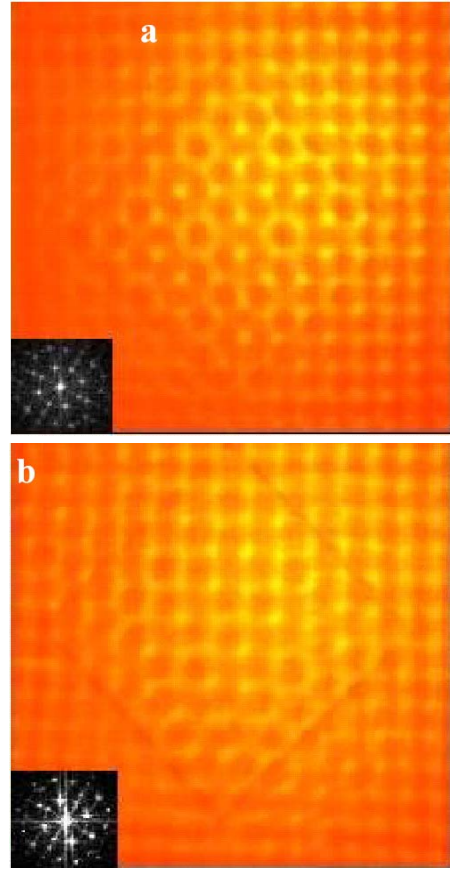


Figure 1.- (a) Snapshot of the system vibrating at 50 Hz for $h_1 = 1.2$ mm. Fourier transform of the quasicrystalline wave pattern (inset). (b) Snapshot of the system vibrating at 50 Hz for $h_1 = 1.5$ mm. Fourier transform of the transitional pattern with four brighter spots in the main octagonal ring (inset)

increasingly weaker by the system, and A'_2 decreases accordingly. Under such conditions, transitional patterns appear gradually on the hydrodynamic window making the transition from a quasicrystalline form to a crystalline one. Figure 1(b) shows a transitional pattern corresponding to a liquid depth h_1 of 1.5 mm and an excitation frequency of

50 Hz. The Fourier transforms of the experimental patterns are calculated, as seen in figures 1(a) and 1(b), according to crystallographic techniques of image processing described elsewhere [1].

3.- Quantum analogs

To test the feasibility of a quantum scenario analogous to our experimental results, we numerically studied the quantum confinement of a double square well by using a tight-binding Hamiltonian in a $L \times L$ cluster of the square lattice with a single atomic orbital per lattice site [1].

The tight-binding Hamiltonian of a 2D atomic structure is:

$$H = \sum_{m,n} \varepsilon_{m,n} |m,n\rangle \langle m,n| - \sum_{\langle mn;m'n' \rangle} t_{mn;m'n'} |m,n\rangle \langle m',n'|$$

where $|m,n\rangle$ represents an atomic orbital at site (m,n) , with energy $\varepsilon_{m,n}$, and $t_{mn;m'n'}$ is the hopping energy between the nearest neighbor sites (m,n) and (m',n') . In order to simulate the inner square we have explored several possibilities. The energy of all orbitals is taken equal to zero outside the inner square. Moreover, the hopping energies between nearest-neighbor sites were all taken equal to 1. On the other hand, we either changed the orbital or the hopping energies inside the inner square. Some illustrative results are shown in figure 2. Figures 2(a) and (b) correspond to wavefunctions close to the band bottom, i.e., long wavelengths and high linearity. The octagonal symmetry within the inner square is clearly visible in figure 2(a); whereas figure 2(b) illustrates an effect that is purely quantum, namely, the effect of the outer square is visible even on a wavefunction localized in the inner square. Although one cannot expect a one-to-one correspondence between the experiments discussed here and this simple quantum simulation, the

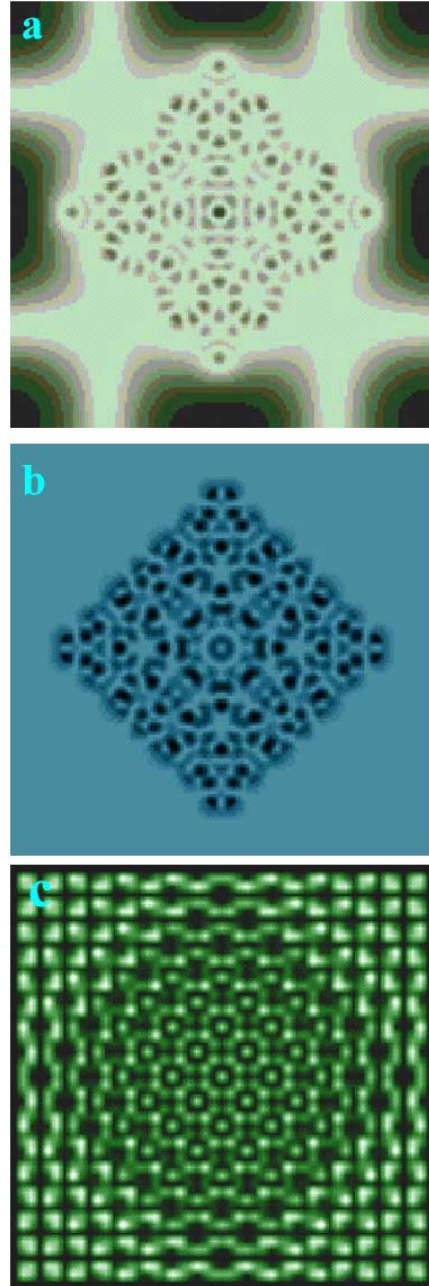


Figure 2.- Quantum wave functions of the tight-binding Hamiltonian described in the text.

results suggest clearly that similar effects could be observed in a suitable quantum system.

Figure 2(c) shows a peculiar null energy state which is not located at the band bottom. In this state the hopping energy outside the square is equal to 1, whereas it is 0.7 inside the square, and the general pattern resembles our experiment conspicuously. The Fourier spectrum of the inner square pattern has been performed and it corresponds to a rational approximant of an octagonal quasicrystal. As above mentioned, the energy has been chosen as null for the square lattice. This means both a high degeneration of states and the existence of a Van Hove singularity with a wavelength similar to the lattice parameter. Such features support the adequate choice of null energy.

The existence of quantum well states has been demonstrated recently on thin metal film grown by epitaxy on a semiconductor [1]. In such films the conduction electrons are confined along the depth axis by the vacuum on one side and the metal-semiconductor interface on the other. Such quantum well states combined with adequate boundary conditions on the XY plane could be strong candidates to carry out our proposal on confinement of quasiperiodic quantum states.

4.- Conclusions

We have described here a hydrodynamic experiment that gives rise to the confinement of wave states within an isolated region on the free surface of a liquid. It constitutes a stirring macroscopic experimental scenario which models some salient features of a double quantum well and stimulates the study and visualization of feasible confined quantum states which are already present on systems such as metal thin film grown epitaxially on semiconductors [1]. The

confinement of quasiperiodic quantum states could be achieved by handling the adequate boundary conditions on the XY plane of the metal-semiconductor interface.

Acknowledgments

Technical support from C. Sorrel, S. Tehuacanero and C. Guerrero is gratefully acknowledged. This work has been partially supported by the Spanish MCYT (BFM2001-0202 and MAT2002-04429), the Mexican DGAPA-UNAM (IN-108502-3) and CONACyT (D40615-F), the Argentinean UBACYT (x210 and x447) and Fundación Antorchas, and the University of the Alicante.

Reference

- [1]. M. Torres et al., "Quasiperiodic states in linear surface wave experiments", *Philosophical Magazine* Vol. 86, Nos. 6-8, 1065-1073 (2006) (And references therein).

Dispositivos fotónicos integrados en LiNbO₃

Integrated photonic devices based on LiNbO₃

Ginés Lifante^{(1)*}, Fernando Cussó⁽¹⁾, Eugenio Cantelar⁽¹⁾, Manuela Domenech,
Isaac Suárez⁽¹⁾ y Pablo Luis Pernas⁽²⁾

Grupo de Investigación AMIGO:
“Advanced Materials for Integrated Guided Optics”

(1)Departamento de Física de Materiales, C-IV. Universidad Autónoma de Madrid.
28048-Madrid. España.

(2)Departamento de Física Aplicada, C-XII, UAM. 28048-Madrid. España

*Email: gines.lifante@uam.es

Resumen.- En este trabajo se describen diversos ejemplos de dispositivos fotónicos integrados fabricados en LiNbO₃ utilizando tecnología de difusión de Zn en la fabricación de circuitos ópticos. Se detalla el método de fabricación de las guías de onda planas y acanaladas, y se indica las técnicas de caracterización óptica utilizada. Se describen a continuación tres tipos de dispositivos fotónicos integrados: el láser integrado de LiNbO₃:Nd³⁺ como dispositivo activo, un emisor RGB como dispositivo no-lineal, y finalmente un modulador electroóptico basado en interferómetros Mach-Zehnder como ejemplo de dispositivo fotónico integrado de tipo funcional.

Abstract.- *In this work we describe several examples concerning integrated photonic devices fabricated in LiNbO₃ crystals using Zn in-diffusion technology for the optical circuits fabrication. The planar and channel waveguide fabrication is detailed, and the optical characterization techniques are indicated. Using this technology, three kind of integrated photonic devices are described: an integrated laser based on LiNbO₃:Nd³⁺ substrates as an active device, a RGB emitter as non-linear device, and finally an electrooptic modulator based on Mach-Zehnder interferometer as an example of functional-type integrated photonic device.*

1.- Introducción

Bajo el apelativo de fotónica integrada se engloban los sistemas formados por dispositivos fotónicos construidos e interconectados mediante guías de onda ópticas, diseñados sobre un mismo sustrato, para sustituir a los dispositivos electrónicos convencionales en la transmisión y procesamiento de señales [1]. Desde un inicio, a finales de los 60, la intención fue desarrollar dispositivos ópticos de

modo análogo a los circuitos integrados en electrónica convencional. En la actualidad los avances de la óptica integrada constituyen la base de una nueva generación de dispositivos optoelectrónicos que reemplazará a corto plazo la tecnología puramente electrónica, por sus muy diversas ventajas, pero ante todo, por el gran ancho de banda de la luz. De modo análogo al caso de las fibras ópticas, la fotónica integrada se fundamenta en el hecho de que la luz puede ser confinada y guiada por

capas delgadas o canales de material transparente. Combinando tales películas con estructuras apropiadas, la tecnología de óptica integrada ha logrado realizar una gran variedad de dispositivos, cuyas funciones abarcan operaciones pasivas (divisores de haz, ...), activas (láseres, ...) y funcionales (moduladores electroópticos, ...) [2]. Estos componentes son pequeños y compactos, posibilitando así incorporar en un solo sustrato múltiples funciones, que normalmente requerirían de todo un laboratorio para realizar tales montajes. De entre los materiales inorgánicos de mayor interés en el área de la fotónica integrada destaca el LiNbO_3 gracias a sus altos coeficientes piezoeléctricos, electroópticos y no lineales. Además, ofrece la posibilidad de incorporar impurezas ópticamente activas que pueden convertirlo en un material para amplificación óptica o como láser [3]. Para realizar guías de onda en LiNbO_3 existen diferentes tecnologías como el intercambio protónico, la implantación iónica o la difusión de un metal dopante. De todos estos métodos, el más implantado es la difusión de una impureza metálica, siendo elegida como tal el titanio. Las razones de esta preferencia son que las guías de onda basadas en $\text{LiNbO}_3:\text{Ti}$ poseen unas bajas pérdidas de propagación [4]. Sin embargo, poseen algunos inconvenientes, como la necesidad de alcanzar altas temperaturas en el proceso de fabricación, y la aparición del llamado daño fotorrefractivo. Por ello se han estudiado como alternativas otras impurezas metálicas que soslayan estos inconvenientes, en concreto el Zn, el cual es el método elegido para fabricar los dispositivos descritos en este trabajo.

2.- Fabricación de guías de onda

El método de fabricación aquí utilizado consiste en la difusión de Zn desde la fase de

vapor en dos etapas. Con este método se fabrican guías de onda sobre sustratos puros e impurificados de LiNbO_3 . El primer paso previo a la difusión es la litografía, que consiste en el depósito de una capa de óxido de silicio en una de las caras del sustrato con los motivos diseñados y transferidos desde una máscara de Cr_2O_3 utilizando técnicas de litografía UV estándar de micro-electrónica [5]. En la fabricación se han utilizado dos tipos diferentes de máscaras: una máscara de guías acanaladas, y una máscara de interferómetros Mach-Zehnder.

Una vez fotolitografiados los sustratos, se colocan en una cestilla y se introducen en un tubo de acero, donde el Zn metálico se coloca en el fondo. Este tubo es a su vez introducido dentro de un horno, el cual con la ayuda de un controlador fija la temperatura de difusión durante el tiempo deseado. Para poder obtener guías de onda es necesario un segundo proceso, que consiste en un recocido de la muestra en atmósfera abierta durante un tiempo y una temperatura controlados [6]. En este punto los iones de Zn se difunden dentro del cristal, provocando así la formación de guías acanaladas en la cara donde se ha realizado la litografía y de una guía plana en la cara sin depósito de SiO_2 (figura 1).

Para caracterizar la guía de onda se utiliza el método de modos oscuros, basado en acoplar un haz láser en la guía plana por medio de un prisma isósceles de rutilo, colocando este montaje en un goniómetro. De esta manera se puede conocer los modos que soporta la guía plana en cada polarización. A partir del conjunto de líneas oscuras que se visualiza en la pantalla (figura 2) puede reconstruirse el perfil de índice de la guía conocidos los ángulos modales mediante distintos algoritmos [1].

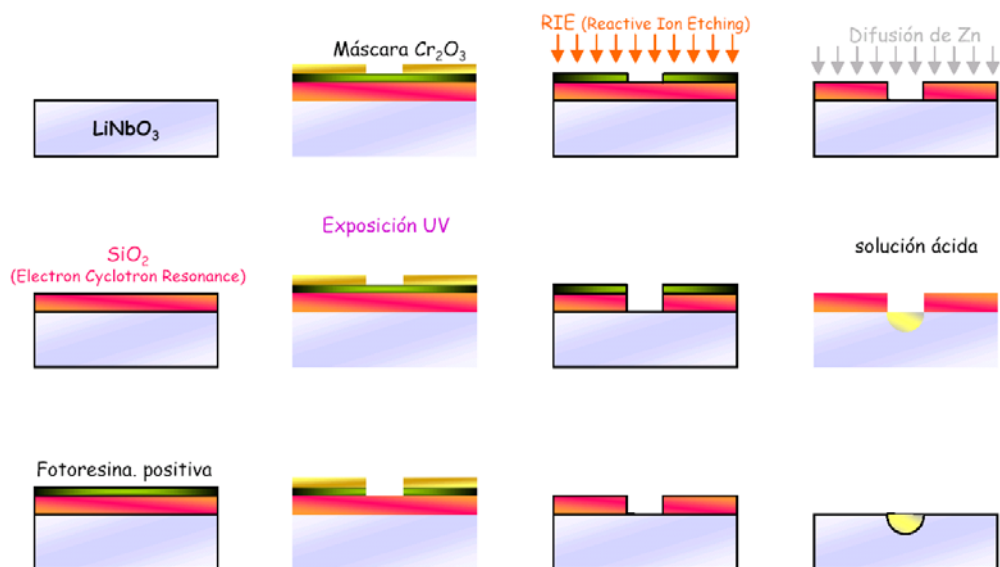


Figura 1.- Fabricación de guías acanaladas.

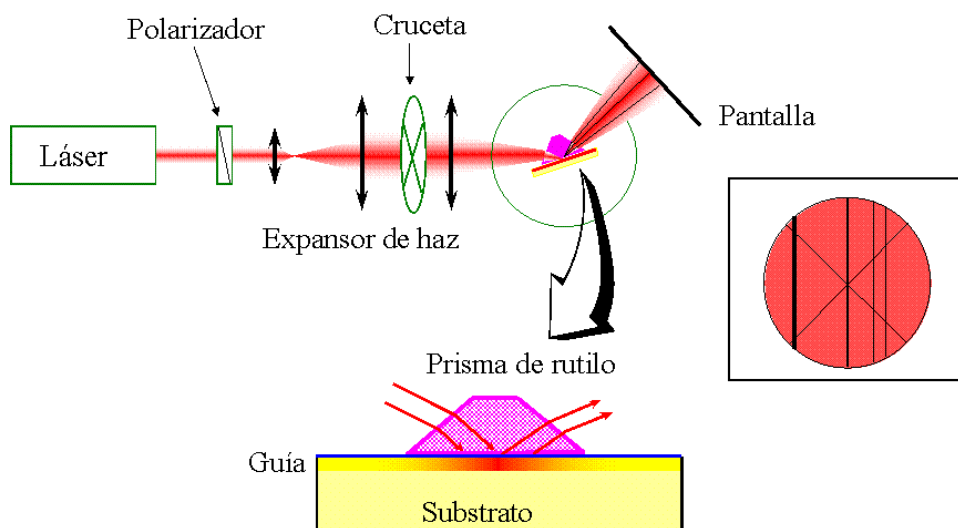


Figura 2.- Sistema de medida por modos oscuros.

3.- Guías activas: láseres integrados

De entre todas las tierras raras, el ion Nd^{3+} es uno de los más relevantes como impureza activa, ya que cuando se introduce en matrices sólidas, ya sean vidrios o cristales, presenta propiedades muy adecuadas como centro activo láser IR. La combinación de las excelentes propiedades de la matriz de LiNbO_3 con las relativas al ion neodimio permite la obtención de acción láser en configuración guiada con bajos umbrales de oscilación y alta eficiencia [7].

El resonador óptico está compuesto de dos espejos multicapa dieléctricos planos y un medio activo, que consiste en iones Nd^{3+} localizados en LiNbO_3 que conforma una guía de onda acanalada. Para el caso de la emisión láser correspondiente a la transición $^4F_{3/2} \rightarrow ^4I_{11/2}$ de los iones Nd^{3+} el espejo de entrada posee una reflectividad $> 99.99\%$ para un rango de longitudes de onda de 1040-1100 nm y una transmitancia del 98% para el rango de 750-850 nm. Por otro lado, se utiliza un espejo de salida con un 85% de reflectividad a la emisión láser (figura 3).

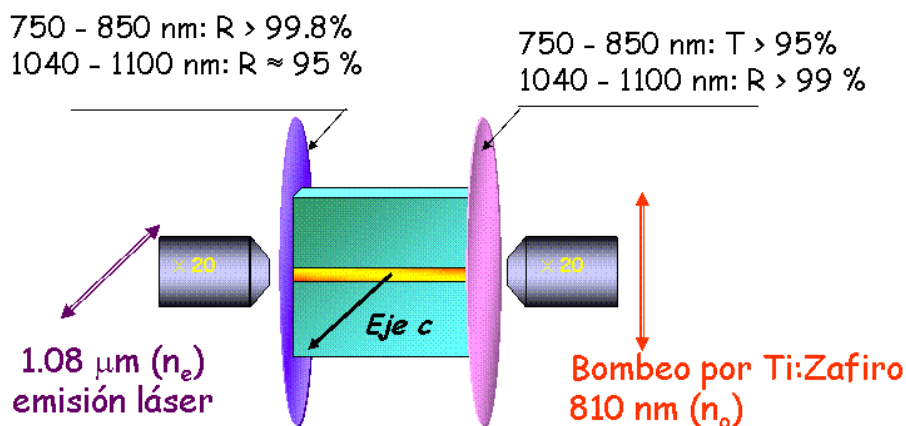


Figura 3.- Esquema del láser integrado

La figura 4 muestra la curva característica de potencia para un láser integrado sobre una guía de onda de 15 μm de anchura, bajo bombeo π (polarización paralela al eje óptico), emitiendo a 1.08 μm . Se observa un bajo umbral de oscilación, cercano a los 4 mW, y una alta eficiencia (14%). Es de destacar además el régimen de oscilación en CW a temperatura ambiente.

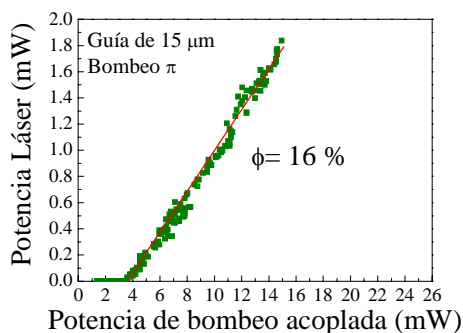


Figura 4.- Curva de eficiencia láser

4.- Guías no-lineales: dispositivo RGB

El LiNbO_3 es un buen candidato para aplicaciones no-lineales, no sólo por sus altos coeficientes NL, sino por la posibilidad de modular espacialmente sus dominios ferroeléctricos (PPLN), que permite realizar conversión de frecuencia via procesos de quasi-ajuste de fase (QPM), y donde es posible conseguir altas densidades de potencia en configuración guiada. Aquí se presenta la generación simultánea de luz azul, verde y roja en guías acanaladas no-lineales de PPLN- LiNbO_3 congruente fabricadas por difusión de Zn, a partir de sustratos impurificados con iones $\text{Er}^{3+}/\text{Yb}^{3+}$, crecidos por la técnica Czochralski descentrada, que favorece la aparición de dominios periódicos en el cristal, con una periodicidad de $\sim 7 \mu\text{m}$ (figura 5) [8].

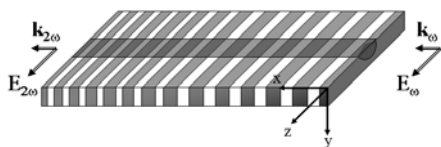


Figura 5.- Esquema de una guía PPLN.

Un haz procedente de un láser de Ti:Zafiro operando a 920 nm se acopla a la entrada de una guía acanalada monomodo de $4 \mu\text{m}$ de anchura y 1 cm de longitud (figura 5). El haz IR se acopla como modo TE, y puede o bien excitar los iones de Yb^{3+} , o bien interactuar con el coeficiente no-lineal d_{33} del LiNbO_3 . La figura 6 presenta el espectro de emisión en el rango visible (450-700 nm), donde se observa que la luz de salida es una combinación de dos bandas anchas en el rojo y verde y una línea estrecha en la región azul del espectro.

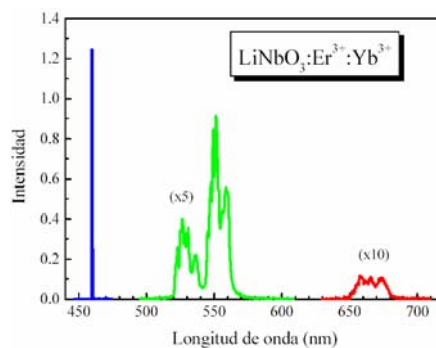


Figura 6.- Espectro de emisión visible.

La emisión azul es debida a la generación de segundo armónico de la luz de 920 nm de bombeo, produciéndose cuando el haz IR (ω) se acopla como onda extraordinaria (modo TE). La polarización del segundo armónico 2ω es la misma que la luz del haz fundamental, mostrando una dependencia cuadrática en potencia, siendo la máxima eficiencia de conversión observada de $0.04\% \text{ W}^{-1}\text{cm}^{-1}$. Por otro lado, las bandas roja y verde se asocian a procesos de transferencia de energía y up-conversion entre los iones Er^{3+} e Yb^{3+} . El bombeo excita los iones Yb^{3+} al multiplete $^2\text{F}_{5/2}$, desde donde relajan por procesos radiativos y no-radiativos o por procesos de transferencia con iones Er^{3+} . La excitación puede ser transferida al nivel $^4\text{I}_{11/2}$ del Er^{3+} , via mecanismos de relajación cruzada $^2\text{F}_{5/2} \rightarrow ^2\text{F}_{7/2} : ^4\text{I}_{15/2} \rightarrow ^4\text{I}_{11/2}$. Además, una segunda relajación cruzada desde el Yb^{3+} a un ion Er^{3+} previamente excitado conduce a la excitación de iones Er^{3+} hacia niveles superiores via procesos de transferencia energética: $^2\text{F}_{5/2} \rightarrow ^2\text{F}_{7/2} : ^4\text{I}_{11/2} \rightarrow ^4\text{F}_{7/2}$. El nivel $^4\text{F}_{7/2}$ del Er^{3+} relaja no-radiativamente al multiplete $^2\text{H}_{11/2}; ^4\text{S}_{3/2}$, y su decaimiento radiativo al fundamental genera la emisión verde, y la conexión no-

radiativa puebla el nivel de emisión de la banda roja $^4F_{9/2}$. Por tanto, con estos cristales es posible generar simultáneamente tres colores fundamentales a temperatura ambiente en configuración guiada, sin deterioro por efecto de daño fotorrefractivo.

5.- Guías electro-ópticas: moduladores Mach-Zehnder

La modulación óptica puede realizarse a través del efecto electro-óptico (EO), utilizando una configuración de interferómetro Mach-Zehnder (MZ). Un interferómetro MZ integrado consiste en dos uniones Y enfrentadas y unidas a través de dos ramas paralelas, donde se colocan electrodos metálicos a ambos lados de las ramas para producir un cambio de fase relativo $\Delta\phi$ a través del efecto EO (figura 7).

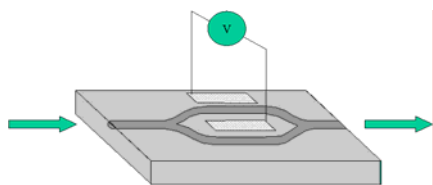


Figura 7.- Esquema de un modulador MZ integrado.

La intensidad de salida tiene una dependencia de la forma:

$$I_{out} = I_{in} \cos^2(\Delta\phi/2)$$

$$\Delta\phi = 2\pi L \Delta n_e / \lambda$$

$$\Delta n_e = n_e r_{33} E_z / 2$$

donde L es la longitud del electrodo, n_e el índice de refracción extraordinario, λ la longitud de onda, r_{33} el correspondiente coeficiente electro-óptico, y E_z el campo aplicado. En nuestro caso el ángulo de las uniones es de 2° , y la longitud de las ramas paralelas de 11 mm,

estando separadas 50 μm . Los electrodos metálicos, de aluminio evaporado de 3000 \AA de espesor, están separados una distancia g de 22 μm y tienen una longitud L de 10 mm. Por otro lado, las guías se diseñan para que sean monomodo a $\lambda=1550$ nm. Los electrodos se conectan a un cable coaxial con microsoldaduras.

La figura de mérito más relevante de un modulador es el producto del voltaje aplicado necesario para conseguir un desfase de π radianes por la longitud del electrodo. En el caso de moduladores integrados este producto viene expresado por:

$$V_\pi L = \lambda g / n_e^3 r_{33} \Gamma,$$

donde Γ expresa el solapamiento entre el campo óptico y el eléctrico. Con este diseño, se ha conseguido modulación electro-óptica con un valor de $V_\pi L$ de 8 V, valor que está de acuerdo con los parámetros de diseño ópticos y eléctricos del modulador [9].

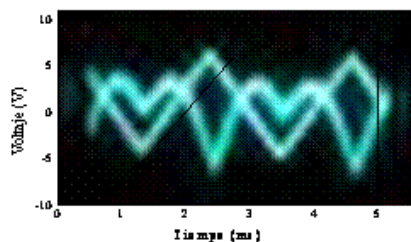


Figura 8.- Respuesta eléctrica del modulador EO integrado.

Para caracterizar el modulador, se inyecta luz en la guía de entrada por medio de objetivos de microscopio, y se detecta a la salida con un detector rápido. Al aplicar tensión a los electrodos procedente de un generador de señal se observa en el osciloscopio una señal como la presentada en la figura 8, donde se ha superpuesto la señal de modulación (triangular) con la señal procedente del detector.

6.- Conclusiones

Se han fabricado diversos dispositivos fotónicos integrados activos, funcionales y no-lineales usando cristales de LiNbO_3 por medio de la tecnología de difusión de Zn desde la fase vapor. Utilizando cristales impurificados con iones Nd^{3+} se ha demostrando operación láser en el IR sin deterioro de daño fotorrefractivo, operando a temperatura ambiente. Por otro lado, utilizando substratos periódicamente polarizados e impurificados con iones Er^{3+} e Yb^{3+} se ha conseguido un dispositivo integrado que emite en tres colores simultáneamente. Por último, se ha diseñado y construido un modulador electroóptico basado en interferómetros Mach-Zehnder integrados que operan con bajos voltajes de modulación y alta respuesta en frecuencia.

La difusión de Zn pues ha mostrado ser una técnica versátil en la fabricación de dispositivos fotónicos integrados en cristales de LiNbO_3 , tanto en substratos puros como impurificados. Nuevos dispositivos, que incluyen moduladores acustoópticos y biosensores, están en fase de desarrollo utilizando esta tecnología.

Agradecimientos

Este trabajo ha sido subvencionado por los proyectos MOISES (MAT2005-05950), del Ministerio de Educación y Ciencia (España), y MICROSERES (S-0505/TIC/0191) de la Comunidad Autónoma de Madrid.

Bibliografía

- [1]. G. Lifante, en "Integrated Photonics: Fundamentals". Ed. Wiley & Sons. Chichester, Reino Unido, 2003.
- [2]. Ed. L. Wooten y col., "A review of lithium niobate modulators for fiber-optic communications systems", IEEE J. Select. Topics in Quantum Electron. 6, 69-82 (2000).
- [3]. H. Suche, T. Oessselke, J. Pandavenes, R. Ricken, K. Rochhausen, W. Sohler, S. Balsamo, I. Montrosset y K.K. Wong, "Efficient Q-switched Ti:Er:LiNbO_3 wave-guide laser", Electron. Lett. 34, 1228-1230 (1998).
- [4]. R. V. Schmidt y I.P. Kaminov, "Metal diffused optical waveguides in LiNbO_3 ", Appl. Phys. Lett. 25, 458-460 (1974).
- [5]. P. L. Pernas, M. J. Hernández, E. Ruíz, E. Cantelar, R. Nevado, C. Morant, G. Lifante y F. Cussó, "Zn-Vapor Diffused Er:Yb:LiNbO_3 Channel Waveguides Fabricated by means of SiO_2 Electron Cyclotron Resonance Plasma Deposition", Applied Surface Science 161, 123-130 (2000).
- [6]. R. Nevado y G. Lifante, "Low-Loss, Damage-Resistant Optical Wave-guides in Zn-Diffused LiNbO_3 by a Two-Step Procedure", Applied Physics A 72, 725-728 (2001).
- [7]. R. E. Di Paolo, E. Cantelar, P. L. Pernas, G. Lifante y F. Cussó, "Continuous Wave Waveguide Laser at Room Temperature in Nd^{3+} -doped Zn:LiNbO_3 ", Applied Physics Letters 79, 4088-4090 (2001).
- [8]. E. Cantelar, G.A. Torchia, J.A. Sanz-García, P.L. Pernas, G. Lifante y F. Cussó, "Red, Green and Blue Simultaneous Generation in Aperiodically-Poled Zn-Diffused $\text{LiNbO}_3\text{:Er}^{3+}\text{/Yb}^{3+}$ Nonlinear Channel Waveguides", Applied Physics Letters 83, 2991-2993 (2003).

- [9]. Suárez, P. L. Pernas y G. Lifante, “Fabricación, caracterización y modelado de interferómetros Mach-Zehnder integrados en guías de onda de $\text{LiNbO}_3\text{:Zn}$ ”, 4ª Reunión Española de Optoelectrónica, OPTOEL'05 (Elche, España).

Sensores Optoelectrónicos aplicados a la biología

Optoelectronics Sensors applied to biology

L.M. Lechuga^{(1)*}, E. Mauriz⁽¹⁾, B. Sepúlveda⁽¹⁾, J. Sánchez del Río⁽¹⁾, A. Llobera⁽²⁾,
A. Calle⁽¹⁾ and C. Domínguez⁽²⁾

Grupo de Biosensores

⁽¹⁾Instituto de Microelectrónica de Madrid (IMM). Centro Nacional de Microelectrónica, CSIC.
Isaac Newton, 8. PTM. 28760 Tres Cantos, Madrid, Spain.

⁽²⁾Instituto de Microelectrónica de Barcelona (IMB). Centro Nacional de Microelectrónica, CSIC.
Campus UAB. Bellaterra, Barcelona, Spain.

*Email: laura@imm.cnm.csic.es

Resumen.- Este trabajo es una revisión de dos mecanismos diferentes de biosensado óptico (detección mediante ondas evanescentes) que pueden implementarse en una plataforma tecnológica de multisensado: resonancia de plasmones superficiales, y biosensado optoelectrónico usando interferómetros Mach-Zehnder integrados. En este segundo caso, el uso de la tecnología estándar de microelectrónica de silicio abre la posibilidad de la integración de las funciones ópticas, fluidicas y electrónicas en un único circuito sensor, dando lugar a una solución de diseño completo de laboratorio en un chip (lab-on-a-chip)

Abstract.- The present article reviews two different optical biosensing mechanisms (evanescent wave detection) that can be implemented in a multibiosensor technology platform: surface plasmon resonance, and optoelectronic biosensing using integrated Mach-Zehnder interferometer devices. In the last case, the use of standard silicon microelectronics technology opens the possibility for integration of optical, fluidics based and electrical functions within a single optical sensing circuit leading to a complete lab-on-a-chip design solution.

1.- Introduction

Optical biosensors are providing an increasingly impact analytical technology for the detection of biological and chemical species [1,2]. Most of the integrated optical sensors make use of the evanescent field detection principle for sensing [2]. In an optical waveguide the light travels inside the waveguide, confined within the structure by Total Internal Reflection (TIR). The light is transmitted through a model of the electromagnetic field called "guided modes". Although light is confined inside those

modes, there is a part of it (evanescent field, EW) that travels through a region that extends outward, around a hundred of nanometers, into the medium surrounding the waveguide (see figure 1). This EW field can be used for sensing purposes. When a receptor layer is immobilized onto the waveguide, as it is shown in figure 1, exposure of such a surface to the partner analyte molecules produces a (bio)chemical interaction that takes place into the surface of the waveguide and induces a change in its optical properties that is detected by the evanescent

wave. The extent of the optical change will depend on the concentration of the analyte and on the affinity constant of the interaction, obtaining, in this way, a quantitative sensor of such interaction. The evanescent wave decays exponentially as it penetrates the outer medium and, therefore, only detects changes that take place on the surface of the waveguide, because the intensity of the evanescent field is much higher in this region. For that reason it is not necessary to carry out a prior separation of non-specific components (which is necessary in conventional analysis) because any change in the bulk solution will hardly affect the sensor response. In this way, evanescent wave sensors are selective and sensitive devices for the detection of very low levels of chemicals and biological substances and for the measurement of molecular interactions *in-situ* and in real time [1, 2]. The advantages of the optical sensing are significantly improved when this approach is used in an integration schema [2]. The technology of integrated optics allows the integration of many passive and active optical components (including fibres, emitters, detectors, waveguides and related devices, etc...) onto the same substrate, allowing the flexible development of miniaturised compact sensing devices, with the additional possibility of fabrication of multiple sensors on one chip.

2.- Surface Plasmon Resonance Biosensor

One of the best known and more developed EW biosensor is the Surface Plasmon Resonance (SPR) sensor [3], because of its sensibility and simplicity as can be seen in figure 2. Surface plasmons are elementary excitations, which result from a collective oscillation of the free-electron plasma at a metaldielectric film interface. In

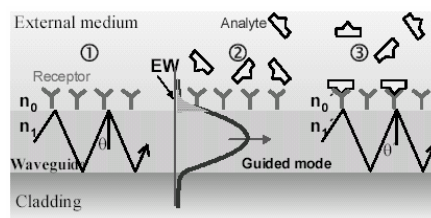


Figure 1.- Biomolecular interaction sensing by the evanescent wave detection principle in an optical waveguide sensor.

a SPR sensor a thin metal film (usually Au) is evaporated on the dielectric material surface. The sensing mechanism is based on variations of the refractive index of the medium adjacent to the metal sensor surface during the interaction of an analyte to its corresponding receptor, previously immobilized at the sensor surface in the region of the evanescent field. The recognition of the complementary molecule by the receptor causes a change in the refractive index and the SPR sensor monitors that change. After the molecular interaction, the surface can be regenerated using a suitable reagent to remove the bound analyte without denaturing the immobilized receptor.

We have developed a portable SPR sensor prototype (see figure 3) as a highly sensitive field analytical method for environmental monitoring. As a proof of its utility towards detection of pathogens, we have determined several pesticides, as the chlorinated compound DDT, and the neurotoxins of carbamate type (carbaryl) and organophosphorus type (chlorpyrifos). For the determination of these compounds a binding inhibition immunoassay, consisting of the competitive immunoreaction of the unbound antibody present in an analyte-antibody mixture with the hapten derivative immobilized at the sensor surface, has been applied. With the aim of assuring the regeneration and

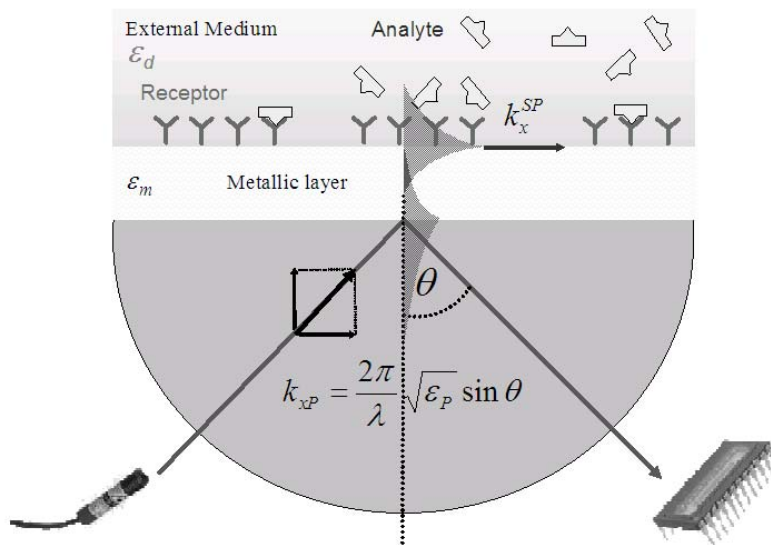


Figure 2.- Scheme of the working principle of a Surface Plasmon Resonance Biosensor

reusability of the surface without denaturation of the immobilized molecule, the formation of an alkanethiol monolayer was carried out to provide covalent attachment of the ligand to the functionalized carbodiimide surface in a highly controlled way.

For DDT, the assay sensitivity was evaluated in the 0.004-3545 µg/l range of pesticide concentration by the determination of the limit of detection (0.3 µg/l) and the I_{50} value (4.2 µg/l). For carbaryl, the dynamic range of the sensor is 0.12-2 µg/l, with an I_{50} value for standards in buffer of 0.38 µg/l and a detection limit of 0.06 µg/l. Likewise the immunoassay for chlorpyrifos determination, afforded a high sensitivity (I_{50} = 0.11 µg/l) working in the 0.02-1.3 µg/l range. As an example, figure 4 shows the calibration curve obtained from the pesticide chlorpyrifos [2].

The performance of the inhibition immunoassay enables the SPR biosensor to



Figure 3.- Portable SPR sensor prototype system including sensor, optics, electronics and flow delivery system. Commercialized by Sensia, S. L.

monitor the immunoreaction between the hapten immobilized on the sensor surface and the monoclonal antibody, from the incubation of a mixed antibody-analyte solution. In addition, the reusability of the sensor was demonstrated after 250 assay cycles, without

significant variations of the average maximum signal. The reusability of the sensor combined with the small time of response (approximately 15 min), makes the SPR immunosensing a valuable method for real-time and label-free analysis of environmental samples. This immunosensing technique together with the portable surface plasmon resonance sensor developed can be applied as a fast and cost-effective field-analytical method for the monitoring of any chemical and biological compound if the corresponding receptor is available.

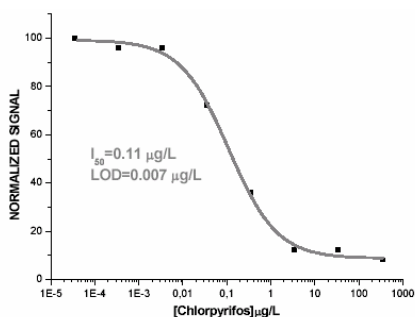


Figure 4.- Calibration curve for the immunoassays determination of Chlorpyrifos by SPR

3.- Integrated Mach-Zehnder Interferometers

In an interferometer (see Figure 5) two light beams of equal intensity are made to travel across two areas of a waveguide (one is the sensor and the other is the reference) and finally they are combined, creating an interference pattern. When a biochemical reaction takes place in the sensor area, only the light that travels through this arm will experience a change in its effective refractive index. At the sensor output, the intensity of the light shows a sinusoidal variation that depends on the difference of the effective refractive indexes

of the sensor and reference arms (Δn) and on the interaction length (L) and can directly related to the concentration of the analyte to be measured [4].

The interferometric sensor platform is highly sensitive and is the only one that provides with an internal reference for compensation of refractive-index fluctuations and unspecific adsorption. Interferometric sensors have a broader dynamic range than most other types of sensors and show higher sensitivity as compared to other integrated optical biosensors. Due to the high sensitivity of the interferometer sensor the direct detection of small molecules (as for example environmental pollutants where concentrations down to 0.1 ng/ml must be detected) would be possible with this device. Detection limit is generally limited by electronic and mechanical noise, thermal drift, light source instabilities and chemical noise. But the intrinsic reference channel of the interferometric devices offers the possibility of reducing common mode effects like temperature drifts and non-specific adsorptions. Detection limit of 10^{-7} in refractive index (or

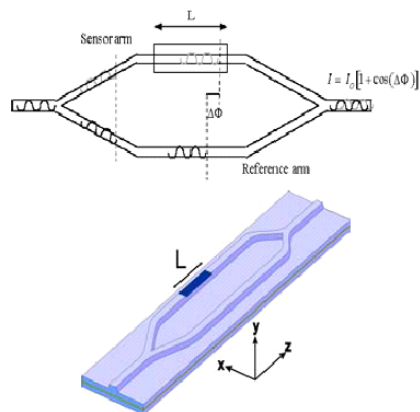


Figure 5.- Mach-Zehnder interferometer configuration and working principle

better) can be achieved with these devices which opens the possibility of development of highly sensitive devices, for example, for extreme protein concentration determination (femtomolar) in a direct way [4].

We have fabricated two integrated Mach-Zehnder interferometric devices using two technologies: (a) a MZI Microdevice based on ARROW waveguide [5]; (b) a MZI Nanodevice based on TIR waveguides [6].

3.a.- MZI Microdevice based on ARROW waveguide

For the development of a highly sensitive integrated optical sensor based on the Mach-Zehnder interferometer configuration it is necessary to design optical waveguides that verify two conditions: monomode behaviour and high surface sensitivity. ARROW (Anti Resonant Reflecting Optical Waveguides) structures based on Silicon technology meet these requirements. This optimised waveguide consist on a rib-ARROW structure with a silicon oxide core layer ($n_{\text{core}}=1.485$) and thickness higher than $2\text{ }\mu\text{m}$; a silicon oxide second cladding layer with a refractive index of 1.46 and a fixed thickness of $2\text{ }\mu\text{m}$ and a silicon nitride first cladding layer, $0.12\text{ }\mu\text{m}$ thick, with a refractive index of 2.00. The waveguide is overcoated with a thin silicon nitride layer ($n_{\text{ov}}=2.00$) and with a silicon oxide layer ($n=1.46$) with a thickness of $2\text{ }\mu\text{m}$. The rib depth is 60% of the core thickness and the rib width should be lower than $8\text{ }\mu\text{m}$ to obtain single-mode behaviour [5].

3.b.- MZI Nanodevice based on TIR waveguide

The basis of the TIR structure is: (i) a Si wafer, (ii) a $2\text{ }\mu\text{m}$ thick thermal Silicon-Oxide layer ($n=1.46$), (iii) a LPCVD Silicon Nitride layer of 100 nm thickness ($n=2.00$), which is used as a guiding layer. To achieve mono-

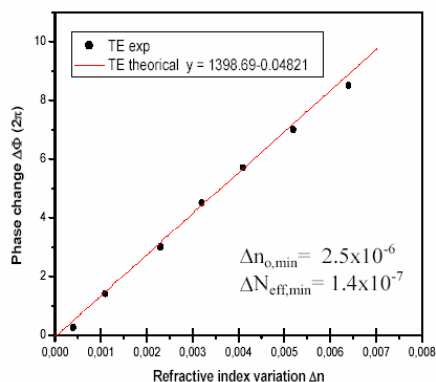


Figure 6.- Sensitivity evaluation of a TIR-MZI nanodevice by using glucose solutions of varying refractive indices.

mode behaviour is needed to define a rib structure, with a depth of only 4 nm by a lithographic RIE step. Finally, a Silicon-Oxide protective layer is deposited by LPCVD over the structure with a $2\text{ }\mu\text{m}$ thickness ($n=1.46$), which is patterning and etching by RIE to define the sensing arm of the interferometer.

For evaluating the sensor sensitivity a calibrating curve was recorded using solutions with different refractive indexes, as is depicted in figure 6 for a TIR-MZI device. For the TIR device [6], the lower detection limit measured was $\Delta n_{o,\text{min}} = 2.5 \cdot 10^{-6}$ that means an effective refractive index of $\Delta N = 1.4 \cdot 10^{-7}$. For the ARROW-MZI devices⁵, a minimum detectable refractive index variation of $\Delta n_{o,\text{min}} = 2 \cdot 10^{-5}$ was obtained. We have applied the MZI biosensors (ARROW and TIR) for the detection of the insecticide carbaryl [2] and detection of DNA hybridisation. Some of the results can be observed in figure 7.

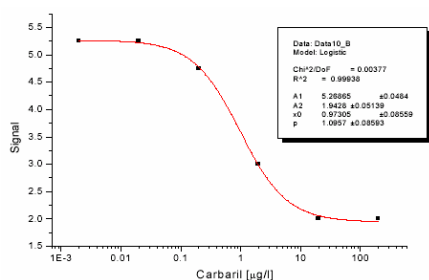


Figure 7.- Calibration curve for the pesticide carbaryl determination by MZI biosensing. Lower limit of detection is 0.2mg/L.

4.- Conclusions

We have presented the development of different optical biosensor platforms: a portable Surface Plasmon Resonance Sensor (actually in commercialization) and an integrated Mach-Zehnder interferometer device made on Si technology. The feasibility of the different biosensors platforms have been proved by the immunological recognition of several pesticides, as the chlorinated compound DDT, and the neurotoxins of carbamate type (carbaryl) and organophosphorus type (chlorpyrifos). These results open the way for further development of portable and multianalyte platform for the detection of several biological molecules of interest in-situ and in real-time.

References

- [1]. F.S. Liegler and C.R. Taitt (eds.), "Optical Biosensor: Present and future", Elsevier, Amsterdam (NL), (2002).
- [2]. L. M. Lechuga, "Optical Biosensors", in "Biosensors and Modern Biospecific Analytical Techniques", Ed. L. Gorton. Elsevier Science BV. Amsterdam (2005).
- [3]. J. Homola, "Present and future of surface plasmon resonance biosensors", Anal. Bioanal. Chem. 377, 528-539 (2003).
- [4]. L.M. Lechuga, F. Prieto and B. Sepúlveda, "Interferometric Biosensors for environmental pollution detection", In Optical Sensors for Industrial, E (2003). Springer.
- [5]. F. Prieto, A. Llobera, A. Calle, C. Domínguez, L. M. Lechuga, "Design and analysis of silicon antiresonant reflecting optical waveguides for highly sensitive sensors", J. Light-wave Tech. 18 (7), 966-972 (2000).
- [6]. F. Prieto, B. Sepúlveda, A. Calle, A. Llobera, C. Domínguez, A. Abad, A. Montoya, L. M. Lechuga, "An integrated Optical interferometric Nanodevice based on silicon technology for biosensor applications", Nanotechnology 14, 907 (2003).

Tecnologías de sensores fotónicos: técnicas y tendencias
Photonic Sensing Technologies: Successful Techniques and Trends

J.M. López-Higuera, A. Cobo, O.M. Conde, M. Lomer, F.J. Madruga, M.A. Quintela,
A. Quintela, D.A. González*

Photonic Engineering Group of the University of Cantabria,
Avda, Los Castros s/n, E-39005, Santander, Spain.

**Email: lopezhjm@unican.es*

Resumen.- La tecnología de sensores fotónicos se está empleando ya actualmente, y lo hará en el futuro, en un amplio rango de aplicaciones, ya que presentan ventajas técnicas frente a las técnicas tradicionales o, en ocasiones, representan la única solución práctica. En este trabajo se presenta la situación actual del mercado, los conceptos clave de la tecnología, las técnicas de más éxito (tanto de contacto como sin contacto), así como las perspectivas de futuro.

Abstract.- *Photonic Sensing Technology is currently being used and will be used in the future in a wide number of applications because its properties present technical advantages over traditional techniques or, sometimes, is practically the only feasible solution. In this paper, the situation of the market, key basic concepts of the technology, successful techniques (both contact and non contact) and a prospective of future hot topics will be addressed*

1.- Introduction

The photonics field must be understood as the set of techniques and scientific knowledge which are applied to the generation, propagation, control, amplification, detection, storage and processing of signals of the optical spectrum, along with their technologies and derived uses.

It can also be deduced that the Photonics field can be divided into several areas and that, in many cases, Electronics and Photonics overlap. There are cases where electrons control photons as there are others in which photons control electrons. Therefore, 'complementary harmony' can exist between Electronics and Photonics.

Within the Photonics field there is an area in which the above-mentioned complementary harmony between both fields is very clear and contributes to enhance the behavior

that could now be achieved together: the Photonic Sensing Technology area, in which Optical Fiber Sensing Technology is include.

In order to increase the level and quality of people's lives, and to help them in their current occupations, the measurement, monitoring, and control of measurands are obvious requirements. To achieve this, it is necessary to develop the capacity to capture, quantify and translate physical and chemical magnitudes to another domain, normally electrical. Sensors, in general, are the devices developed for carrying out these tasks. In this paper, the situation of the market, key basic concepts of the technology, successful techniques (both contact and non contact) and a prospective of future hot topics will be addressed.

2.- Optical fibre sensors?

It can be said that a sensor system or sensor is usually made up of a transducer

device, a communication channel and an optoelectronic unit, all of these being either integrated or not. If luminous radiation is used in any of the subsystems, the photonic system is understood to be a Photonic Sensor (PS) or, as is also commonly referred, Optical Sensor (OS), in which the transducer is the subsystem that usually determines and characterizes the sensor (figure 1).

In general terms, a Photonic/Optical Sensor can be considered as a photonic system of which the measured object magnitude (measurand) or input signal (V_i), introduces modifications or modulations in some of the characteristics of the light in an optical system. After being detected, processed and conditioned, the system will deliver an output signal (V_o), usually in the electric domain, which will be a valid reproduction of the object variable. The transmitted or reflected light can be modulated by the measurand or modulating signal in its amplitude, phase, frequency or polarization characteristics. In accordance with this concept, if any of the processes or parts use fibre-optic technology, a sub-division of OS known as Fiber/Fibre Optic Sensors (FOS), or Optical Fiber/Fibre Sensors (OFS), is created [1].

2.1 Sensor Types

Fibre sensors can be classified according to the magnitude to be measured, their spatial distribution, the nature of the transduction, the modulation principle and the technology used:

Domain and type of the Magnitude.

According to the domain and type of the magnitude to be measured, sensors can be classified in: a) Mechanical; b) Thermal; c) Electromagnetic; e) Chemical composition; f) Flow and Turbulence of Fluids; g) Typical Magnitudes in the Biomedical field.

Spatial distribution of the measurand.

As it is illustrated in figure 2, fibre optic sensors can belong to one of the following four types: i) Point, when the measurement is carried out at discrete points accessed by different channels. In other words, each sensor detects at only one point; ii) Integrated, when the measurement is integrated from all the values of the object variable contributing to only one resultant value; iii) Distributed, when they can measure the value of the state of the measurand along a line with a given spatial resolution. The optical fibre acts, simultaneously, as transducer and communication channel; iv) Quasi-distributed,

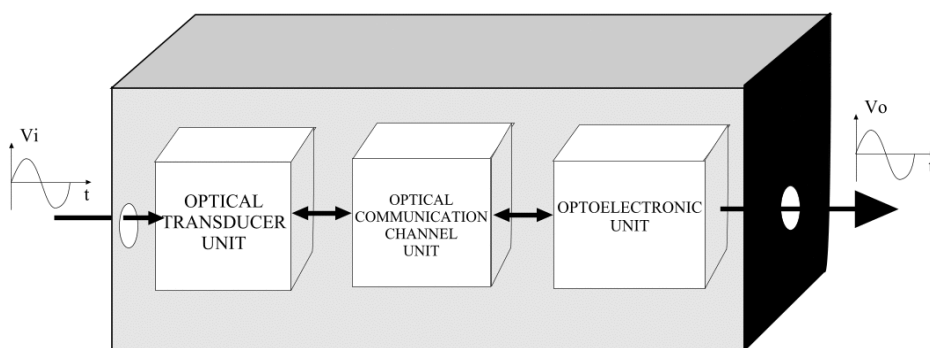


Figure 1.- Conceptual illustration of the three main blocks of an Optical Sensor: i.- optoelectronic unit; ii.- optical channel; and iii.- optical transducer.

have the capacity to measure the value of the state of the variable at discrete points of space situated in a single optical channel. It is possible to noticeably increase the number of measurement points using optical multiplexing techniques.

According to the nature of the transduction. Optical fibre sensors can be typified into two groups: a) Intrinsic: optical sensors/transducers in which the optical waveguide is used to carry out the transduction by modifying, in some way, its intrinsic transmission or reflection characteristics depending on the magnitude to be measured. b) Extrinsic: sensors/transducers in which the interaction between light and the measurand is produced in an external optical device.

Measurand modulation. The optical sensors/transducers can be classified in four types: i) Amplitude Sensors or Intensity-modulated sensors, in which the magnitude to be measured modifies the optical intensity transmitted by the fibre; ii) Phase or interferometric sensors in which the variable to be measured causes a modulation in phase

of the luminous radiation in the transducer; iii) Polarimetric sensors in which the variable to be measured modulates the polarization of the light. An example is electric-current measurements based on the Faraday effect; iv) Spectroscopic sensors in which the object variable modulates the spectrum of the optical radiation.

Manufacturing technology of the transducer. According to the manufacturing technology of the transducer, the optical sensors can be of: a) Optical Fibre Technology. Those in which the optical devices (eg. Waveguides such as those in the previous section) are optical fibres. Sensors made with optical fibre technology; b) Integrated Optic Technology. Those where the optical devices made using integrated optic technology; c) Integrated Opto-electronic. Those which ‘harmoniously’ combine photonic devices (optical, opto-electronic), and even electronic devices; d) Hybrid Optic Technology. Those which harmoniously combine photonic and/or electronic parts or devices in different technologies (fibre and/or integrated) on the same substrate.

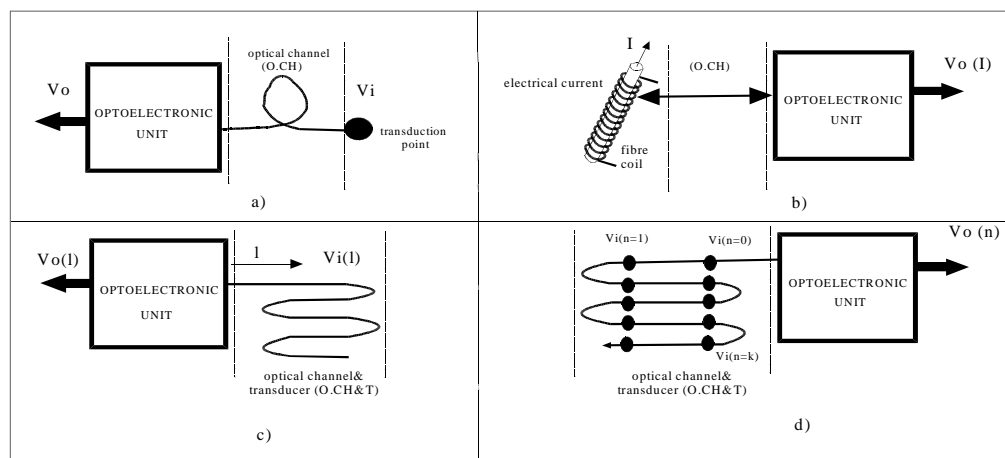


Figure 2.- Optical fibre sensor types according to the spatial distribution of the measurand. a) Point; b) Integral; c) Distributed; d) Quasi-distributed. (After [1]).

3. Market situation

According to very recent data from Optoelectronic Industry and Development Association (OIDA) in general terms the market of Photonics was of \$139B, \$187B and in 1997 and 2000 respectively. In 2004 the photonics market was 61% related with computer products, 30% related with consumer and the 9% related with communications. Removing the Bubble (1999-2002) from the photonics Market History, the overall photonics market show a Sustainable average annual growth rate (AAGR) was about the 12%. According to OIDA the Photonics market will be of about \$0.5T for 2010 and about \$1T for 2015 what is, really, a very important expected market for the near future. Inside this impressive general Market growth there are areas in which the annual growth is very important being photonics sensing area include among the mentioned. The expected growth per annum of fibre sensing area is higher that 100%.

According to the mentioned OIDA study the areas dotted of major growths and hence areas in which to invest R&D resources are Security, Aerospace, Ship-board, Wells, and power and Pipe lines, to mention the more significatives.

4. Succesful sensing Techniques

In near 3 decades a very wide number or techniques and approaches have been presented to measures a very wide set of measurands in not a less wide number of sectors of application. However, in the following lines a very brief review of some of the most successful techniques used will be addressed. They will be structured regarding the fiber structure employed in the transducer and they will be illustrated with a carefully selected example.

4.1.- Long transducers for elongation measurements

Several approaches have been tested for measuring the integral elongation of a

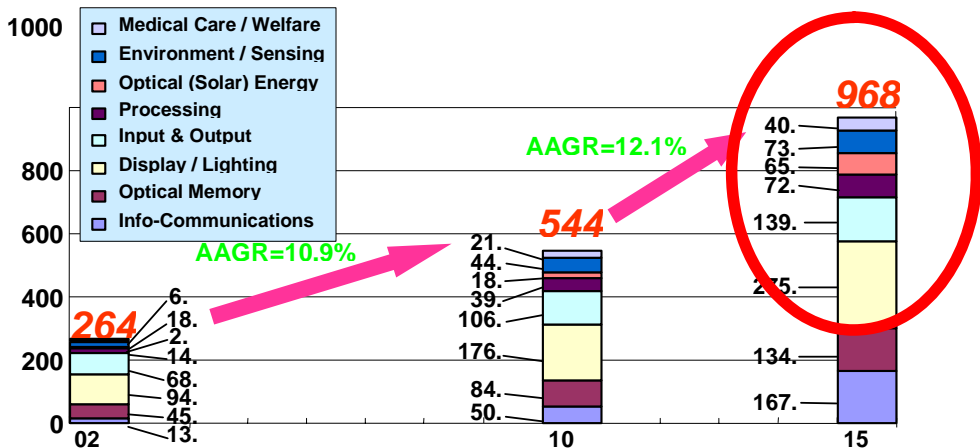


Figure 3.- Prospects of OE World Market (billion USD). AAGR: average annual growth rate.
Source: <http://www.oitda.or.jp/main/syourai04-j.html>

\$ Millions

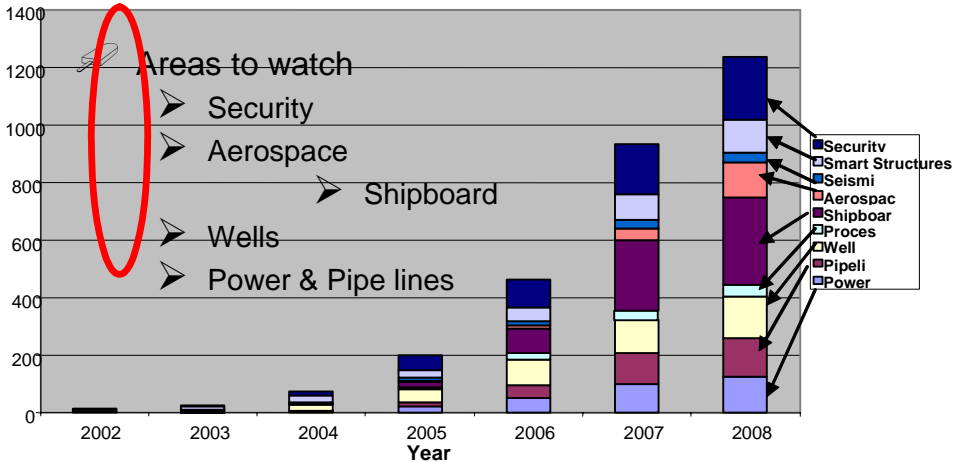


Figure 4.- Expected evolution of the optical fibre sensor market.source: d. krohn light wave venture,OIDA.

structure using long fiber gauges. Typically, these kind of transducers are useful to measure the structural integrity of structures in a wide set of application sectors including architectural heritage and civil engineering applications [6,7]. When long gauge transducers are required, in the recent years, the most successful technology had been the SOFO system which functional principle is schematized in Figure 3. The transducer consists of a pair of single-mode fibres installed in the structure to be monitored. One of the fibres, called measurement fibre, is in mechanical contact with the host structure itself. It is attached to it at its two extremities and pre-stressed in-between. On the other hand, the other fibre, the reference fibre, is placed loose in the same pipe.

To make an absolute measurement of this path unbalance, a low-coherence double Michelson interferometer is used. The first interferometer is made of the measurement

and reference fibres, while the second is contained in the portable reading unit. This second interferometer can introduce, by means of a scanning mirror, a well-defined path unbalance between its two arms. The precision and stability obtained by this set-up have been quantified in laboratory and field tests to be 2 micron, independently from the sensor length over more than one year. Even a change in the fibre transmission properties does not affect the precision, since the displacement information is encoded in the coherence of the light and not in its intensity. Since the measurement of the length difference between the fibres is absolute, there is no need to maintain a permanent connection between the reading unit and the sensors.

The SOFO system was developed at the IMAC laboratory of the Swiss Federal Institute of Technology in Lausanne (EPFL) and is commercialized by SMARTEC SA [7].

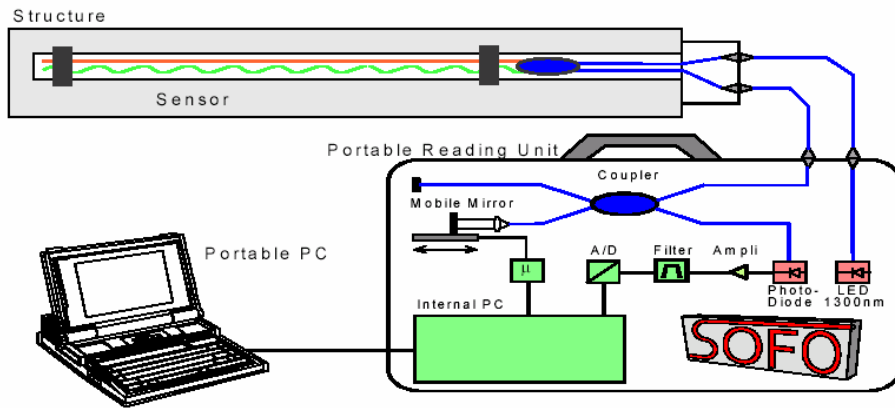


Figure 5.- Setup of the SOFO system. Courtesy of SMARTECH

Gratings – Type	Applications
Fiber Bragg Gratings (FBGs)	Strain and temperature sensors Pressure sensors Acceleration sensors Ultrasound sensors Mechanical load sensors Gas detection sensors (e.g. hydrogen) Extensometers Electromagnetic field sensors Reflection elements in interferometric sensors arrays
Fiber Bragg Grating Laser Sensors (FBGLS)	Novel, compact hydrophones Acoustic emission sensors for NDE
Long Period Gratings (LPGs)	Bend sensors Chemical sensors Broadband source filters
Pi – Phase Shifted Gratings	Transverse load sensing
Chirped Gratings	Strain Sensing FBG demodulation

Table I.- Summary of potential sensing applications of various types of fiber gratings.

4.2.-In-fibre gratings

Gratings written in the core of optical fibres are one of the more intensively studied structures because of their great possibilities to create devices for both sensing and telecommunication applications [7,9,10]. Their optical, mechanical and environmental (in wide sense) behaviors, among others, were studied both as a base for transducers and/or as a base for optical devices for optoelectronic units or optical communications systems or subsystems [11-17].

In sensing, both short period (Bragg) and long period (period much longer than the wavelength of the light) are used. The first one because of their capability to measure both the strain and temperature of the structure (and an ample variety of indirect measurands). Besides, they are also widely used because of their ability to create tunable filters, and for their multiplexing capabilities. Long period gratings are used because of its high sensitivity to the cladding modes (among others). In table I a list of the main applications of gratings is summarized. As can be deduced from table I and, with far more detail in [18], this technology can be

used in aerospace, medical, biomedical, environmental applications, electric power energy, and in military and civil engineering applications sectors.

A complete civil structure monitoring system fully designed, developed, in-laboratory and in-field tested system can be found in [19]. A detail of the embedding process of a fiber Bragg grating transducer installed in las Navas Bridge of the A8 highway in Cantabria, Spain, is shown in figure 4.

Despite of its relative novelty, fibre grating technology is enough mature and several sensing companies have their core business centred in it, [20]. New studies looking for new effects and structures continue [21,22].

4.3 .-Fabry-Perot cavities

Fabry-Perot cavities (both passive and active) have been very successfully used in sensing applications exploiting measurand-induced changes in one of their cavity parameters. They can be used both as the basis for the transducer mechanism or as fixed or tunable devices in the optoelectronic unit. The cavity can be active, for instance integrating a fibre laser sensor, or passive. One very well tested approach is the Extrinsic

Fabry-Perot Interferometers (EFPI's) that is constituted by a capillary silica tube containing two cleaved optical fibres facing each other, but leaving an air gap of a few microns or tens of microns between them. When light is launched into one of the fibres, a back-reflected interference signal is obtained. This is due to the reflection of the incoming light on the glass-to-air and on the air-to-glass interfaces. This interference can be demodulated using coherent or low-coherence techniques to reconstruct the changes in the fibre spacing [23]. This structure were used in a wide set of applications to measure an ample set of measurands. For instance in [24,25] a sensor head for long-term high-precision strain measurements of very small deformations of a mechanical diaphragm and in [26], a fiber-optic strain sensor an in-vitro and in-situ immunoassay biosensor based on fibre optic Fabry-Perot interferometer are described, respectively. Because of its nano-size and high sensitivity to many parameters (strain, pressure, vibration, chemical-humidity, breathing, etc.) the FP cavities obtained by molecular self-assembly chemistry have obtained a special attention in the last decade [27, 28, 29]. Commercial FP transducers and devices can be found from several companies [30].

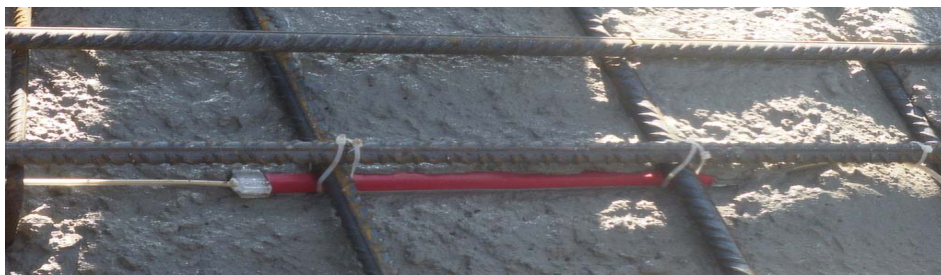


Figure 6.- Temperature and Strain grating Transducer being embedded in Concrete. Courtesy of the Photonic Engineering Group of the University of Cantabria.

4.4.-Sagnac interferometer

The well known Sagnac effect can be produced in a fibre loop that provides reciprocal optical paths for two counter-propagating beams inside it. After their interference, the relative phase difference can be measure being (the phase) function of the measurand [31]. Despite the fact that the Sagnac interferometer can be used to sense several measurands [32, 33] their major success has been obtained measuring rotation [34]. Fibre-optic gyroscopes (FOGs) have evolved steadily from laboratory demonstration to practical use. Since their operational principle for sensing inertial rotation is optical, not mechanical, they are inherently quick to start, resistant to shock and vibration, light, compact and long-lasting. These are very attractive features for many users of commercial gyroscopes.

Thanks to mass production technologies, cost effective FOG devices have provided being the interferometric gyroscopes with optical phase modulation (I-FOGs) the most well-established. In this particular case, the I-FOG can be classified in two types: open-loop and closed-loop. The open-loop I-FOGs are made solely of fibre-optic in-line devices; are simpler than other FOGs; and have already been used in a number of industrial systems. The closed-loop type essentially solves the limitations in linearity of the open-loop type and it has the advantage of wide dynamic range. Although their major applications in the aerospace, a summary of industrial applications addressed using FOG's is presented in table II [34].

	Applications	Navigation	Attitude measurement
Ground	Automobiles & Trucks	<ul style="list-style-type: none"> • Passenger car navigation • Commercial vehicle operation (Car location & report system) • Autonomous dump trucks 	<ul style="list-style-type: none"> • Vehicle dynamics study • Linear motion analysis • Antenna tracking
	Robots & machines	<ul style="list-style-type: none"> • Automatic sweepers • Forklift navigation 	<ul style="list-style-type: none"> • Leg-walk robots
	Railroads	<ul style="list-style-type: none"> • Train navigation 	<ul style="list-style-type: none"> • Inclination measurement (Rail maintenance)
Underground	Pipes	<ul style="list-style-type: none"> • Pipe-mapping (gas, power & communication cables) 	
	Tunneling machines		<ul style="list-style-type: none"> • North-finding
Marine	Ships	<ul style="list-style-type: none"> • Marine navigation 	
	Ship equipment		<ul style="list-style-type: none"> • Antenna tracking • Search-light stabilization
Airborne	Agriculture	<ul style="list-style-type: none"> • Unmanned airplane control 	<ul style="list-style-type: none"> • Helicopter attitude control
	Overhead power Cable		<ul style="list-style-type: none"> • Galloping measurement
	Cranes		<ul style="list-style-type: none"> • Cargo stabilization

Table II.- Industrial I-FOG applications

Despite this technology can also be considered mature, more efforts are still invested to improve its behaviours both in the signal processing and the fibre optic part of the system [35].

4.5.-Distributed sensing

Thanks to optical fibre properties in addition with advanced interrogation techniques, distributed sensing in which the fibre acts, simultaneously, as optical channel and distributed transducer is, today, a reality. It can be said that the fibre play the role of a "nerve" for materials and structures in which the fibre is embedded. Distributed optical-fibre sensor systems have and, undoubtedly, will have a large role to play in the monitoring and diagnostics of what can be called "smart materials and structures" [36].

Linear backscattering and, overall, non-linear back-scattering and non-linear forward-scattering (having their own special advantages and disadvantages) can be used to match the specific requirements of length and resolution of the measurand. Raman scattering (for temperature) and Brillouin scattering (for strain and/or temperature) or their combination [37] using time, frequency, polarization, or correlation domain techniques (continuous or pulsed) including several variants [38], are used to interrogate the distributed transducer [31, 39]. Distributed systems over larger distances (up to 100 km) [36] and special resolutions of 1 cm have already [40] been demonstrated. Due to their relevance in sensing, works are in course to improve their main technical characteristics [41, 42, 43]. Despite the importance of this technology to solve real problems and in spite of the important flux of ideas coming from the research centers, their commercialization has not reach the expected level yet. However, some companies are already offer-

ring some temperature and/or strain distributed systems [44].

4.6.-Others techniques and sensor networks

Other successful techniques and some words about fibre sensor nets will be included in this sub-section.

Other techniques: To measure electric currents and voltages Faraday, Pockels and EO Kerr effects have been commonly used [45]. Presently, research works are still aimed to improve the sensing systems performances [46, 47]. To detect and to measure gas concentrations the direct [48, 49, 50] or indirect interaction between incident light and gas, using gas sensitive materials, are successfully employed [51]. In conjunction with neural nets, pattern recognition and other techniques, optical spectrometric techniques have been used to detect chemical and biochemical compounds or materials, to characterise materials and to carry out quality control of products [52]. Fluorescence techniques are extensively used to measure chemical species for medical, biomedical and pollutants in environmental analysis [53, 54].

Sensor networks: To increase the number of sensing points (that contributes to decrease the per sensor cost figure and to reduce the number of deployed fibres) and to exploit the passive nature of the fibre, sensor networks, both passive and active, are designed and constructed [55]. Multiplexing allows the cost of the more expensive components to be shared by an array of sensors, reducing the per sensor cost of the system. A large number of multiplexing schemes have been developed including Spatial Multiplexing, Wave-length Division Multiplexing, Frequency Division Multiplexing, Time Division Multiplexing, Coherence Multiplexing and Hybrid approaches.

Optical amplification, both concentrated and distributed, decrease the optical losses and, hence, increase the number of multiplexed sensors [56, 57]. In particular, it must be mentioned that a great effort has been invested over the last two decades in acoustic sensor arrays for a number of applications including oil exploitation, smart wells, geophysics, harbour and airport monitoring and anti submarine warfare [58].

5. Hot topics for reserach

Within the above paragraphs above a very brief summary of the more successful and well established fiber sensing techniques has been presented. Now three hot topics will be pointed out.

5.1.-New techniques for Distributed Sensing

As mentioned before distributed sensing is, probably, the "star" technique in fiber optic sensing. However, up to now a few commercial companies are exploiting this technology because the current technology does not properly match the requirements of real applications yet.

Up to now, driven by optical telecommunications requirements, tremendous development of fibers and components has been done. However, for distributed sensing systems these fibres do not match the requirements to optimize the interaction between the fibre system and the measurand and, therefore, new fibres and coatings are needed. Additionally and "harmoniously" with the development of new fibers, new interrogation and processing techniques are required to obtain better spatial resolution, better precision and stability in conjunction with lower prices than those offered by the current technology.

5.2.-New Photonic Crystal Fibre Devices

Microstructured fibres known as photonic crystal fibres or holey fibres have attracted a great deal of attention for sensing technology in the last few years as was shown in the recent EWOFS and OFS conferences [59, 60, 61]. Because of their recent appearance in sensing, this technology was not included in the last subsection. Microstructured fibre technology with its lattice of air holes running along the length of the fibre has matured, and provides a large variety of novel optical properties and improvements compared to standard optical fibres. Due to the wavelength-scale periodically-arranged material, these structures provide a completely new means of fabricating tailored optical properties either using modified total internal reflection or the photonic bandgap effect [62]. In addition and as consequence of the numerous micro or even nano-scale structures and holes along the fiber, it is possible to obtain superior mode control, polarisation properties, and the potential of close interaction between optical fields and the material under test [63].

Two main features of microstructured fibres make these fibres attractive for sensing applications. The first feature is the possibility of obtaining long interaction lengths between light propagating in the fibre and very small volumes of gases or liquids positioned in the air holes. The second one is the freedom in the design of the fibre optical properties including the number of guiding cores.

Microstructured fibres can be used, among others, for:

i) Evanescent-wave sensing in which the strength of the evanescent field and the long interaction length makes index-guiding fibres interesting for evanescent wave sensing devices.

ii) Gas sensing, for which either index guided or the photonic band fibres can be used. The gas inside the holes interacts with the field confined inside the hole/s.

iii) Enhanced fluorescence biosensing in which the light guided by the core is used to excite the chromophore and the fluorescence emitted from the biomolecules is collected in the fibre.

iv) Bend sensing in which a deformation of the fibre introduces a phase shift between the beams propagating in the different cores, which can be deducted from the resulting interference pattern.

v) Grating based sensors using both long and short period grating structures in index-guiding micro-structured fibres. These fibres offer a significant interaction between the guided light and the gas, liquid or solid placed inside the holes irradiated by the evanescent field from the core, enabling changes in the behaviours of the gratings to be detected.

vi) Atom guides in which the atoms are guided through the central fibre-hole driven by a magnetic field produced by a current through wires placed in adjacent air holes.

vii) Non-linear properties using the strong confinement of the optical field within the core of index-guiding hollow fibers. This allows for strong nonlinear effects.

At this moment, very important research effort is being devoted to this technology because of their design flexibility offers a great number of potential applications both for future optical communications systems and for sensing sectors, among others. Research efforts to enable the development of fibres specifically designed to match given applications and with lower propagation losses are required.

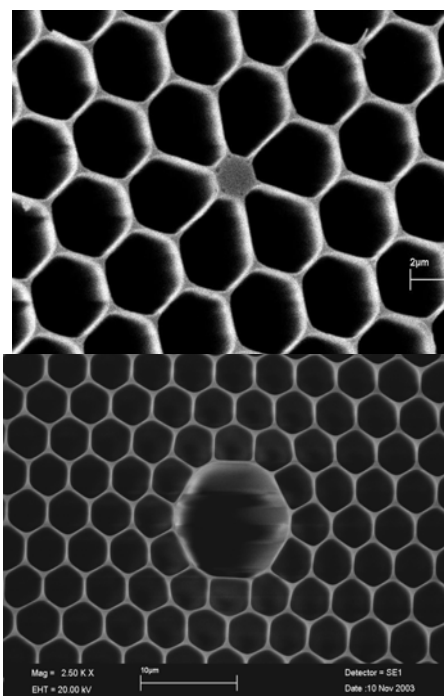


Figure7.- Index-guided and photonic band gap guided holey fibers respectively.
Courtesy of the ORC, UK.

5.3.-Optical Coherence Tomography

Optical coherence tomography (OCT) combines low-coherence interferometry with lateral point beam scanning to produce two- or three-dimensional images. The low (temporal) coherence is provided by a broadband light source and endows the technique with an axial optical sectioning capability- a 'coherence gate'. OCT's penetration of highly scattering tissues is limited to a few millimetres, which is lower than ultrasound, magnetic resonance imaging, and x-ray computed tomography, but its resolution for in vivo imaging is higher than these modalities, routinely at around 10 μm , sufficient to display clinically relevant morphology, and potentially around 1 μm

[64]. Because OCT enables ultrahigh resolution, polarization-sensitive, among others, biomedical imaging [64] very important recent works involving OCT have been carried out and others are in course [66, 67, 68].

After more than a decade of research, OCT is in the early phases of establishing a niche as a medical imaging technology for clinical use. It offers comparative advantages in imaging of the eye, primarily the retina, and endoscopic imaging of the gastrointestinal and cardiovascular systems. However, a wide number of difficulties have yet to be overcome and intense research both into the technology and into more advanced applications, many of which are in their infancy, will be invested in the near future.

5. Conclusions

After framed the fiber sensing technology as an area inside the photonic field some key fiber sensors concepts are stated. The photonics worldwide market was analyzed discovering very impressive expected markets of about \$ 0.5T and \$1T for 2010 and 2015 respectively. Among the photonics market the Optical Fibre sensors are very promised being expected annual growths higher of 100%. Then the most successful and mature techniques, based on the architecture of the transducer, are briefly presented. Finally, several hot fiber sensing topics in which intense R&D works will be invested in the near future are pointed out.

Acknowledgments

The author thanks to the Spanish Education and Science Ministry for funding their R&D activities through the projects TEC2004-05936-C02-02 The authors, also, thank to all members of the Photonic Engineering Group for their professional personal work and compromise to follow the

mission of the group. It is a pleasure to work with all of you.

References

- [1]. JM López-Higuera, Co-author and Editor, "Handbook of Optical Fibre Sensing Technology", 800 pages, Wiley&Sons, New York, 2002
- [2]. A. D. Kersey, "A review of recent developments in fiber optic sensor technology", Optical Fiber Technology, No. 2, p. 291-317, July 1996.
- [3]. Culshaw, Brian and Dakin, John, "Optical Fiber Sensors: vol.I, II, III, and IV", Artech House, Inc., 1996.
- [4]. Udd, Eric, Editor, "Fiber Optic Sensors" and Also "Fiber Optic Smart Structures", John Wiley & Sons, Inc. 1991 and 1195.
- [5]. Grattan K.T.V. and Meggitt B.T., "Optical Fiber Sensor Technology", Chapman &Hall, 1995.
- [6]. N.Casanova, D. Inaudi, "Inspection and monitoring of the architectural heritage", BergamoX, ISBN88-86475-67
- [7]. Daniel Inaudi, "Photonic Sensing Technology in Civil Engineering and Applications", chapter 25 of the Handbook of Optical Fibre Sensing Technology, Edit. JM López-Higuera, Wiley&Sons, New York, 2002.
- [8]. www.smartec.ch
- [9]. Kashyap, Raman, "Fiber Bragg Gratings", Academic Press, ISBN: 0-12-400560-8, 1999.
- [10]. Kashyap, Raman & López-Higuera, "Fiber Grating Technology: theory, photosensitivity, fabrication and characterization", Chapter 17 of the Handbook of Optical Fibre Sensing Technology, Wiley&Sons, New York, 2002.

- [11]. Y. J. Rao et al., "Long period grating for low cost-sensing", invited papers at OFS17, SPIE Vol. 5855, p. 13, 2005.
- [12]. David Webb, et al., "Sensing applications of long-period gratings in various fibre types", EWOF04. Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [13]. El Shazly Yehia et al., "Mechanical reliability of optical fibre for strain sensors", at OFS17, SPIE Vol. 5855, p.1044, 2005.
- [14]. A. Fernández Fernández et al., "Evaluation of long-period fiber grating temperature sensors in nuclear environments", Proceedings SPIE vol. 2004.
- [15]. Orlando Frazão, et al., "Simultaneous Measurement of Temperature and Strain using a step spectrum Profile Fibre Bragg Grating Arrangement", EWOF04. Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [16]. S.D. Dyer, "Fundamental limits in Bragg grating peak wavelength measurement", invited paper OFS17, SPIE Vol. 5855, p. 88, 2005.
- [17]. C. Jauregui et al., "Interrogation unit for fiber bragg grating sensors using a slanted fiber grating", Optics Letters, Vol. 29, p.676, 2003.
- [18]. Sandeep T. Vohra, "Optical fiber gratings Applications. Chapter 23 of the Handbook of Optical Fibre Sensing Technology", Edit. JM López-Higuera, Wiley&Sons, New York, 2002
- [19]. JM Lopez-Higuera et al., "Fiber Optic Civil structure Monitoring system", Optical Engineering vol.44 (4), 2005.
- [20]. www.fos-s.bewww.fibersensing
www.micronoptics
- [21]. C. Jauregui et al., "Virtual long period gratings", Optics Letters, 2004.
- [22]. Cicero Martelli et al., "Strain and temperatures characterization of photonic crystal fiber bragg gratings", Optic Letters, Vol. 30, NO. 14, 2005
- [23]. A. Kersey, "Optical Fiber Sensors, Optical Measurement techniques and applications", P. K. Rastogi editor, Artech House, p. 217-54, 1997.
- [24]. Detlef Hofmann, et al., "Lighting-safe diaphragm pressure gauge for geotechnical applications using a long term reliable absolute EFPI sensor", SPIE vol. 2004.
- [25]. Edvard Cibula, et al., "All-Fiber Fabry-Perot Strain Sensor", Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [26]. Chun Lin, "A novel in-vitro and in-situ immunoassay biosensor based on fiber optic Fabry-Perot Interferometry", Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [27]. F.J. Arregui, et al., "Optical Fiber Humidity Sensor with a fast response time using the Ionic Self-Assembly Method", IEICE Trans. Electronics, vol E83-C, N-3, 2000.
- [28]. F.J. Arregui, et al., "Optical fiber nanometer-scale FabryPerot interferometer formed by the ionic self-assembly monolayer process", Optics Letters, vol. 24 (9); p. 596-598. May 1999.
- [29]. R. Claus et al., "Self-Assembled Nanostructured Optical fiber Sensors", Invited paper OFS17, SPIE Vol. 5855, p. 138, 2005.
- [30]. www.roctest
www.fiso.com
www.lunainovations.com
www.bam.de

- [31].López-Higuera, JM, "Optical Sensors", Servicio de Publicaciones de la Universidad de Cantabria, ISBN: 84-8102-197-0,1998.
- [32].R. Teissiere, "Spin an twist motions in a homogeneous elastic and cross-band geometry of fracturing", Acta Geophysics Pol. 52, pp173, 2004.
- [33].L.R. Jaroszewicz, "Fiber optic Sagnac interferometers as a sensor for seismic rotation waves", proc. OFS17, SPIE Vol. 5855, pp 194, 2005.
- [34].T. Kumagai et all, "Fiber optic gyroscopes for industrial applications". Chapter 28 of the Handbook of OFS Technology, Wiley&Sons, New York, 2002.
- [35].H.K.Kim, "Fiber optic gyroscope using an air core photonic-bandgap fiber", OFS17, SPIE Vol. 5855, pp 198, 2005.
- [36].Alan Rogers, "Distributed Optical fiber sensors". Chapter 14 of the Handbook of OFS Technology, Ed. JM Lopez-Higuera, Wiley&Sons, New York, 2002.
- [37].M.N.Alahbabi et al., "Simultaneous measurement of temperature and strain using spontaneous Raman and Brillouin Scattering", EWOFs04, 2004.
- [38].SJ Russell et al., "A novel method for the localization of buried optical cables, where an incident EM-wave modulated the polarization of guided light using the Faraday effect", Measurement science and technology, 15, pp.1, 2004.
- [39].AJ. Rogers, "Distributed measurements using optical fibre backscatter Polarimetry", SPIE vol. 2004
- [40].K. Hotate, "Correlations- based Continuous-wave technique for optical distributed strain measurement using Brillouin Scattering", invited papers at. OFS17, pp 62, 2005.
- [41].L. Thevenaz et al., "Novel schemes for optical signal generation using laser injection locking with applications in Brillouin Sensing", Meas. Sci. Technology, Vol. 15, pp 1519, 2004
- [42].D. Alasia et al., "Detrimental effects of modulation instability on distributed optical fiber sensors using Brillouin scattering", SPIE Vo. 5855, p.587, 2005.
- [43].YT Cho et al., "Remote amplification in long range distributed Brillouin base temperature sensor", Proced. SPIE Vol. 5855, pp 72, 2005.
- [44].<http://www.sensornet.co.uk>
<http://www.sensa.org>
<http://www.weatherford.com>.
- [45].Alen Rose et al., "Optical fiber current and voltage sensors for the electric power industry", Chapter 27, Handbook OFS Technology, Wiley&Sons, New York, 2002.
- [46].A. Ortigosa et al., "Temperature independence of the of birefringence and group velocity dispersion in photonic crystal fibers", Elect. letters 40 (21) p1327, 2004.
- [47].Andrew Michie et al., "A low coherence interferometric sensing method with analysis and experimental results for voltage sensing", OFS17, SPIE Vol. 5855, p. 206, 2005.
- [48].Brian Culshaw, "Gas spectroscopy techniques for optical fiber sensors", Chapter 13, Handbook of Optical Fibre Sensing Technology, Wiley&Sons, New York, 2002.

- [49].George Stewart, et al., “Fibre lasers for near-IR gas spectroscopy”, Proceedings EWOF04, Santander, 2004.
- [50].Mulrooney et al., “Mid- infrared Optical fibre sensor based detection of exhaust gas emissions”, Proceedings. OFS17, p 455, 2005.
- [51].D. Zalvidea et al., “A wavelength multiplexed hydrogen sensor based on palladium-coated fiber taper”, Electronics Letters 40, pp301, 2004.
- [52].MO Farrell et al., “Employing spectroscopic and Patter recognition techniques to examine food quality”, Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [53].Pedro Jorge et al., “Optical temperature measurement configuration for fluorescence based oxygen Sensors”, Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [54].Patricia Richardson et al., “Towards fluorescence detection of protein residues on surgical instruments”, Proc. SPIE Vol. 5502, 2004.
- [55].A. Dandridge et al., “Passive fiber optic sensor networks”, Chapter 21, Handbook of Optical Fibre. Sensing Technology, Wiley&Sons, New York, 2002.
- [56].JH Lee et al., “Raman amplifier- based long-distance remote strain and temperature sensing system”, Opt. Express, Vol. 12, p. 3515, 2004.
- [57].Silvia Díaz et al., “Wavelength-Division multiplexed distribute fiber Raman amplifier bus Network for sensors”, OFS12, p 242, 2005.
- [58].MJF Digonnet et al., “Acoustic fiber sensor Arrays”, Invited paper at EWOF04, Santander, 2004.
- [59].Tanya M. Monro et al., “Microstructured Optical fibre: new opportunities for sensing”, invited papers OFS14, Venice, p. 895,2000.
- [60].A. Bjarklev et al., “Photonic sensing structures for sensing technology”, invited paper at EWOF04, Santander, 2004.
- [61].D. Pagnoux et al., “Microstructured fibers for sensing applications”, invited paper at OFS17, Bruges, p.5, 2005.
- [62].T. Monro&DJ Richardson, “Holey fibers: fundamental properties and devices applications”, C.R. Physique 4, p. 175, 2003.
- [63].Russell P, “Photonic Crystal Fibers”, Science, Vol. 299, p. 358, 2003.
- [64].David Sampson, “Trends and Prospects for OCT”, Invited paper at EWOF04, Santander, 2004
- [65].Seok-Hyun Yun, “Biomedical Imaging using Optical Technologies”, Invited paper at EWOF04, Santander, 2004.
- [66].AF Fercher et al., “Optical Coherence tomography: principles and applications”, Rep. Prog. Phys. 66 p. 239, 2003.
- [67].S. Bourking et al., “Ultrahigh resolution real time OCT imaging using an compact laser an non linear fiber”, Optics express, 11, p 3290, 2003.
- [68].David Sampson, “How can optics be used to sense Skin cancer?”, Invited paper at OFS17, Bruges, 2005.

Fuente supercontinua en fibra óptica (basada en bombeo continuo)

Supercontinuum generation using continuous-wave pump

Sonia Martín-López, Miguel González-Herraez, Pedro Corredera Guillén,
Ana Carrasco Sanz, María Luisa Hernanz Sanjuan y Laura Abrardi.*

Departamento de Metrología, Instituto de Física Aplicada, CSIC,
C/ Serrano 144, 28006 Madrid.

**Email: ltqm358@cetef.csic.es*

Resumen.- Una fuente de luz supercontinua es una fuente de gran potencia y ancho espectro, generada a partir de pulsos láser o emisión láser continua en un medio no lineal. La generación de supercontinuos en fibras y guías ópticas es un fenómeno de interés creciente que ha encontrado aplicaciones en campos como la espectroscopía con resolución temporal, la compresión de pulsos ultracortos, el desarrollo de fuentes de luz para sistemas de WDM, la metrología de frecuencias ópticas y la tomografía óptica de coherencia. Este trabajo aborda la generación de un supercontinuo en fibras ópticas a partir de bombeo continuo usando una fibra convencional de telecomunicación como medio no-lineal.

Abstract.- *A supercontinuum light source is a high power and broad spectrum source generated by the propagation of pulsed or continuous-wave laser emission in a nonlinear medium. The generation of supercontinuum in fibers and optical waveguides is a phenomenon of increasing interest that has found applications in various fields such as time-resolved spectroscopy, compression of ultrashort pulses, light sources for WDM systems, the metrology of optical frequencies and the optical coherence tomography. In this work we present the generation of a supercontinuum in optical fibers using a continuous-wave pump and a conventional fiber of telecommunication as non-linear medium.*

1.- Introducción

Las fuentes de luz blanca son indispensables en muchos sistemas de sensado en fibra, por ejemplo en interferometría de baja coherencia [1], en los sistemas de interrogación de sensores de redes de Bragg en fibra [2] o en giróscopos de fibra óptica [3]. Diodos superluminiscentes de alta potencia (SLED) [4] y fuentes superfluorescentes [5] son las fuentes principales de banda ancha usadas en sensado óptico. Estas fuentes tienen típicamente anchos de banda del orden de 20-80 nm con una densidad espectral de potencia entre -20 y 0 dBm/nm.

En este trabajo se presenta una nueva clase de fuente de luz blanca con mejores características espectrales que las fuentes

superluminiscentes o superfluorescentes, tanto en términos de densidad espectral como de ancho de banda. La semilla de esta nueva fuente es la propagación de un haz de luz procedente de un láser Raman en fibra (RFL), en onda continua (CW) y parcialmente coherente, por una fibra de dispersión desplazada no nula (NZDSF). El proceso total, conocido como la generación de supercontinuo en la literatura, aún no ha sido estudiado extensamente para fuentes en CW. En este trabajo se propone el empleo de esta fuente de supercontinuo en la medida de la dispersión del modo de polarización (PMD) así como para el sensado en fibra óptica. La bondad de la fuente propuesta para estos fines, estriba en su amplio espectro, la gran densidad espectral y una estabilidad suficientemente buena a

largo plazo. Esta fuente de supercontinuo abre nuevas y grandes posibilidades en tomografía óptica de coherencia, para la cual la alta densidad de potencia y el amplio ancho de banda de la fuente usada son aspectos esenciales para mejorar la relación señal-ruido así como la resolución. Además, se muestra una aplicación para las comunicaciones ópticas, usándola en el diseño de un amplificador Raman aplanado.

2.-Generación de la fuente supercontinua

El proceso de generación de nuestra fuente supercontinua consiste básicamente en el ensanchamiento extremo del ancho de línea de nuestro láser de bombeo continuo. Este ensanchamiento es la consecuencia de la combinación de distintos efectos lineales y no lineales que tienen lugar al propagarse la luz por el interior de la fibra óptica monomodo bajo régimen de dispersión anómala ($D > 0$). La causa principal de este ensanchamiento espectral es la ruptura espontánea del haz de bombeo parcialmente coherente CW, en una secuencia de solitones Raman desplazados en frecuencia. La emisión de nuestro láser de bombeo continuo presenta una serie de perturbaciones temporales en intensidad aleatorias (la existencia de estas perturbaciones la comprobamos al obtener la traza de autocorrelación en intensidad del láser). Estas perturbaciones, dado que el régimen de propagación de la luz por la fibra es anómalo, debido a los efectos de dispersión cromática (lineal) e inestabilidad de modulación (no lineal) se amplifican, hasta transformar nuestro haz continuo en un tren de pulsos ultracortos. Estos pulsos, según se propagan por la fibra se van transformando en solitones fundamentales ($N = (\gamma P_0 T_0 / |\beta_2|)^{1/2} = 1$) [6]. Estos solitones por efecto de scattering Raman estimulado sufren desplazamientos de

sus frecuencias centrales hacia frecuencias menores [7]. El solapamiento de todos estos efectos tiene lugar para cada instantánea de emisión de nuestro láser. El espectro resultante de superponer cada uno de los espectros finales provenientes de cada instantánea de emisión del bombeo es el espectro de nuestro supercontinuo.

2.a.-Resultados experimentales

El montaje experimental con el se genera la fuente supercontinua aparece representado en la figura 1. Consiste en un láser de bombeo continuo Raman (CW-RFL) con el que se bombea una fibra LucentTrueWave-RS® de dispersión desplazada no nula (NZDSF) [8,9]. Mediante la medida de la traza de autocorrelación en intensidad del láser comprobamos que presenta inestabilidades en intensidad que lo convierten en parcialmente coherente. La adquisición de espectros se realiza con un analizador de espectros óptico (OSA) monitorizando la potencia con un radiómetro de esfera integradora con una incertidumbre de $\pm 1\%$ [10]. La salida del láser está despolarizada, alcanzando una potencia máxima de 2.1 W a 1455.3 nm. Las principales características de esta fibra son: atenuación de 0.27 dB/km a 1455 nm, longitud de onda de dispersión nula a 1452 nm y su coeficiente no lineal estimado es de $2 \text{ W}^{-1}\text{km}^{-1}$. Para la longitud de onda de emisión del RFL, la dispersión cromática de la fibra es pequeña y positiva ($\sim 0.081 \text{ ps}\cdot\text{nm}^{-1}\cdot\text{km}^{-1}$), con una pendiente de dispersión de $0.045 \text{ ps}\cdot\text{nm}^{-2}\cdot\text{km}^{-1}$ (los parámetros de dispersión se han medido mediante el método de desplazamiento de fase), por lo que las bandas laterales debidas a inestabilidad de modulación (MI) deberán ser visibles con un bombeo suficientemente potente [11]. Es de esperar que las bandas de MI aparezcan con niveles de potencia del orden de unos cientos de miliwatios,

produciéndose un ensanchamiento significativo del láser de bombeo [12]. Para que la MI sea eficiente, hay que asegurar la uniformidad longitudinal del coeficiente de dispersión cromática. Esta característica fue medida para esta fibra usando un método desarrollado por González-Herráez et al. [13] siendo mejor que $0.1 \text{ ps}\cdot\text{nm}^{-1}\cdot\text{km}^{-1}$ en la longitud de onda de 1555 nm (la resolución espacial de esta medida es de $\sim 500 \text{ m}$). La figura 2 muestra el espectro medido a la salida de la fibra.

Se ve cómo las bandas de ganancia de inestabilidad de modulación son bien visibles a 300 mW, pero se van haciendo más asimétricas a medida que aumenta la potencia del bombeo. Para una potencia extrema de 2.1 W, se ve un espectro prácticamente continuo que cubre todo el rango desde el comienzo de la banda S (1425 nm) hasta prácticamente el final de la banda L (1625 nm). De esta manera conseguimos una fuente de $\sim 200 \text{ nm}$ de ancho de banda y gran densidad espectral de potencia.

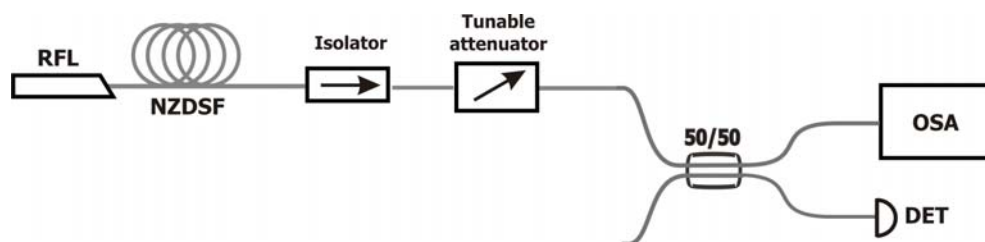


Figura.1.- Montaje experimental para generar SC con CW. RFL: láser en fibra Raman; NZDSF: fibra de dispersión desplazada no nula; Isolator: aislador; Tunable attenuator: atenuador de potencia sintonizable; OSA: analizador de espectros ópticos.

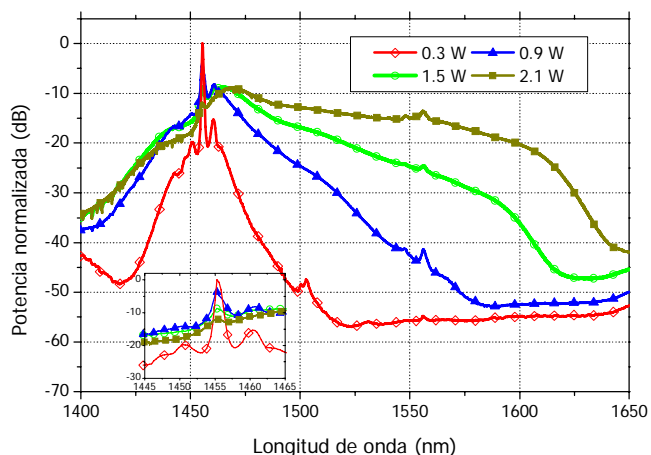


Figura.2.- Espectro del supercontinuo generado para diferentes potencias de entrada. La figura insertada muestra la MI en el entorno del láser de bombeo.

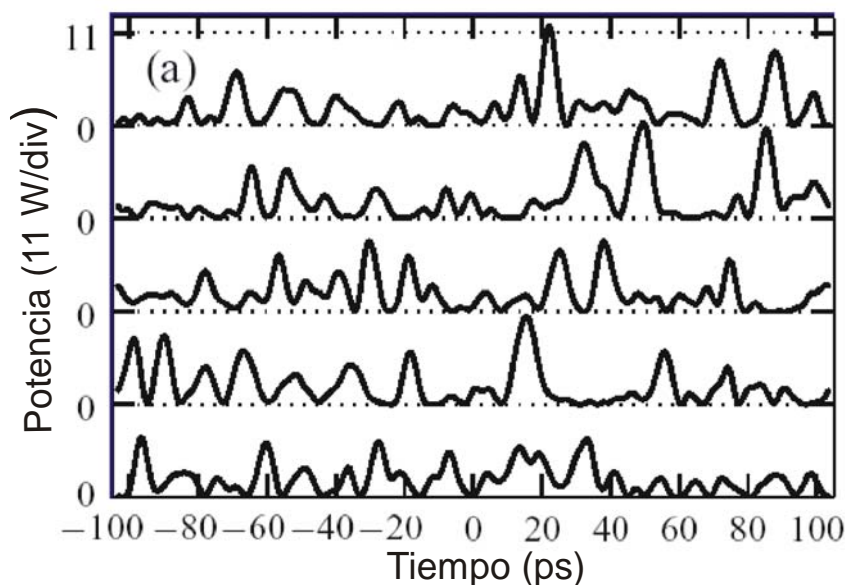
2.b.-Simulación numérica

El método numérico que tradicionalmente se usa en el estudio de los efectos no lineales derivados de la propagación de un pulso de luz intenso por una fibra óptica monomodo, el método de Split-Step Fourier-Transform Method (SSFTM).

En nuestro caso también recurrimos a él para tratar de simular la generación de nuestro supercontinuo. En la figura 3 se ve cómo la aleatoriedad de las fluctuaciones presentes en el bombeo continuo conduce a cada uno de los distintos ensanchamientos de los solitones Raman. Si unimos todos estos casos particulares para formar un todo, tenemos cubierta toda la banda espectral del SC experimental. También debemos señalar que los parámetros del solitón varían en una escala temporal del orden del tiempo de coherencia del láser de bombeo (\sim ps), mucho más corto que el tiempo de integración de nuestro analizador de espectros óptico. Por

tanto, debemos concluir que las características espectrales de los solitones Raman aleatoriamente generados, están significativamente promediadas en las medidas.

Así, los espectros experimentales son, simplemente, las envolventes de distintas distribuciones de solitones Raman. Esto explicaría la suavidad de los espectros de nuestro supercontinuo CW. Luego debemos concluir que la situación experimental no se corresponde con una sola simulación, sino con el promediado de muchas simulaciones idénticas. El resultado de este cálculo para 100 situaciones diferentes se muestra en la figura 4.



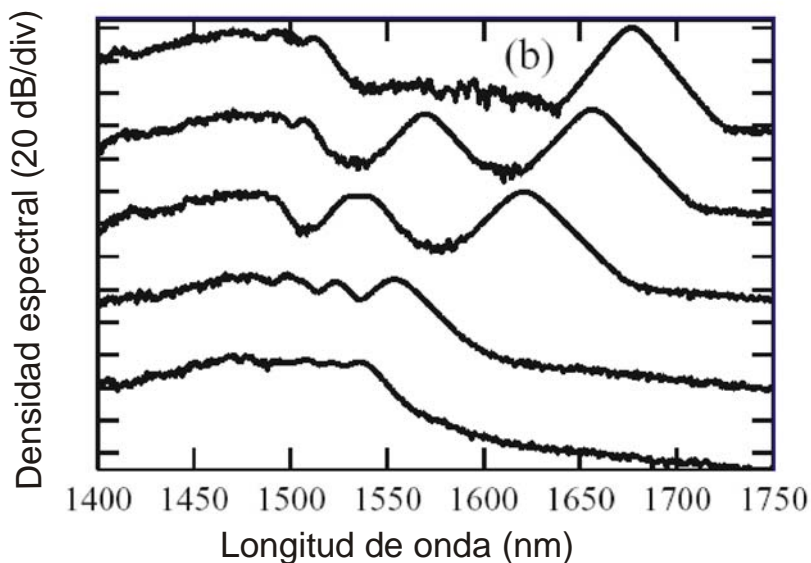


Figura 3.- Resultados de cinco simulaciones idénticas que difieren entre sí, sólo en la fase espectral aleatoria que elegimos como condición inicial. $P_p=1.7W$; (a) representa el campo de intensidades inicial y (b) y su correspondiente espectro a la salida.

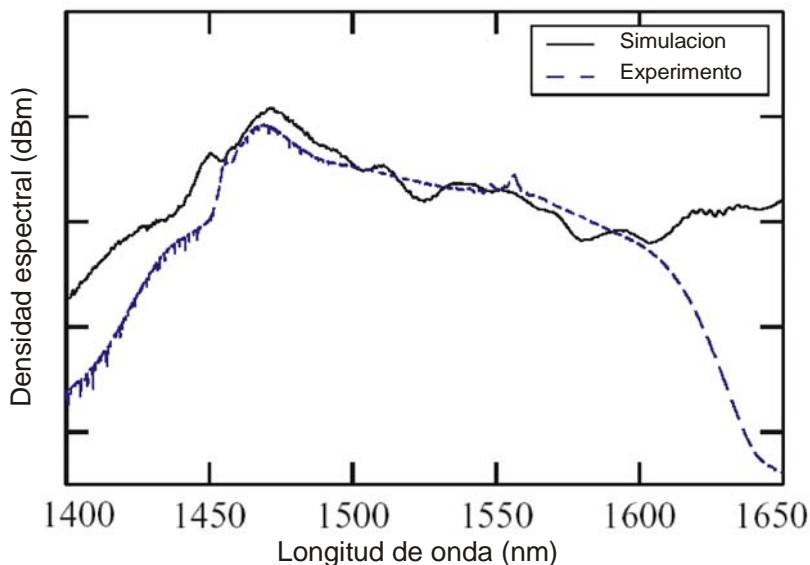


Figura 4.- Comparación entre espectros de SC simulados y los obtenidos con un bombeo de $P_p=2.1W$. Los resultados simulados son el resultado de promediar sobre 100 simulaciones diferentes, entre las que lo único que varía es la fase espectral inicial.

3.- Aplicaciones

Dos aspectos importantes a la hora de valorar la aplicabilidad de cualquier fuente de luz como un dispositivo de sensado en fibra y de utilidad metrológica son su característica de ruido y su estabilidad temporal. Las aplicaciones en sensores de fibra óptica exigen disponer de una estabilidad a largo plazo muy buena, sin derivas y ruido muy bajo. Nuestra fuente supercontinua presenta una desviación estándar de la potencia media inferior al 2% sobre un rango de ~ 200 nm (1410-1610 nm). En cuanto a su estabilidad a corto plazo, posee un RIN < -113.7 dBc/Hz con un RIN del láser de bombeo inicial < -115.5 dBc/Hz [14], lo que supone una mejora de unos 20 dB respecto a los supercontinuos obtenidos a partir de bombeos pulsados.

Una de las medidas más convencionales de PMD se basa en analizar la tasa de cruces por un determinado nivel del espectro de transmisión de la fibra situada entre dos polarizadores con orientaciones arbitrarias [15]. La incertidumbre de la medida es menor cuanto mayor es el espectro considerado. Dadas las características de nuestra fuente se observa la posibilidad de atenuar el supercontinuo hasta más de 40 dB (excluyendo pérdidas de inserción, que están en torno a 11 dB) obteniendo resultados de PMD de incertidumbre excelente, rebajando en casi un 50% la incertidumbre típica obtenida con un SLED sobre rangos de atenuación 100 veces menores.

Otra aplicación muy interesante de esta nueva fuente de luz supercontinua es fabricar amplificadores Raman aplanados [16][17]. Con estos amplificadores se pueden llegar a cubrir las bandas de comunicación establecidas por la ITU C, L y E. Nosotros usamos nuestra fuente como fuente de bombeo y como medio de amplificación una fibra

óptica de dispersión desplazada de 11km. Así conseguimos mediante el ensanchamiento del espectro del pico del bombeo y su desplazamiento en frecuencia, un amplificador todo-óptico que cubre el rango de (1525-1625), muy plano. La principal limitación de este tipo de amplificadores es su figura de ruido.

Dadas las propiedades de densidad de potencia, anchura espectral y estabilidad de nuestra fuente la convierten en potencialmente interesante para los sistemas de diagnóstico de tomografía óptica de coherencia.

4.- Conclusiones

Se ha presentado una nueva fuente ancha de luz continua, que se extiende a lo largo de más de 200 nm. La densidad de potencia de pico de esta fuente es de unos 8 dBm/nm. Se ha estudiado la estabilidad espectral de esta fuente durante una hora, con un resultado mejor que el 2% a lo largo de algo más de 200 nm. El ruido de la fuente es mejor que -113.5 dBc/Hz. Se ha expuesto una posible aplicación a la medida de PMD en enlaces de fibra de larga distancia. Se ha mostrado una aplicación del supercontinuo CW para diseñar un amplificador Raman aplanado para las bandas L y E de comunicaciones. Se ha señalado la viabilidad del uso de esta fuente en tomografía óptica de coherencia.

Agradecimientos

Agradecemos las productivas discusiones mantenidas con Frédérique Vansholsbeeck y Stéphane Coen de la Universidad de Auckland y a Javier Solís y Héctor Fernández por su ayuda en las medidas de autocorrelación. Agradecemos la financiación del Ministerio de Educación y Ciencia a través del proyecto TIC2003-01869 y el contrato FPI asociado, la financiación de la Comunidad Autónoma de Madrid a través del proyecto FACTOTEM_CM ref n.S-0505/

ESP/0417, y la financiación del Fondo Social Europeo a través del programa de becas I3P del CSIC.

Bibliografía

- [1]. Lefevre H., "White light interferometry for optical fiber sensors", Proc. 7th Optical Fiber Sensors Conference 1990 (Sydney, Australia) pp. 345-352.
- [2]. Kersey A. et al., "Fiber Grating Sensors", IEEE Journal of Lightwave Technology 15 1442-1463 (1997).
- [3]. Bergh R. A., Lefevre H. C. and Shaw H. J., "An overview of fiber-optic gyroscopes", IEEE Journal of Light-wave Technology 2 91-107 (1984).
- [4]. Alphonse G. A., Gilbert D. B., Harvey M. G. and Ettenberg M., "High-power superluminescent diodes", IEEE Journal of Quantum Electronics 24 2454-2457 (1988).
- [5]. Hall D. C., Burns W. K. and Moeller R. P., "High-stability Er^{3+} -doped superfluorescent fiber sources", IEEE Journal of Lightwave Technology 13 1452-1460 (1995).
- [6]. Agrawal G., "Nonlinear fiber Optics", (Academic Press, 1995).
- [7]. D. A. Chestnut et al., "Soliton self-frequency shift in highly nonlinear fiber with extension by external Raman pumping", Optics Letters 28 (24): 2512-2514 (2003).
- [8]. González-Herráez M., Martín-López S., Corredera P., Hernanz M.L. and Horche P.R., "Supercontinuum generation using a continuous-wave Raman fiber laser", Optics Communications, 226, 323-328. (2003).
- [9]. Vanholsbeeck F., Martin-Lopez S., Gonzalez-Herraez M. and Coen S., "Role of pump incoherence on the generation of high-power density continuous-wave supercontinuum", Optics Express 13, 6615-6625. (2005).
- [10]. Corredera P., Hernanz M.L., Campos J., Fontecha J.L., Pons A. and Corrons A., "Calibration of near-infrared transfer standards at optical-fibre communication wavelengths by direct comparison with a cryogenic radiometer", Metrologia 35 273-277 (1998)
- [11]. Mussot A., Lantz E., Maillotte Sylvestre T., Finot C. and Pitois S., "Spectral broadening of a partially coherent CW laser beam in single-mode optical fibers", Optics Express 12 2838-2843 (2004).
- [12]. González-Herráez M., Thevenaz L. and Robert Ph., "Distributed measurement of chromatic dispersion using four-wave mixing and Brillouin optical time domain analysis", Optics Letters 28 2210-2212 (2003).
- [13]. Martin-Lopez S., Gonzalez-Herraez M., Carrasco-Sanz A., Vanholsbeeck F., Coen S., Fernandez H., Solis J., Corredera P. and Hernanz M.L., "Broadband spectrally flat and high power density light source for fibre sensing purposes", Meas. Sci. Technol. 17, 1014-1019, (2006).
- [14]. Poole C. D., Favin D. L., "Polarization-Mode dispersion measurements based on transmission spectra through a polarizer", J. Lightwave Technol. 12 (6): 917-929 (1994).

- [15].B. Heffner, “Influence of optical source characteristics on the measurement of polarization-mode dispersion of highly mode-coupled fibers”, Optics Letters 21 (2): 113-115 (1996).
- [16].Martin-Lopez S., González-Herráez M., Corredera P., Hernanz M.L. and Carrasco A., “Gain-flattening of fiber Raman amplifiers using non-linear pump spectral broadening”, Optics Communication 242 463-469 (2004).
- [17].Martin-Lopez S., Carrasco-Sanz A., Gonzalez-Herraez M., Corredera P. and Hernanz M.L., “Gain-flattening of fibre Raman amplifiers using non-linear pump spectral broadening and pump power modulation”, IEE Proc.-Optoelectron., 153, 268-273 (2006).

Recubrimientos ópticos en el rango espectral entre 50 y 200 nm

Optical coatings for the spectral range 50 - 200 nm

Mónica Fernández Perea, José Antonio Méndez, Juan Ignacio Larruquert,
José Antonio Aznárez*

Grupo de investigación en Óptica de Láminas Delgadas,
Instituto de Física Aplicada, Consejo Superior de Investigaciones Científicas

**Email: monicafp@ifa.cetef.csic.es*

Resumen.- El desarrollo de recubrimientos ópticos eficientes en la región espectral comprendida entre 50 y 200 nm (UVE-UVL) supone un reto debido a la gran absorción y baja reflectancia que presentan la mayoría de los materiales en este intervalo. Por otro lado estos recubrimientos son una pieza importante para el progreso de multitud de campos como las observaciones astronómicas, el diagnóstico de plasmas y la litografía. En este trabajo se describen algunos de los recubrimientos ópticos desarrollados hasta el momento por el Grupo de investigación en Óptica de Láminas Delgadas (GOLD), que operan en la región UVE-UVL del espectro. En GOLD disponemos de un equipo experimental de ultra-alto vacío que permite la deposición y medida in situ de la transmitancia y la reflectancia de multicapas en función del ángulo de incidencia y en el rango espectral UVE-UVL. Las multicapas están formadas por hasta seis materiales distintos, que pueden ser depositados mediante tres técnicas de preparación diferentes. Las medidas de transmitancia y reflectancia en función del ángulo de incidencia realizadas in situ permiten la determinación de las constantes ópticas (n , k) de los materiales sin que hayan sido expuestos a la atmósfera. Dada la gran dependencia existente entre las propiedades ópticas de las láminas delgadas y la exposición atmosférica en este rango espectral, nuestro equipo experimental constituye una herramienta muy adecuada para su determinación, y por lo tanto para el diseño y preparación de multicapas innovadoras.

Abstract.- *The development of efficient optical coatings in the spectral region between 50 and 200 nm (EUV- FUV) is an important challenge due to the great absorption and low reflectance that most of the materials present in this region. In addition, these coatings are an important element in the advance of many fields like astronomical observations, plasma diagnosis and lithography. In this work we describe some of the optical coatings developed by the Research Group in Optical Thin Films (GOLD), which operate in the EUV-FUV region of the spectrum. In GOLD we have an ultra high vacuum experimental system that permits the deposition and in situ measurement of the transmittance and reflectance of multilayers, as a function of the angle of incidence, and in the EUV-FUV spectral range. We prepare multilayers with up to six different materials, which can be deposited using three different techniques. In situ transmittance and reflectance measurements versus the angle of incidence permit the determination of the optical constants (n,k) of the materials, without being exposed to the atmosphere. Due to the great dependence between the optical properties of thin film layers in this spectral range, and the exposition to the atmosphere, our experimental system is a very adequate tool for the determination of those properties, and therefore for the design and fabrication of novel multilayers.*

1.- Introducción

El funcionamiento de un recubrimiento óptico se basa en la interferencia de los haces múltiples originados por la reflexión de la radiación electromagnética en las intercaras de separación de las capas que lo forman.

Mientras que la obtención en el visible de reflectancias o transmitancias con una forma espectral determinada y cercanas al 100 % es posible mediante la utilización de recubrimientos ópticos formados por un gran número de láminas, la gran absorción de los materiales en el rango espectral comprendido entre 50 y 200 nm (UVE - UVL) limita el número de láminas utilizadas a unas pocas, y las reflectancias o transmitancias resultantes a valores mucho más modestos, muy lejos en general del 100 %.

El aire absorbe fuertemente la radiación de longitud de onda menor que 200 nm, por lo que la reflectometría por debajo de dicha longitud de onda ha de realizarse en vacío. La inexistencia de ventanas transparentes que permitan el aislamiento de la fuente de radiación respecto de la zona de medida dificulta considerablemente el diseño de los equipos de reflectometría, y por lo tanto la dedicación de los grupos de investigación al estudio de las propiedades de los materiales en el rango espectral UVE - UVL ha sido siempre menor que en regiones espectrales como el visible o el ultravioleta cercano. Esta es la razón por la que el conocimiento de las propiedades ópticas de los materiales en este intervalo espectral es aún escaso. Por otro lado, la determinación de dichas propiedades ópticas, en particular del índice de refracción n y el coeficiente de extinción k , es fundamental para el desarrollo de recubrimientos ópticos eficientes.

Los recubrimientos ópticos que funcionan en el rango espectral UVE - UVL tienen aplicación en campos en gran desarrollo en la

actualidad, como la instrumentación espacial y la litografía [1,2].

2.- Equipo experimental

En GOLD disponemos de un equipo experimental de ultra-alto vacío (UHV), con presiones en la escala de 10^{-10} mbar, que permite la deposición de recubrimientos ópticos y la posterior medida in situ de su transmitancia y su reflectancia en función del ángulo de incidencia. Es decir, las medidas se realizan sin que las muestras hayan sido expuestas a la atmósfera desde su preparación, ya que las distintas cámaras de deposición y la cámara de reflectometría están conectadas entre sí en UHV. Esto es importante porque tanto la transmitancia como la reflectancia en el UVE - UVL se modifican tras la exposición atmosférica debido a la adsorción de especies gaseosas. Las medidas de transmitancia y reflectancia en función del ángulo de incidencia permiten la determinación de las constantes ópticas de los materiales. En la figura 1 puede verse un esquema en planta del equipo experimental.

En GOLD podemos preparar recubrimientos formados por hasta seis materiales distintos, que se pueden depositar mediante tres técnicas de deposición: evaporación térmica por efecto Joule, evaporación térmica con cañón de electrones, y deposición por bombardeo con haz de iones (Ion Beam Sputtering, IBS). La elección de una técnica u otra dependerá de las propiedades del material a depositar.

La radiación en el rango espectral UVE-UVL se produce en una lámpara de descarga, que emite en las longitudes de onda de emisión del gas que fluye a su través. La ausencia de materiales transparentes en el UVE - UVL que puedan servir como ventana para la fuente de radiación obliga al uso de un siste-

ma de vacíos diferenciales. Éste consiste en la comunicación de las distintas cámaras que forman el monocromador mediante tubos de baja conductancia, que permiten el paso de la luz pero limitan de forma severa el flujo de gas. De este modo la presión en la cámara de reflectometría durante las medidas se incrementa solamente hasta 10^{-9} mbar, y se debe principalmente a los gases no reactivos introducidos en la lámpara.

En la figura 2 se puede ver una fotografía del equipo, con la cámara de reflectometría en la parte central, y las cámaras de deposiciones y del monocromador a derecha e izquierda, respectivamente.

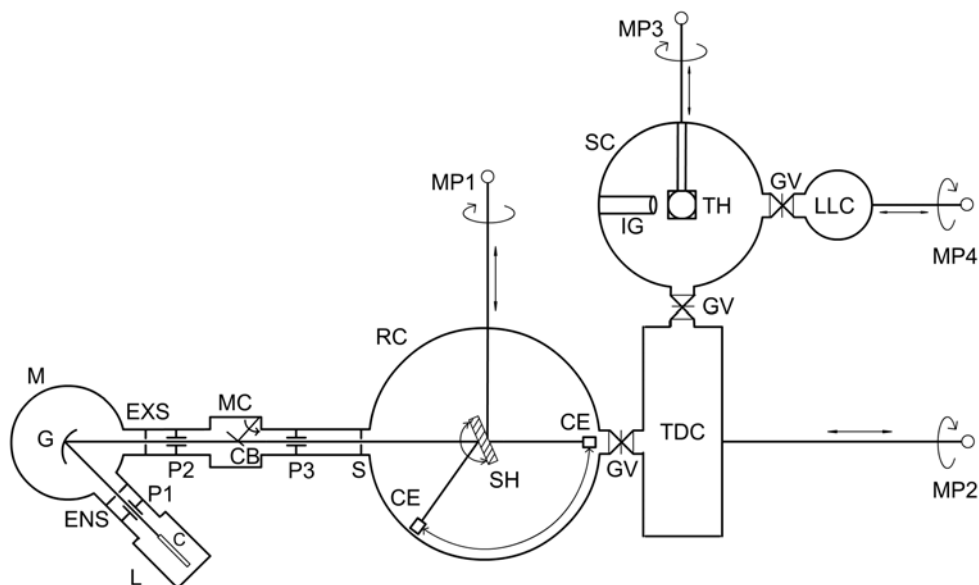


Figura 1.- Esquema del equipo experimental. C: capilar, L: lámpara, M: monocromador, G: red de difracción, ENS, EXS: rendijas de entrada y salida, MC: cámara de modulación, CB: hoja moduladora, S: diafragma, RC: cámara de reflectometría, CE: multiplicador de electrones de canal, MP1, MP2, MP3 y MP4: manipuladores de muestras, SH: portamuestras, P1, P2 y P3: tubos de baja conductancia, TDC: cámara de deposiciones, SC: cámara de sputtering, TH: portablancos, IG: cañón de iones, LLC: cámara de introducción de muestras, GV: válvula de compuerta.



Figura 2.- Fotografía del equipo experimental de UHV en GOLD. A la derecha pueden verse las dos cámaras de deposición por evaporación y por sputtering. En el centro está la cámara de reflectometría, y a la izquierda, el conjunto lámpara-monocromador.

3.- Resultados

La labor del Grupo de investigación en Óptica de Láminas Delgadas se centra en la determinación de las constantes ópticas (n , k) de materiales de interés en la región espectral UVE - UVL, el diseño y caracterización de recubrimientos eficientes y el estudio de su estabilidad frente a distintos tratamientos, como exposiciones controladas a distintos gases o calentamientos. A continuación se muestran algunos de los resultados y propuestas realizados en GOLD.

3.a.- Determinación de constantes ópticas

La determinación de las constantes ópticas de los materiales en la región espectral UVE - UVL presenta dificultades técnicas, ya

que conlleva la medida de la reflectancia y la transmitancia, que además varían cuando los materiales entran en contacto con la atmósfera. Por todo esto las constantes ópticas de muchos materiales son desconocidas en esa región, y las de muchos otros son poco fiables.

En GOLD realizamos la determinación de constantes ópticas utilizando dos métodos: La medida de la reflectancia en función del ángulo de incidencia y la medida de la transmitancia en función del espesor combinada con el análisis de Kramers - Kronig. Utilizando el primer método se han determinado en GOLD las constantes ópticas de materiales como el aluminio, el escandio y el yterbio (véase figura 3), entre otros.

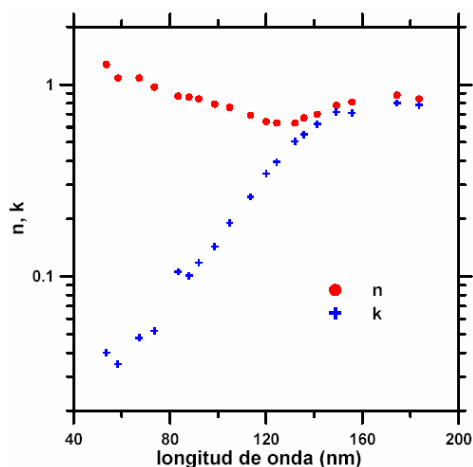


Figura 3.- Constantes ópticas del Yb determinadas en GOLD [3].

El segundo método se está utilizando en la actualidad en una investigación general dedicada al estudio de las constantes ópticas de los lantánidos entre 1.24 y 62.0 nm realizada en la línea BEAR del sincrotrón ELETTRA (Trieste, Italia) en colaboración con investigadores italianos. Este segundo método presenta la ventaja de ser más rápido, ya que las medidas se realizan solamente en incidencia normal, pero sólo puede aplicarse cuando la reflectancia normal de los materiales es despreciable, tal y como ocurre en el rango espectral mencionado. Hasta el momento se han llevado a cabo estudios sobre Sc, Yb y Ce. En la figura 4 pueden verse las constantes ópticas del Sc obtenidas utilizando este método.

3.b.- Recubrimientos

En GOLD diseñamos, preparamos y caracterizamos recubrimientos ópticos para las regiones espectrales UVE (50 - 115 nm) y UVL (115 - 200 nm). Las propiedades de los materiales son distintas en ambos intervalos, lo que implica a su vez diferencias en el diseño.

La finalidad de los recubrimientos es o bien obtener una alta reflectancia, en cuyo caso hablaremos de espejos, o una selección espectral ya sea de la radiación transmitida o de la reflejada, en cuyo caso hablaremos de filtros.

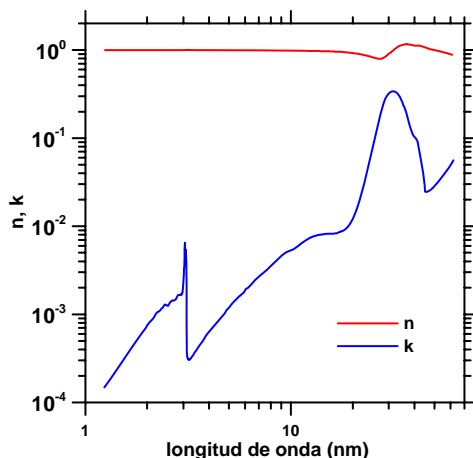


Figura 4.- Constantes ópticas del Sc determinadas en BEAR (Sincrotrón ELETTRA).

3.b.1.- Recubrimientos en el UVL

En esta región espectral disponemos de un material que es transparente en todo el intervalo y tiene propiedades ópticas bastante estables en contacto con la atmósfera: el MgF_2 . Su utilización combinado con Al permite la realización tanto de espejos de alta reflectancia como de filtros.

Los espejos de alta reflectancia en incidencia normal son recubrimientos que se utilizan desde hace décadas [4], y que están compuestos por una lámina de Al recubierta con una de MgF_2 de espesor tal que se maximice la reflectancia en la longitud de onda de interés.

Aunque son recubrimientos bien conocidos, en GOLD hemos observado variaciones de reflectancia frente a exposiciones atmosféricas que no habían sido investigadas con anterioridad [5]. También hemos buscado posibles alternativas en la técnica de deposición que disminuyan este efecto (véase figura 5).

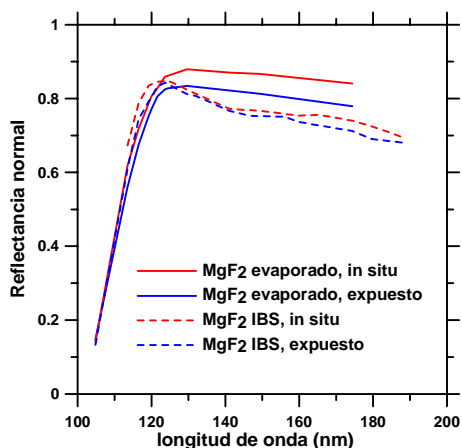


Figura 5.- Reflectancia normal de bicapas de Al y MgF₂, este último depositado mediante dos técnicas distintas.

En GOLD hemos preparado también filtros de transmitancia en el UVL que alternan capas de Al y MgF₂. Este trabajo está motivado por la colaboración del grupo en el proyecto World Space Observatory (WSO), que pretende poner en órbita un telescopio espacial que por vez primera estará dedicado en exclusiva a la toma de imágenes y espectros en el ultravioleta. El resultado ha sido la obtención de filtros con mejores prestaciones en cuanto a transmitancia de pico y ancho de banda que los filtros comerciales disponibles (figura 6).

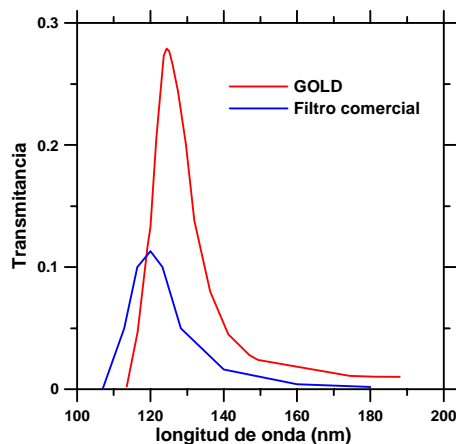


Figura 6: Transmitancia de un filtro desarrollado en GOLD y de uno comercial.

3.b.2.- Recubrimientos en el UVE

La peculiaridad del intervalo espectral UVE es que en él no existe ningún material transparente. Esto implica la imposibilidad de utilizar sustratos, entendiendo como tales aquellos con espesores al menos del orden de los mm, en dispositivos que operen por transmitancia. La alternativa por tanto es o bien trabajar en reflectancia o bien utilizar en lugar de sustratos láminas delgadas, típicamente de C, sustentadas sobre rejillas metálicas que dejan pasar una fracción alta de la luz incidente. Ambas posibilidades tienen inconvenientes. Por un lado trabajar forzosamente en reflectancia puede causar problemas en el diseño de algunos dispositivos. Por otro lado los sustratos de lámina delgada de C tienen una transmitancia muy pequeña.

Un ejemplo de recubrimiento óptico en el UVE que trabaja por reflectancia se puede ver en la figura 7, donde se ha representado la reflectancia teórica de un filtro compuesto por varias capas alternas de Al, Yb y SiO.

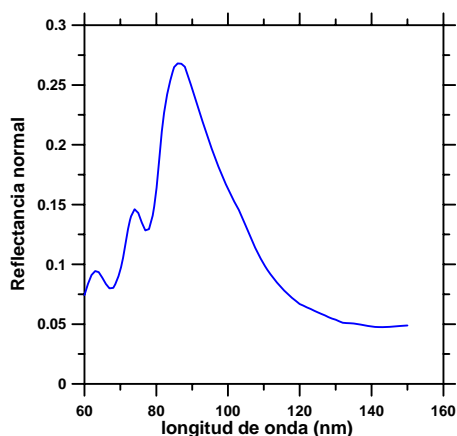


Figura 7: Reflectancia teórica en incidencia normal de un filtro diseñado en GOLD.

Conclusión

En este trabajo hemos mostrado un resumen de los resultados más recientes del Grupo de investigación en Óptica de Láminas Delgadas, cuyo objetivo principal es desarrollar recubrimientos ópticos eficientes en el rango espectral EUV - FUV que sean de interés para la comunidad científica.

Agradecimientos

Agradecemos a José M. Sánchez Orejuela su asistencia técnica. Mónica Fernández Perea agradece al Consejo Superior de Investigaciones Científicas la financiación a través del programa de becas predoctorales I3P.

Bibliografía.

- [1]. J. I. Larruquert, R. A. M. Keski-Kuha, "Multilayer coatings for narrow-band imaging in the extreme ultraviolet", Appl. Opt. 40, 7, 1126 - 1131 (2001).
- [2]. D. L. Windt, J. F. Seely, B. Kjornrattanawanich, Y. A. Uspenskii, "Terbium-based extreme ultraviolet multilayers", Opt. Lett. 30, 23, 3186 - 3188 (2005).
- [3]. J. I. Larruquert, J. A. Aznárez, J. A. Méndez, J. Calvo-Angós, "Optical properties of ytterbium films in the far and the extreme ultraviolet", Appl. Opt. 42, 22, 4566 - 4572 (2003).
- [4]. W. R. Hunter, J. F. Osantowski, G. Hass, "Reflectance of aluminum over-coated with MgF₂ and LiF in the wavelength region from 1600 Å to 300 Å at various angles of incidence", Appl. Opt. 10, 3, 540 - 544 (1971).
- [5]. M. Fernández-Perea, J. A. Aznárez, J. Calvo-Angós, J. I. Larruquert, J. A. Méndez, "Far ultraviolet reflectance variation of MgF₂-protected aluminum films under controlled exposure to the main components of the atmosphere", Thin Solid Films, 497, 249 - 253 (2006).

Tomografía óptica coherente y generación de supercontinuo

Optical coherence tomography and supercontinuum generation

Frédérique Vanholsbeeck^{(1)}, Sonia Martín-López⁽²⁾, Miguel González-Herráez⁽²⁾,
and Stéphane Coen⁽¹⁾*

⁽¹⁾Physics Department, The University of Auckland, Private Bag 92019, Auckland, New Zealand

⁽²⁾Departamento de Metrología, Instituto de Física Aplicada, CSIC,
C/Serrano 144, 28006 Madrid, Spain

**Email: f.vanholsbeeck@auckland.ac.nz*

Abstract.- Numerical study of continuous-wave (cw) supercontinuum generation using a generalized nonlinear Schrödinger equation model and an ensemble averaging procedure that takes into account the partially-coherent nature of the pump laser, we fully explain for the first time the spectral broadening mechanisms underlying this process. Our simulations and experiments confirm that cw supercontinuum generation involve Raman soliton dynamics and dispersive waves in a way akin to pulsed supercontinua. The Raman solitons are however generated with a wide distribution of parameters because they originate from the random phase and intensity fluctuations associated with the pump incoherence. This soliton distribution is averaged out by experimental measurements, which explains the remarkable smoothness of experimental cw supercontinuum spectra. The high incoherence, the remarkable smoothness and the powerfulness of those supercontinuum sources make them the ideal candidate as a source for an optical coherence tomography setup.

1.- Introduction

Supercontinuum (SC) generation in optical fibres and waveguides has attracted considerable research interest in the last few years [1-6]. Applications of SC generation in optical fibres can now be found in fields such as optical frequency metrology, and optical coherence tomography [7, 8]. SC is typically obtained by pumping highly nonlinear fibres with high peak-power input pulses with durations ranging from several nanoseconds to several tens of femtoseconds [1, 2]. It results from the combined effects of self- and cross-phase modulation (SPM and XPM), four-wave mixing (FWM), and stimulated Raman scattering (SRS), that together lead to multisoliton dynamics and dispersive wave generation [9-11].

It is important to realise however that pulsed laser sources are in principle not

necessary to generate a broadband SC. Actually, SC can also be obtained in the cw regime as has been recently demonstrated experimentally [3-6]. Here, SRS and FWM are the main causes of spectral broadening, while SPM a priori plays a limited role [2, 12]. Even if cw operation typically requires longer interaction lengths, the high power of modern pump lasers makes cw SC sources potentially very promising because their power density can be as large as 8 dBm/nm, i.e, more than two orders of magnitude larger than typical pulsed SC sources [5].

Despite this interest, very little effort has been put so far in the understanding of the detailed spectral broadening mechanisms at play in the cw regime. Recent experimental observations have revealed a signature of Raman soliton dynamics and it has been proposed that SC generation occurs in the cw

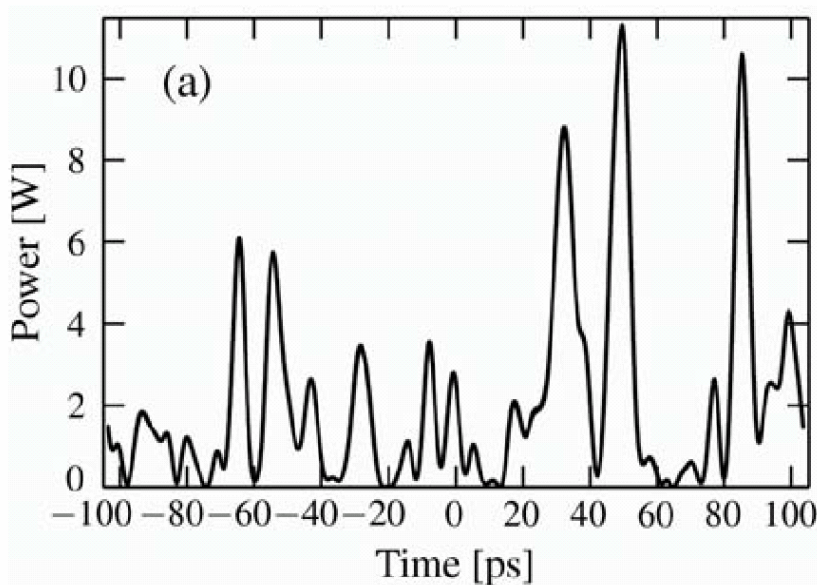
regime in a way akin to the pulsed regime after short pulses have been generated through, e.g., modulational instability (MI)-induced break-up of the cw pump beam [6]. No satisfying numerical simulations of this process have however been performed. In this paper, we address this issue by presenting the first complete numerical model of cw SC generation. Our results are compared with previous experimental results of Refs.[5,13] where all the experimental parameters we use are presented. Our work reveals the critical role played by the partial coherent nature of the cw pump wave and paves the way for the development of these new light sources to their full potential.

2.- Numerical model

Our numerical simulations are based on the split-step Fourier integration of a generalized nonlinear Schrödinger equation (GNLSE) similar to the one used in Ref. [14]. Particular attention has been paid to the initial

condition, which is supposed to represent the light emitted by a cw cascaded Raman Fibre Laser (RFL). It turns out that modelling this cw input is significantly more challenging than a pulsed input [4]. Real cw lasers are indeed only partially coherent and present a non vanishing spectral width, i.e, they exhibit random phase and/or intensity fluctuations on a time scale of the order of their coherence time. In this case, SPM can lead by itself to a significant spectral broadening, a contribution which must be taken into account [15]. To this aim, we adopt a phenomenological approach in which the cw input is represented by its measured spectral density combined with an underlying random spectral phase.

This particular approach leads to an initial temporal intensity profile that is essentially made up of a random succession of pulses of a few ps durations (about the inverse of the 150 GHz spectral width of the pump laser), as illustrated in figure 1a for one particular realisation of the random spectral phase.



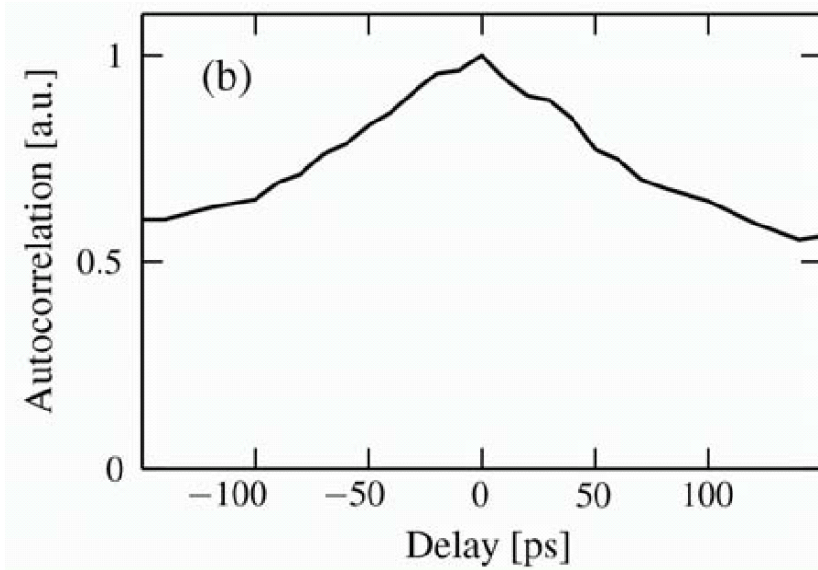


Figure 1: (a) Temporal intensity profile of the cw input beam used in the simulations for one particular realisation of the random initial spectral phase (shown here with an average power of 1.7 W). (b) Intensity autocorrelation of the RFL output at 2.1 W

Such strong intensity fluctuations could at first appear unrealistic for a stable cw RFL exhibiting a $\text{RIN} < -110$ dBc/Hz at 1 GHz. We have however confirmed their existence through an intensity autocorrelation measurement of the RFL output (figure 1b). As can be seen, a peak about twice as strong as the cw background is detected, a feature compatible with intensity fluctuations of nearly 100% contrast. We note that such behaviour has been observed with two RFLs from different manufacturers. Although this description might not necessarily represent the real nature of a partially coherent cw beam [15], strong intensity fluctuations do appear to be present in the input beam and we will show in the following that it leads to a very good agreement with experimental results.

Performing simulations for one particular realization of the random initial spectral

phase, we obtain a relatively good agreement for low pump power levels (Figure 2a). In particular, the MI sideband growth and the initial pump broadening are correctly reproduced. Higher power simulations depart however significantly from the experiments. The SC smoothness is not reproduced at all and we can clearly see the generation of soliton-like features red-shifted from the pump beam. The solitonic nature of these spectral features can be readily confirmed by observing the corresponding temporal intensity output (figure 2b). In this case, two ultra-short pulses of 220 fs and 250 fs (FWHM) can be clearly seen. Numerical Fourier filtering of the spectrum enables us to associate these two pulses with the two broad spectral features observed at 1570 nm and 1660 nm, respectively. At 1570 nm, chromatic dispersion amounts -6.7 ps²/km

while it reaches $-12.6 \text{ ps}^2/\text{km}$ at 1660 nm . A straightforward calculation then shows that these two pulses are close to single fundamental solitons. While the presence of these fs solitons might seem surprising when considering that we are in principle dealing with a cw laser output, these are not mere numerical artifacts as can be shown by observing the experimental intensity autocorrelation trace of the SC output at 1.7 W pump power [figure 2c]. This trace exhibits a subpicosecond feature much narrower than the autocorrelation trace of the pump laser [figure 1b] and confirms that ultrashort features have developed during propagation.

These features are actually the signature of Raman solitons whose generation is seeded from the MI-induced break-up of the temporal fluctuations present in the initial condition. As these solitons propagate down the fiber, they undergo Raman self-frequency shift and shed away some blue-shifted radiation in the form of dispersive waves, which explains the generation of the blue-side of the continuum [6, 10, 15, 16]. This combined effect of MI and SRS is actually one of the key process underlying SC generation under pulsed pumping condition [9, 10, 16-18]. Quite interestingly, our simulations therefore reveal that nonlinear phenomena associated with the propagation of short pulses also play an important role in the cw regime, confirming earlier experimental observations [6, 13].

3.- Ensemble averaging

So far, we have only discussed the simulation results obtained for one particular realization of the random initial spectral phase. Given the discrete nature of our numerical scheme, it means that we have only simulated the propagation of one particular temporally-limited snapshot of a partially coherent cw

beam. The randomness of the fluctuations present in the cw pump leads however to a broad distribution of Raman-soliton parameters. This is illustrated in figure 2b in Ref.[13] where each line corresponds to output spectra generated from two different realizations of the random process but with the same pump power $P_p=1.7 \text{ W}$. It clearly reveals how different initial fluctuations evolve into Raman solitons exhibiting widely different parameters. Basically, when fluctuations of higher amplitude are present in the initial condition, MI generates and fissions solitons earlier, and these solitons can then undergo a larger self-frequency shift while propagating in the remaining part of the fiber. As can be seen, this effect is rather drastic. The wavelengths of the solitons at the fiber end differ by more than 100 nm between different simulations, and even the number of generated solitons can vary.

As a matter of fact, the randomness of the fluctuations present in the partially coherent cw pump beam leads to such a broad distribution of Raman solitons that they cover the entire spectral band of the experimentally observed SC. Of course, measuring instruments are not able to resolve these fast fluctuations, which occur on a time scale of the order of the coherence time. We must therefore conclude that the observed experimental spectra are simply the envelope of the Raman soliton distributions. This explains the smoothness of cw SC spectra and why they exhibit no visible signature of individual solitons. As regards the decreasing slope of the spectrum on the long wavelength side of the pump, we can simply interpret it from the low probability to generate solitons that undergo a large frequency shift. The experimental situation does therefore not correspond to one particular simulation. Instead, we need an ensemble average over

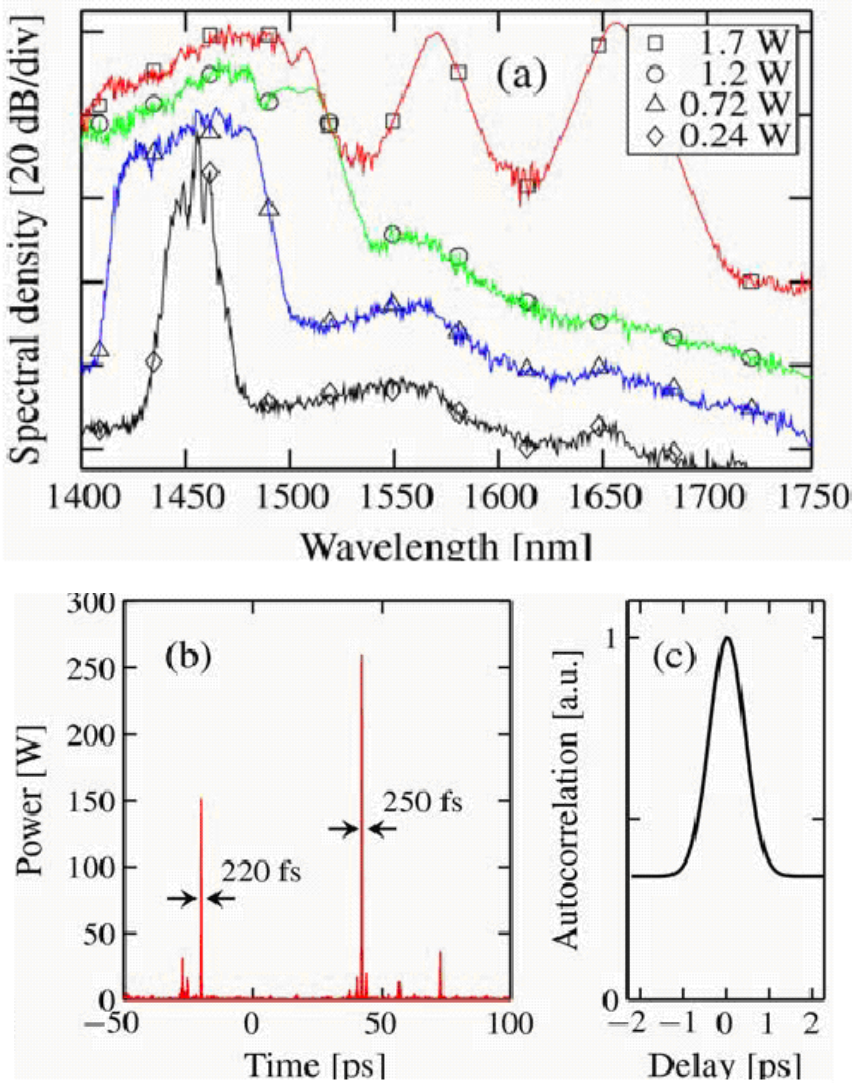


Figure 2: (a) Numerical output spectra for various pump power levels and (b) temporal intensity output at $P_p = 1.7$ W for the initial condition shown in figure 1a. (c) Measured intensity autocorrelation of the SC at $P_p = 1.7$ W

many identical simulations performed with different random initial spectral phases. The result of such a calculation is plotted in Figure 3 (plain curve) in Ref. [13] for $P_p = 1.7$ W. As can be seen, the agreement is excellent. The SC smoothness is now reproduced

correctly, as are some fine spectral features such as the location of the maximum as well as the shape of the blue shoulder. Note that we have not performed any adjustments of the simulation parameters to try to fit better the experimental and numerical results. Many

factors can explain the observed discrepancy in the generated bandwidth and we are currently improving our simulations to get an even better agreement.

We must stress that our cw simulations are made very complex by the long fibre length and by the associated huge temporal walk-off between the generated components (~ 4 ns). In practice, our numerical window is not wide enough to prevent a cyclic wrapping of the temporal envelope during propagation, which arises due to the periodic boundary conditions of the integration scheme. We have however tested that the calculated ensemble-averaged spectrum is pretty much insensitive to the temporal width of the numerical window in a wide range of parameters. This indicates that the randomness of the pump fluctuations, even on a limited duration, is sufficient to account for the underlying physics.

4.- Conclusion

In this work, we have presented the first detailed numerical study of the process of SC generation in the cw regime. Our work confirms that cw SC spectra originates from a mechanism identical to pulsed SC, namely the break-up of initial fluctuations into multi-solitons undergoing self-frequency shift and dispersive wave generation. This scenario does however not account for the spectral smoothness of the experimental spectra. Our numerical simulations have demonstrated that the partially-coherent character of the cw pump beam is actually the key ingredient to interpret this important feature. The pump incoherence manifests itself by random phase and intensity fluctuations in the pump wave. This leads to the generation of a broad distribution of Raman solitons with widely different parameters. The SC spectral smoothness simply results from the fact that this distribu-

tion of solitons covers the entire SC bandwidth and is naturally averaged by measuring instruments. Clearly, the pump incoherence also plays a fundamental role in seeding the MI-induced break-up of the pump beam. We therefore expect that low coherence pump lasers should induce a cw SC more efficiently than highly coherent cw sources. More details about this work could be found in Ref.[19].

Acknowledgments

We would like to thank Héctor Fernández and Javier Solís for helping us with the autocorrelation measurements.

Bibliography

- [1]. J. K. Ranka et al., "Visible continuum generation in air-silica microstructure optical fibers with anomalous dispersion at 800 nm", *Opt. Lett.* 25, 25 (2000).
- [2]. S. Coen, et al., "Supercontinuum generation by stimulated Raman scattering and parametric four-wave mixing in photonic crystal fibers", *J. Opt. Soc. Am. B* 19, 753 (2002).
- [3]. A. V. Avdokhin et al., "Continuous-wave, high-power, Raman continuum generation in holey fibers", *Opt. Lett.* 28, 1353 (2003).
- [4]. J. W. Nicholson et al., "Pulsed and continuous-wave supercontinuum generation in highly nonlinear, dispersion-shifted fibers", *Appl. Phys. B* B77, 213 (2003).
- [5]. M. González-Herráez et al., "Supercontinuum generation using a continuous-wave Raman fiber laser", *Opt. Commun.* 226, 323 (2003).

- [6]. A. K. Abeeluck et al., "Continuous-wave pumping in the anomalous- and normal-dispersion regimes of nonlinear fibers for supercontinuum generation", *Opt. Lett.* 30, 61 (2005).
- [7]. Hartl et al., "Ultrahigh-resolution optical coherence tomography using continuum generation in an air-silica microstructure optical fiber", *Opt. Lett.* 26, 608 (2001).
- [8]. D. L. Marks et al., "Study of an ultrahigh-numerical-aperture fiber continuum generation source for optical coherence tomography", *Opt. Lett.* 27, 2610 (2002).
- [9]. A. V. Husakou et al., "Supercontinuum generation of higher-order solitons by fission in photonic crystal fibers", *Phys. Rev. Lett.* 87, 203901 (2001).
- [10]. Herrmann et al., "Experimental evidence for supercontinuum generation by fission of higher-order solitons in photonic fibers", *Phys. Rev. Lett.* 88, 173901 (2002).
- [11]. G. Genty et al., "Effect of cross-phase modulation on supercontinuum generated in microstructured fibers with sub-30 fs pulses", *Opt. Express* 12, 4614 (2004).
F. Vanholsbeeck et al., "Cascaded Raman generation in optical fibers: Influence of chromatic dispersion and Rayleigh backscattering", *Opt. Lett.* 29, 998 (2004).
- [12]. S. Martín-López et al., "Fuente supercontinua en fibra óptica (basada en bombeo continuo)", *Una década del instituto de Física Aplicada, 1995-2005* (2005)
- [13]. L. Corwin et al., "Fundamental noise limitations to supercontinuum generation in microstructure fiber", *Phys. Rev. Lett.* 90, 113904 (2003).
- [14]. A. Mussot et al., "Spectral broadening of a partially coherent CW laser beam in single-mode optical fibers", *Opt. Express* 12, 2838 (2004).
- [15]. P. Beaud et al., "Ultrashort pulse propagation, pulse breakup, and fundamental soliton formation in a single-mode optical fiber", *IEEE J. Quantum Electron.* QE-23, 1938 (1987).
- [16]. E. M. Dianov et al., "Stimulated Raman conversion of multisoliton pulses in quartz optical fibers" *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* 41, 242 (1985) [*JETP Lett.* 41, 294 (1985)].
- [17]. J. M. Dudley et al., "Coherence properties of supercontinuum spectra generated in photonic crystal and tapered optical fibers", *Opt. Lett.* 27, 1180 (2002).
- [18]. F. Vanholsbeeck et S. Martín-López, M. González-Herraez and S. Coen., "The Role of Pump Incoherence in Continuous-Wave Supercontinuum Generation", *Opt. Express* 13, 6615 (2005).

Fabricación y caracterización de cristales fotónicos bidimensionales para nuevos dispositivos optoelectrónicos

Fabrication and characterization of 2D photonic crystals for new optoelectronic devices

P. A. Postigo^{*(1)}, A. R. Alija⁽¹⁾, L. J. Martínez⁽¹⁾ and J. Sánchez-Dehesa⁽²⁾

⁽¹⁾Departamento de Dispositivos, Sensores y Biosensores, Instituto de Microelectrónica de Madrid (IMM-CNM-CSIC), Isaac Newton 8 -PTM-
Tres Cantos 28760 Madrid, Spain

⁽²⁾Centro de Tecnología Nanofotónica & Dpto. Ingeniería Electrónica,
ETSI Telecomunicación, Universidad Politécnica de Valencia,
Camino de Vera s/n E-46022 Valencia, Spain

**Email: aitor@imm.cnm.csic.es*

Resumen.- Los cristales fotónicos fueron planteados a finales de los años ochenta como una posible solución al control de la emisión espontánea y a la localización de la luz. Sin embargo, sólo en los últimos años, con el advenimiento de las tecnologías de nanofabricación, se han conseguido las primeras aplicaciones prácticas de elevado impacto tecnológico, como los láseres de cristal fotónico o las guías de onda nano-estructuradas con gap fotónico. En la actualidad se están planteando nuevos dispositivos que permitan la emisión eficiente de un solo fotón o la captura de un átomo en el interior de una nanocavidad de cristal fotónico. En este seminario se mostrará la fabricación y caracterización de nuevos dispositivos con gap fotónico, como emisores láser de fase Suzuki o resonadores láser de anillo, y se mostrarán sus propiedades de emisión en el campo lejano y de sintonización mediante el control preciso del proceso de fabricación. Estos nuevos dispositivos pueden ser usados como nuevos sensores ópticos y como eficientes nanoemisores de luz láser.

Abstract.- Photonic crystals were discovered in the 80s as a possible solution to the control of the spontaneous emission and localization of light. Nevertheless only in recent years, with the spreading of nanotechnologies, the first applications with high technological impact have been achieved, like planar photonic crystal lasers or the nanostructured photonic crystal waveguides. Nowadays new types of optoelectronic devices like single photon emitters based on photonic crystal nanocavities are being pursued. In this talk we will show the fabrication and characterization of new photonic bandgap devices, like Suzuki-phase laser emitters or ring-like emitters, and we will show their emission properties in the far field and their tuning by the fabrication process. These new devices may be used as new optical sensors and as efficient nanosources of laser light.

1.- Introducción

La búsqueda de fuentes compactas con emisión láser ha sido una parte central en el campo de investigación de la fotónica y optoelectrónica. Los cristales fotónicos [1] y los cristales fotónicos planares (o bidimensionales -2D-) son candidatos prometedores para la realización de fuentes compactas de luz láser en nanocavidades ópticas y su integración con guías de onda, moduladores y detectores. Hasta el momento se han realizado diferentes tipos de emisores láser a temperatura ambiente basados en nano y microcavidades bidimensionales y más recientemente, nuevos diseños basados en modificaciones de redes bidimensionales de cristales fotónicos han sido propuestos [2,3].

2.- Experimental

La figura 1 muestra el caso más simple de un cristal fotónico: el caso unidimensional (1D). Este cristal fotónico está formado por la disposición secuencial de láminas de dos materiales con dos índices de refracción diferentes. El caso más conocido de estas estructuras lo constituyen los reflectores de Bragg. Sin embargo, el análisis de estos dispositivos desde la perspectiva de sus bandas fotónicas ha permitido descubrir nuevas propiedades y aplicaciones. Por ejemplo, hemos fabricado un cristal fotónico 1D como reflector de alta eficiencia para un fotodetector de ultraalta-velocidad en $1.5\ \mu\text{m}$ basado en GaAs (figura 2). El proceso de detección a partir de dos fotones y por tanto poco probable, es incentivado en la longitud de onda deseada mediante la introducción del reflector 1D [4].

La figura 2 muestra el caso bidimensional (2D) de un cristal fotónico. En este caso, una red de agujeros circulares perforada en un material proporciona una estructura de bandas fotónicas. El confinamiento en el plano viene dado por la banda prohibida para

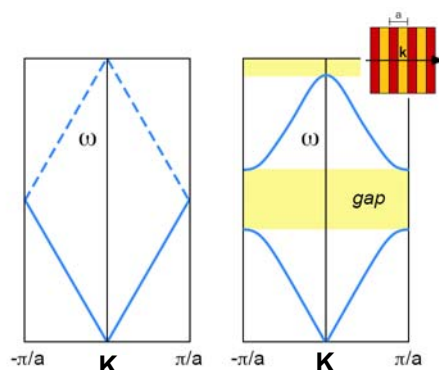


Figura 1.- Izda: relación de dispersión de la luz para un sistema isotrópico. Dcha: cuando el material está compuesto por capas periódicas con diferentes índices de refracción aparece una zona de energías prohibida para fotones en el interior de ese material (gap fotónico).

fotones mientras que el confinamiento en la dirección perpendicular se realiza mediante reflexión total interna. Como material hemos usado epitaxias de semiconductores III-V ya que poseen la ventaja de ser materiales activos, generando fotones a partir de una excitación mediante fotones o electrones. Hemos usado principalmente semiconductores basados en InP e InGaAs y sus aleaciones (InGaAsP) en los que se cuenta además con una gran experiencia en su síntesis mediante epitaxia de haces moleculares (molecular beam epitaxy, MBE).

Las heteroestructuras consisten típicamente en 4 pozos cuánticos de la aleación ternaria InAsP con un espesor de 5nm diseñados para obtener emisión en longitudes de onda $\sim 1.5\ \mu\text{m}$. Estos pozos cuánticos están separados por barreras de 20nm de espesor. El espesor total de la heteroestructura es de 237 nm. Esta lámina de material epitaxial es pegada a un sustrato de vidrio o de Si con una capa intermedia de adhesión de SiO_2 . Para el procesamiento de las epitaxias con el fin de fabricar emisores de cristal fotónico, se

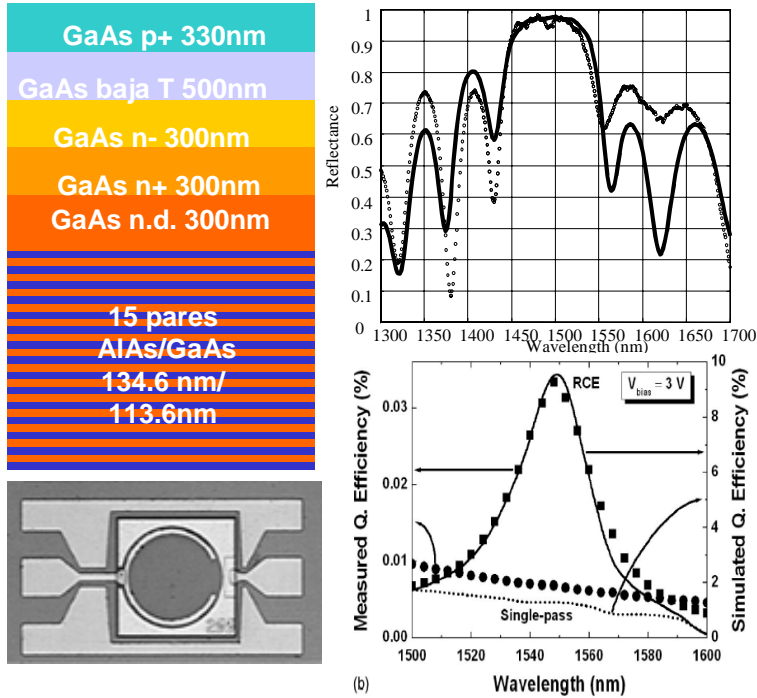


Figura 2.- Sup. izq: Estructura fabricada para un fotodetector de ultra-alta-velocidad sobre GaAs en 1.5 μm . Sup. Dcha: espectro de reflectividad del cristal fotónico 1D. Abajo izda: imagen del detector fabricado. Abajo dcha: eficiencia cuántica del dispositivo con un máximo en la región incentivada por el cristal fotónico.

han depositado primeramente 2700 Å de SiO_x mediante el método de plasma-enhanced chemical vapor deposition (PECVD). Esta capa es usada como máscara durante el proceso de ataque por haces de iones reactivos posterior. Sobre el SiO_x se deposita por centrifugado una capa de resina (PMMA) sensible a la exposición mediante nanolitografía por haz de electrones. De esta forma se dibujan los diferentes diseños que están comúnmente basados en matrices de círculos con simetría triangular, ya que maximiza el gap fotónico para el modo TE. Áreas de un tamaño de unas 100×100 μm son cubiertas con diferentes diseños.

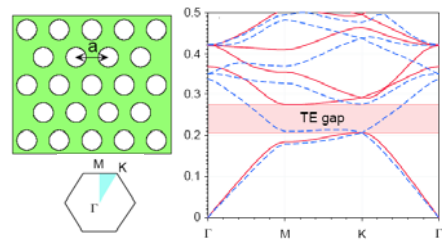


Figura 3.- Izda: Red 2D de simetría triangular de cilindros de aire en dieléctrico y zona de Brillouin. Dcha: diagrama de bandas para fotones en este material, con un ancho gap para el modo TE.

El parámetro de red a varía entre los 400 y los 500 nm y los radios r de los círculos varían entre los 90 nm y 150 nm con el fin de obtener factores de llenado de alrededor de 40% y un factor $r/a \sim 0.34$ que maximicen el gap [5]. Después del revelado la muestra pasa a un ataque anisotrópico mediante haces de iones reactivos para transferir el diseño realizado en el PMMA al material semiconductor. La nanolitografía mediante haz de electrones presenta la ventaja de ser un proceso altamente controlable, permitiendo la fabricación, por ejemplo, de defectos intencionados (ausencia de uno o varios nanoagujeros). Estos defectos actúan a semejanza de los

niveles de dopante en las bandas electrónicas de los semiconductores, proporcionando un nivel de energía accesible para los fotones en el interior del gap fotónico. Mediante estos defectos se pueden fabricar nano y microcavidades que permiten aislar o localizar la emisión de luz en regiones específicas y para valores específicos de su frecuencia. Hemos fabricado estas cavidades de cristal fotónico (Figura 4) y hemos estudiado por primera vez la variación de la emisión espontánea en estas cavidades en función del espesor de la membrana de semiconductor en la que han sido fabricadas [6].

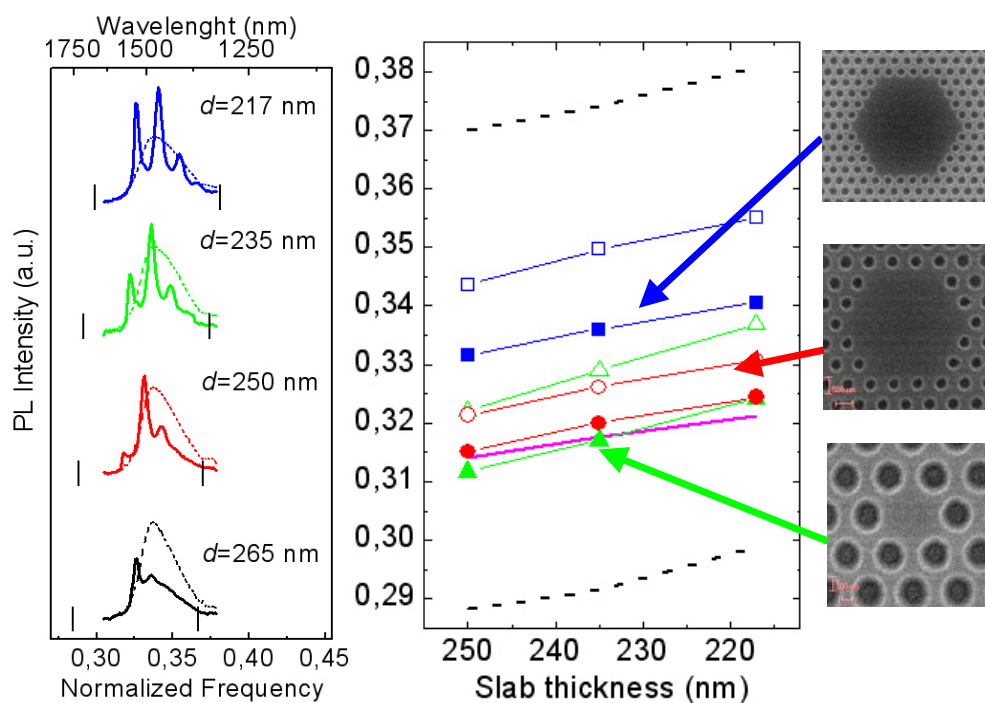


Figura 4.- Efecto de la tercera dimensión en cristales fotónicos 2D. Izda: Espectros de emisión espontánea en una microcavidad fotónica en función del espesor de la membrana en la que está fabricada. Dcha: Variación de los modos de emisión en diferentes nano y microcavidades fotónicas con el espesor de la membrana.

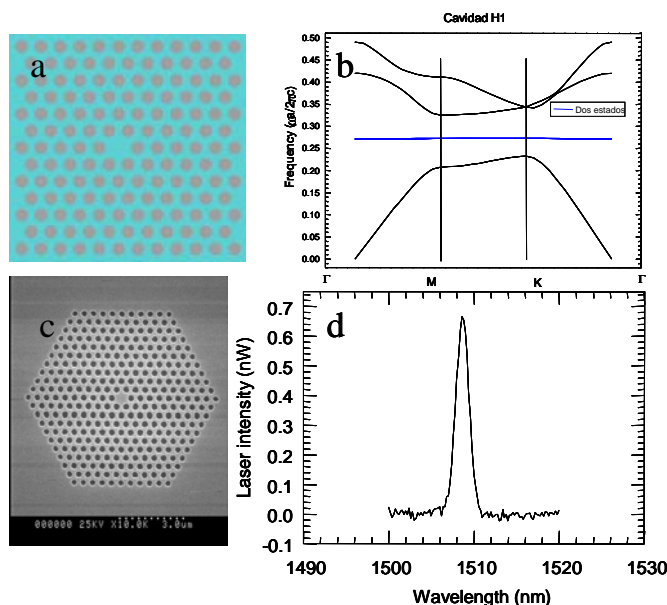


Figura 5.- a) Nanocavidad fotónica formada por la eliminación de un cilindro de aire. b) Diagrama de bandas con el nivel de defecto. c) Imagen SEM de la cavidad fabricada. d) espectro de emisión láser.

El alto nivel de confinamiento proporciona excelentes cavidades resonantes que permiten la fabricación de emisores láser con tamaños muy pequeños. Se han realizado diversos tipos de emisores láser bidimensionales: emisores basados en nanocavidades (figura 5), o microcavidades en redes triangulares con simetría de fase Suzuki (figura 6) y anillos resonadores con nanocavidades en las esquinas (figura 7). Las redes de fase Suzuki poseen una estructura de bandas fotónicas muy particular [8] que presenta bandas muy planas en el espacio recíproco que favorecen la interacción luz-materia debido a la baja velocidad de grupo en diferentes puntos de la red recíproca. Por otro lado, los resonadores en anillo poseen la particularidad de la emisión estimulada mediante modos de galería. Finalmente, el emisor láser de la figura 5 emite luz en 1.5 μm desde una región espacial de tamaño muy

reducido (unos 450 nm de diámetro) formada por la ausencia de un nanoagujero, formando así un auténtico nanoemisor o nanofuente láser.

La figura 6 muestra una cavidad creada por la introducción de defectos intencionados en la red de fase Suzuki de cilindros de aire en dieléctrico. Esta cavidad presenta un factor de calidad $Q_f=3300$ para el modo TE, emitiendo luz láser fuertemente monomodal. Como fuente de excitación óptica se ha utilizado un diodo láser con emisión en 780 nm pulsado a 1 MHz y con ciclos de trabajo entrono al 20%.

La figura 7 muestra dos tipos de anillos, uno con nanocavidades en las esquinas y otro sin ellas. La introducción de nanocavidades en las esquinas genera una emisión monomodal con una razón de supresión de modos mayor de 20 dBm.

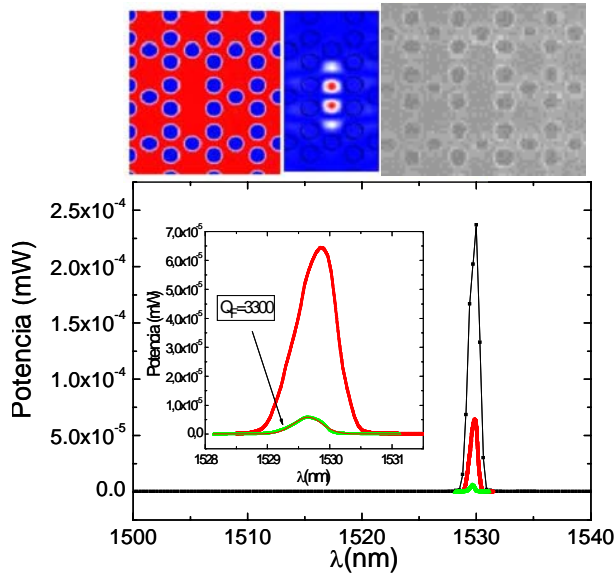


Figura 6.- Emisión láser en una cavidad fotónica en la red con simetría de fase Suzuki. El factor de calidad Q es de 3300. En la parte superior se muestra la cavidad, el modo de emisión calculado y una imagen SEM de la cavidad fabricada.

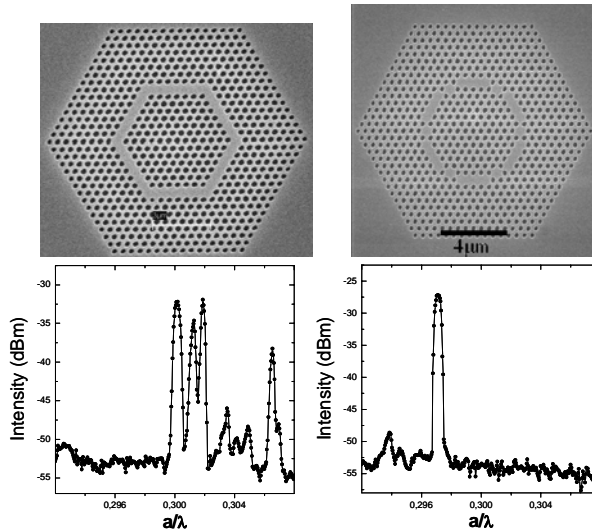


Figura 7.- Espectros de emisión láser de dos estructuras resonantes con forma de anillo. La introducción de nanocavidades en las esquinas de los seis segmentos que forman la guía hexagonal proporciona una emisión láser fuertemente monomodal (>20 dBm).

3.- Conclusión

Se han diseñado, fabricado y caracterizado nuevos dispositivos optoelectrónicos basados en cristales fotónicos 1D y 2D, como fotodetectores de alta velocidad y diversos tipos de emisores láser en cristales fotónicos bidimensionales. Estos dispositivos pueden ser usados como futuras nanofuentes de emisión láser para telecomunicaciones ópticas o sensores ópticos.

Agradecimientos

A.R. Alija agradece una beca predoctoral FPU AP2002-0474 del MEC. L.J. Martínez agradece una beca predoctoral I3P-CSIC. P.A. Postigo agradece un contrato “Ramón y Cajal” a los proyectos CAM GR\MAT\0729\2004, CICYT TIC2002-04096-C03-03, la red europea de excelencia PHOREMOST y a C. Seassal y P. Viktorovitch (LEOM) el suministro de parte del material epitaxial.

Bibliografía

- [1]. E. Yablonovitch, “Inhibited spontaneous emission in solid state physics and electronics”, *Phys. Rev. Lett.* 58, 2059 (1987).
- [2]. T. F. Krauss, R. M. De La Rue, and S. Brand, “Two-dimensional photonic-bandgap structures operating at near infrared wavelengths”, *Nature* 383, 699 (1996).
- [3]. O. J. Painter, A. Husain, A. Scherer, J. D. O'Brien, I. Kim, and P. D. Dapkus, “Room temperature photonic crystal defect lasers at near-infrared wavelengths in InGaAsP” *J. Lightwave Technol.* 17, 2082 (1999).
- [4]. L.J. Martínez, A. García-Martín, and P. A. Postigo “Photonic band gaps in a two-dimensional hybrid triangular-graphite lattice”, *Optics Express* 12 (23) 568-5689 (2004).
- [5]. B. Butun, N. Biyikli, O. Aytur, I. Kimukin, E. Ozbay, P.A. Postigo, J.P. Silveira, and A.R. Alija “High-speed 1.55 μm operation of low-temperature grown GaAs based resonant cavity enhanced p-i-n photodiodes”, *Applied Physics Letters* 84 (21), 4185-4187 (2004).
- [6]. A.R. Alija, L.J. Martínez, A. García-Martín, M.L. Dotor, D. Golmayo and P. A. Postigo, “Tuning of spontaneous emission of two-dimensional photonic crystal microcavities by accurate control of slab thickness”, *Applied Physics Letters* 86 (14) 1101-1103 (2005).

***Electroluminiscencia y amplificación óptica en nanoestructuras de silicio:
hacia la integración de la electrónica y la fotónica***

***Electroluminescence and optical amplification in silicon nanostructures: Towards the
integration of electronics and photonics***

Blas Garrido

EME, Departamento de Electrónica, Universidad de Barcelona

Email: blas@el.ub.es

Resumen.- La línea de investigación de mi equipo pretende establecer una plataforma tecnológica de silicio en el campo de la fotónica, con objeto de desarrollar un amplio conjunto de aplicaciones. En particular, la fotónica de silicio carece todavía de una fuente de luz eficiente e integrable, como por ejemplo un LED o un láser. Recientemente, la utilización de nanocristales en óxidos de silicio o matrices de nitruros se han demostrado como materiales competitivos tanto para componentes activos (emisores de luz controlados electrónicamente y ópticamente), como pasivos (guías de onda y moduladores). El objetivo final es obtener una integración completa de las funciones electrónicas y ópticas en el mismo chip CMOS. La primera parte de este trabajo introducirá las propiedades ópticas y estructurales de LEDs fabricados con nanoestructuras de silicio. La segunda parte tratará la interacción de estos nanocristales con elementos de tierras raras (Er), que permiten un sistema híbrido eficiente de emisión en la tercera ventana de las fibras ópticas. Presentaré la fabricación de amplificadores para guías de onda ópticas en 1,54 μm , para los cuales hemos demostrado recientemente una ganancia óptica en guías ópticas hechas con materiales subóxidos de silicio.

Abstract.- This line of research of my group intends to establish a Silicon technological platform in the field of photonics allowing the development of a wide set of applications. Particularly, what is still lacking in Silicon Photonics is an efficient and integrable light source such an LED or laser. Nanocrystals in silicon oxide or nitride matrices have been recently demonstrated as competitive materials for both active components (electrically and optically driven light emitters and optical amplifiers) and passive ones (waveguides and modulators). The final goal is the achievement of a complete integration of electronic and optical functions in the same CMOS chip. The first part of this paper will introduce the structural and optical properties of LEDs fabricated from silicon nanostructures. The second will treat the interaction of such nanocrystals with rare-earth elements (Er), which lead to an efficient hybrid system emitting in the third window of optical fibers. I will present the fabrication and assessment of optical waveguide amplifiers at 1.54 μm for which we have been able to demonstrate recently optical gain in waveguides made from sputtered silicon suboxide materials.

1.- Electroluminescence from Si-based LEDs

Si nanocrystals (Si-nc) in transparent dielectric matrices, such as SiO_2 and SiN_x , have been revealed as efficient and robust light emitters and represent the most promising active materials for optoelectronic devices in Si technology [1-5]. Among the different approaches to synthesize the Si-nc [1-7], ion implantation is the most widely used but PECVD has been demonstrated as an interesting alternative as thick layers of silicon rich silicon oxide (SRSO) with uniform Si-excess can be grown routinely [3]. Figure 1 shows TEM micrographs of Si-nc obtained by us by using ion implantation of Si in SiO_2 .

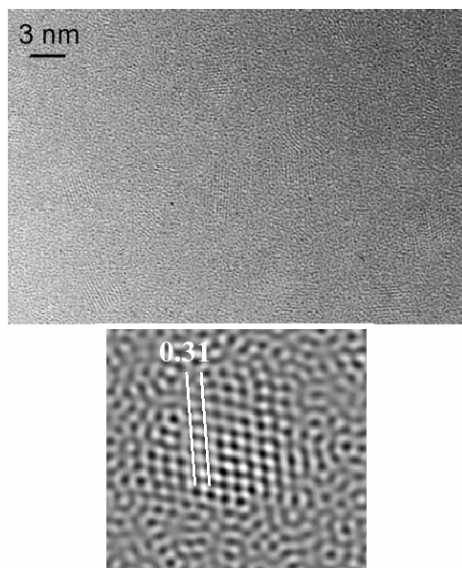


Figure 1.- Si nanocrystals formed by ion implantation

Several authors have reported electroluminescence (EL) from MOS light emitting diodes (LEDs) based on Si-nc/ SiO_2 materials [7-10], most of them working under direct

current (DC) polarization. The carrier injection in devices with thick SRSO layers proceeds through Fowler-Nordheim (F-N) tunneling and requires the application of high voltages. Under this regime, the charge transport in the oxide takes place via hot-electrons and the electron-hole pairs are generated by impact ionization of the Si-nc [9]. Hot electron transport leads to a fast degradation of the oxide matrix and a low device endurance. In our previous studies [8], we observed that a reduction of the oxide thickness avoids the impact ionization and favours the creation of excitons by simultaneous injection of electrons and holes from opposite contacts. Nevertheless those devices (with SRSO of ~ 12 nm) showed very low external quantum efficiencies as most of the current was tunnelling assisted by the Si-nc and failed to create excitons. Figure 2 shows some facts of these first devices.

R.J. Walters et al. [11] reported a very promising innovation introducing the concept of alternate injection in which electron and holes were sequentially injected into the Si-nc from the substrate by alternate polarization. Those field emission (FE-LED) devices were obtained by implantation of Si ions into thermally grown SiO_2 . However, it is desirable to move to continuous layers, such as PECVD ones, which provide a flat profile of Si excess and a lower amount of defects specially at the interface (tails of the implantation profile).

We have recently obtained FLEDs with high emission efficiency. The device structure is a MOS capacitor with Si-nc embedded in the SiO_2 . The SRSO layers were deposited on a p-type Si-substrate by a PECVD reactor using pure silane and nitrous oxide as reaction precursors. The phase separation was achieved by submitting the SRSO layers

to high temperature (1250°C) annealing in N₂ atmosphere during 1 h. Detailed studies showed that photoluminescence (PL) was maximized for a 17% Si atomic excess. We found that this gives rise to very uniform Si-nc distribution with a mean nc-size of about 3.6 nm and an estimated density of $\sim 5 \cdot 10^{17}$ Si-nc/cm³. N-doped semitransparent polycrystalline silicon (poly-Si) 250 nm thick was deposited as a contact layer. Transmittance spectra show that the poly-Si contacts have a transmission of $\sim 48\%$ in the region of interest (1.4 eV - 1.8 eV). At the onset of the negative voltage pulse (figure 3) an accumulation layer of holes is created at the interface between the SRSO and the substrate. If the driving voltage is large enough, then part of these holes are injected into the Si-nc. At the fall edge of the polarisation pulse (voltage drops back to zero, figure 3), two contributions to the current transient are observed with different fall-times. The faster one can be assigned to the depletion of holes from the accumulation layer (discharge of the capacitor). The slow contribution has a characteristic time of several μ s (figure 3b) and is the one correlated with the EL emission; so, we assign this current to the creation of an inversion layer of electrons at the interface between the SRSO and the substrate. Consequently, the Coulomb field created by the positively-charged Si-nc stimulates the injection of electrons from the substrate to the Si-nc, creating excitons inside. It is worth noting that the alternate injection mechanism only involves the Si-nc located relatively close to substrate so hot electron transport and impact ionization are avoided. Therefore, under these operation conditions the reliability of the device is considerably improved. Figure 3 shows the time-resolved measurements of the excitation pulse (a), the current transient at the load resistor (b) and,

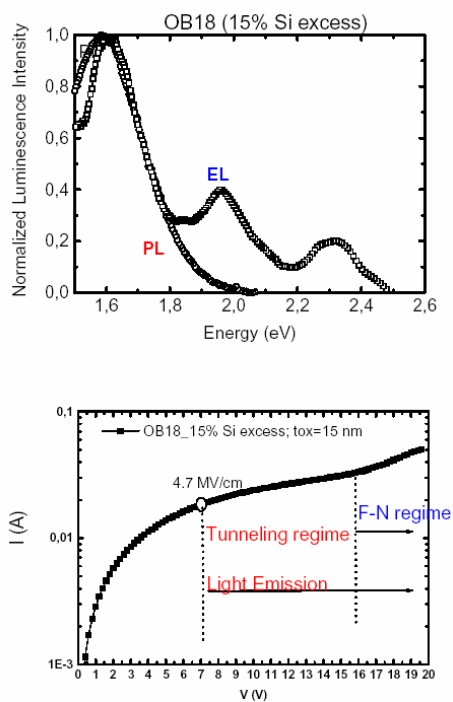


Figure 2-. Spectral emission and I-V of the first continuous LEDs

finally, the EL (c). The curves are represented at the excitation pulse fall-edge, i.e. when the second carrier injection takes place. Comparing the EL emission and the current transient it becomes clear that the EL emission starts once the depletion of holes has been produced (after the fast current component, ~ 80 ns) and is triggered by the formation of the electron inversion layer caused by the slow component of the current. The calculated fall-time is $\sim 5 \mu$ s, with a dispersion parameter β of about ~ 0.6 . We have also estimated the external (plug-in) efficiency of our LEDs by carefully calibrating our set-up and the photomultiplier with a commercial LED. We obtain typical values of 0.03 %. Measurements in reference

capacitors of the same batch without Si-nc show that using a suitable control oxide the leakage current can be reduced in such a way that the external efficiency would increase by a factor of more than 300, i.e., up to 9%. Furthermore, this is not an intrinsic limitation, as reducing the series resistance (geometrical plus contact) which is of about $80\ \Omega$, will reduce power losses and further increase emission efficiency.

2. Optical amplification in waveguides with Si-nc plus Er

There is a great potential of the material Er-doped SiO_x as a material well adapted for optical amplification, due to the fact that the effective cross-section for absorption increases more than 3 orders of magnitude and the spectra is broad so that cheap LEDs can be used to pump the waveguides instead of expensive lasers as is done in the EDFAs. The material in itself has been the subject of many studies, so far only a few groups have actually fabricated optical waveguides with Er-doped SiO_x as the active layer and studied its amplification properties, in fact Shin and co-workers and us. Shin and co-workers claimed to have observed high optical gain in several $\text{SiO}_x\text{:Er}$ waveguides [1-3] even, in one case, while optically pumping with a LED. They reported a Signal Enhancement ($I_{\text{pumpON}}/I_{\text{pumpOFF}}$) between 1.9 dB/cm and 3.5 dB/cm was reported in the range comprised between 1.51 and 1.56 microns, for a pump flux of 1.5 W/cm², when pumping from the top with the 477 nm line of an Argon laser.

Regarding our own investigations, in the framework of the European Project Sinergia different waveguides containing Er-doped SiO_x were fabricated and characterized, both by PECVD and Sputtering, with different Si excess and Er content. All samples were studied for optical losses, and it was found that

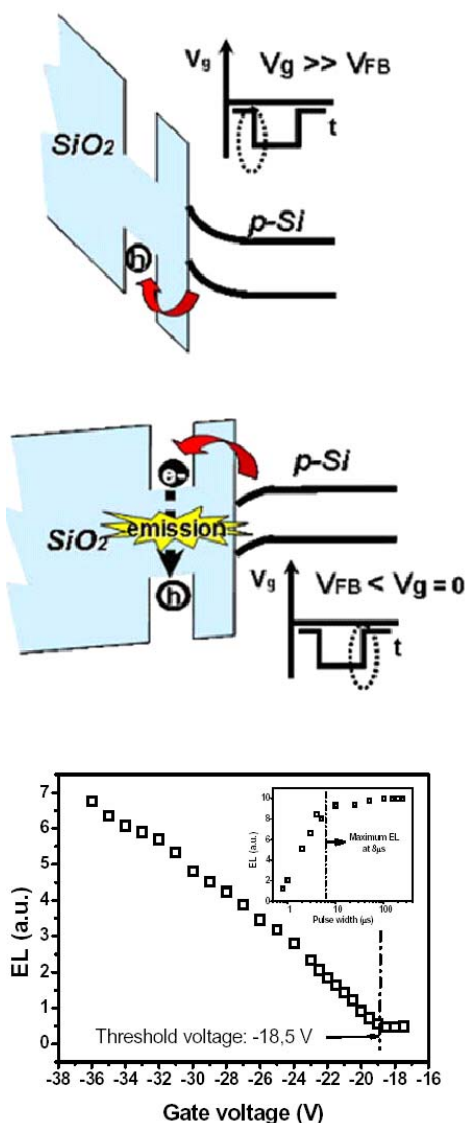


Figure 3.- Schematic representation of injection and EL intensity versus voltage of the FLEDs.

the losses increased with the refractive index, due to the stronger scattering effects induced by a greater index contrast with the SiO_2 . The

Si content was thus reduced and the deposition parameters and annealing processes were finely tuned in order to improve the waveguide losses, which in the end attained values as low as 0.7 dB/cm. Only the samples showing relatively low losses were finally subjected to pump & probe experiments to determine their potential as optical amplifiers. This section reports some of the most interesting results obtained in these studies. The samples from which we have waveguides are:

A series of strip-loaded waveguides were fabricated with those materials. Optical lithography and reactive ion etching were used to define the ribs on a SiO₂ cladding

deposited on top of the active layers. Two photolithography masks were used for waveguide definition. Next table with the data for the best waveguides. Figure 4 shows some micrographs and 5 the guided modes.

Sample label	Annealing time	thickness	Refractive index
A 109	60'	750 nm	1.531
A 127	30'	840 nm	1.501
A 165	10'	855 nm	1.482
A 166	5'	890 nm	1.468
A 167	1'	880 nm	1.463

Table I.- Thickness and refractive index of the samples studied .

Sample	Core layer (nm)	SiO ₂ top cladding (nm)	Etching depth (nm)	Refractive index	Γ	Length (cm)
A 108 (A 109)	750	1800	1600	1.531	0.55	3
A 127	840	1000	340	1.501	0.48	2
A 129 (A 165)	855	1000	310	1.482	0.30	1.8

Table II. Physical parameters of the waveguides grown on the different samples.

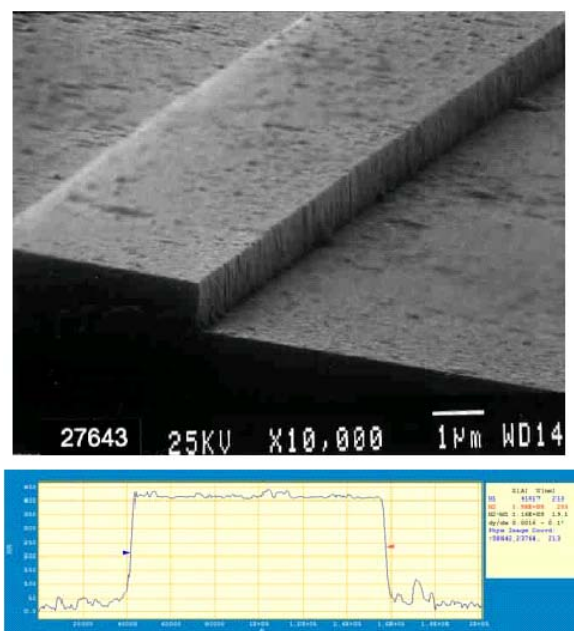


Figure 4.- SEM and AFM profile of a rib-loaded waveguide.

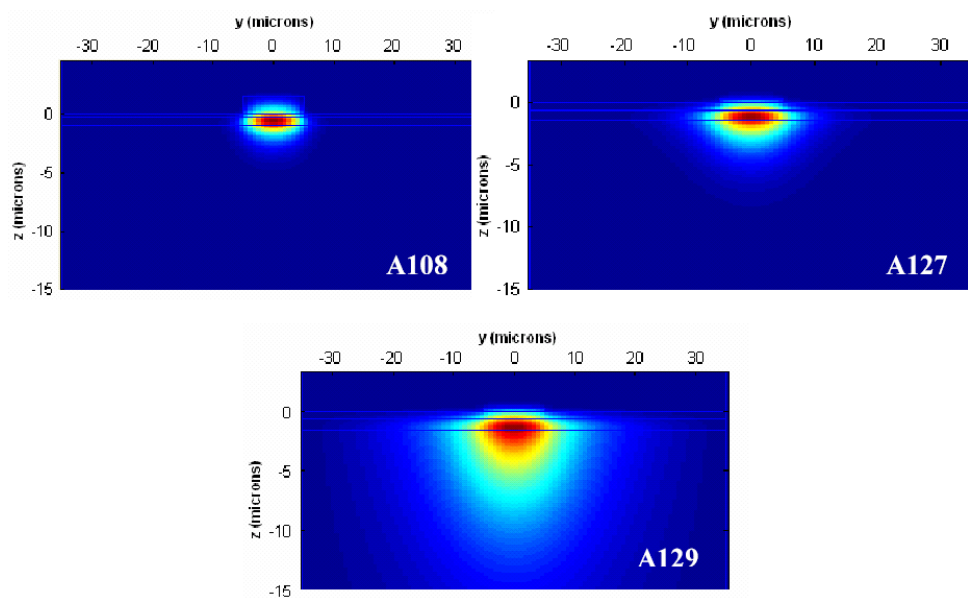


Figure 5.- Simulated fundamental modes in the fabricated 6 μ -wide waveguides in sample A108 and 10 μ -wide waveguides in samples A127 and A129.

For measuring losses we used as signal source the telecom laser, which emitted up to 6 mW in the range 1500 nm-1600 nm. Light was coupled into the waveguides through a tapered fibre. We could apply the cut back method as we lack of samples for them. We therefore resorted to measuring total losses. The result of the measurement at different wavelengths in a typical 6 μm wide waveguide is reported in figure 6. By subtracting the baseline to the data, a maximum Er-related absorption of 15 dB can be determined, at a wavelength of 1.533 μm . Dividing by the length of the waveguide (3 cm), the Er-related absorption coefficient can be estimated for all wavelengths.

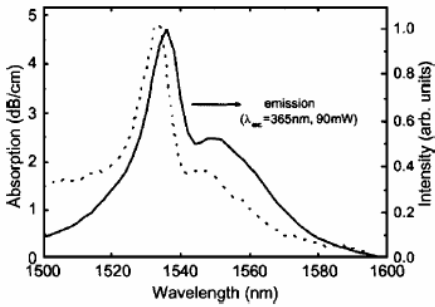


Figure 6.- Losses related to Erbium absorption (dotted line), plotted alongside the PL emission of the sample (continuous line).

$$\alpha(\text{dB}) = 4.34 \times N_{\text{Er}} \times \Gamma \times \sigma \times L \rightarrow$$

$$\sigma = \frac{\alpha}{4.34 \times N_{\text{Er}} \times \Gamma \times L} = 5 \times 10^{-21} \text{ cm}^2$$

This value, which is also that of the stimulated emission cross-section, corresponds to that of Er in SiO_2 , and contradicts previous reports by Polman et al. and Shin et al., which stated that these cross-sections in

SiOx were increased by one order of magnitude with respect to their value in SiO_2 . The maximum gain, being equal to the Er-related absorption, is of 5 dB/cm. The fact that losses of only 2dB/cm must be overcome means that, in the event that total inversion could be attained, these waveguides could still supply a net optical gain of 3 dB/cm, a higher value than in most available EDWAs [12-17].

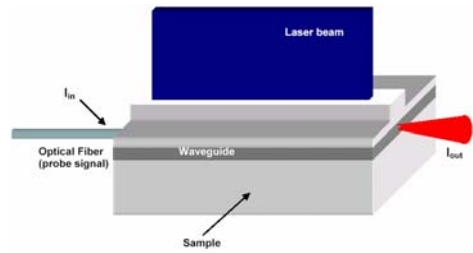


Figure 7.- Schematic representation of a pump & probe experiment with pumping from the top.

So, we determined the dependence of optical amplification with the signal wavelength. The pump was set at high power (8×10^{21} phot/cm 2 ·s), while the probe wavelength was varied between 1.525 μm and 1.550 μm , at a fixed pump power of 0.2 mW at laser exit. The corresponding SE values are plotted in figure 4 together with the normalized emission spectrum for the Erbium. Amplification takes place exclusively for wavelengths that fall within the peak of emission of the Erbium, between 1.53 μm and 1.54 μm , where the stimulated emission is strong enough to overcome the carrier absorption. The fact that no signal enhancement is observed outside this range confirms the validity of our results, completely excluding the possibility that the increase in signal could be due to anything other than stimulated emission by Erbium ions.

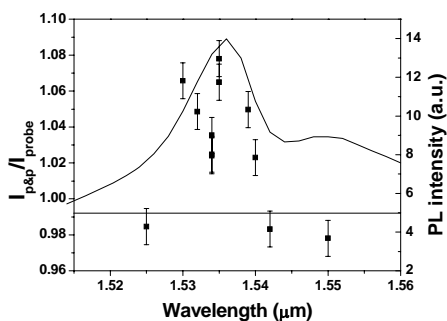


Figure 8.- Dependence of the Signal Enhancement with the wavelength of the probe signal, superimposed to a Photoluminescence spectra of the sample. Clearly, the signal is enhanced exclusively for wavelengths that lay within the peak of emission.

References and suggested reading for electroluminescence.

- [1]. T.S. Iwayama, N. Kurumado, D. E. Hole, and P. D. Townsend, J. Appl. Phys. 83, 6018 (1998).
- [2]. B. Garrido, M. López, O. González, A. Pérez-Rodríguez and J. R. Morante, Appl. Phys. Lett. 77, 3143 (2000).
- [3]. F. Iacona, C. Bongiorno, C. Spinella, S. Boninelli and F. Priolo, J. Appl. Phys. 95, 3723 (2004).
- [4]. Kwan Sik Cho, Nae-Man Park, Tae-Youb Kim, Kyung-Hyun Kim, Gun Yong Sung, and Jung H. Shin, Appl. Phys. Lett. 86, 071909 (2005).
- [5]. Baek-Hyun Kim, Chang-Hee Cho, Tae-Wook Kim, Nae-Man Park, Gun Yong Sung and Seong-Ju Park, Appl. Phys. Lett. 86, 091908 (2005)
- [6]. L. N. Dinh, L. L. Chase, M. Balooch, W. J. Siekhaus, and F. Wooten, Phys. Rev. B 54, 5029 (1996).
- [7]. K. Luterová, I. Pelant, J. Valenta, J.L.Rehspringer, D. Muller, J.J. Grob, J. Dian, and B.Hönerlange, Appl. Phys. Lett. 77, 2952 (2000).
- [8]. J. De La Torre, A. Souifi, A. Poncet, C. Busseret, M. Lemiti, G. Bremond, G. Guillot, O. González, B. Garrido, J. R. Morante, and C. Bonazos, Physica E 16, 326 (2003).
- [9]. A. Irrera, F. Iacona, G. Franzo, S. Boninelli, D. Pacifici, M. Miritello, C. Spinella, D. Sanfilippo, G. Di Stefano, P.G. Fallica, and F. Priolo, Opt. Mat. 27, 1031 (2005).
- [10]. D. J. DiMaria, J. R. Kirtley, E. J. Pakulis, D. W. Dong, T. S. Kuan, F. L. Pesavento, T. N. Theis, J. A. Cutro, and S. D. Brorson, J. Appl. Phys. 56, 401 (1984).
- [11]. R.J. Walters, H. Atwater, and G. Bourianoff, Nature Materials 4, 143-146 (2005).
- [12]. B. Garrido, J. Samitier, J.R. Morante, J. Monserrat, and C. Domínguez, Phys. Rev. B 49, 14845 (1994).
- [13]. M. Perálvarez, M. López, B. Garrido, J. R. Morante, J. Barreto, V. J. Cadarso, M. Riera, K. Zinoviev, and C. Domínguez, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 832, F.27 (2005).
- [14]. O. González-Varona, B. Garrido, S. Cheylan, A. Pérez-Rodríguez, A. Cuadras, and J. R. Morante, Appl. Phys. Lett. 82, 2151 (2003).
- [15]. J. Linnros, N. Lalic, A. Galeckas, and V. Grivickas, J. Appl. Phys. 86, 6128 (1999).
- [16]. E. Kameda, T. Matsuda, Y. Emura and T. Ohzone, Solid State Electronics, 42 (1998) 2105.

References and suggested reading for optical amplification.

- [17]. H.S. Han, S.Y. Seo, and J. H. Shin, Appl. Phys. Lett. 79, 4568-4570 (2001).
- [18]. H.S. Han, S.Y. Seo, J. H. Shin, N. Park, Appl. Phys. Lett. 81, 3720-3722 (2002).
- [19]. J. Lee and J. H. Shin, N. Park, J.Lightwave Tech. 23, 19-24 (2005).
- [20]. N. Daldosso, D. Navarro-Urrios, M. Melchiorri, L. Pavesi, F. Gourbilleau, M. Carrada, R. Rizk, C. Garcia, P. Pellegrino, B. Garrido and L. Gognolato, Appl. Phys. Lett. 86, 261103 (2005).
- [21]. H.Mertens, A.Polman, I.M.P. Aarts, W.M.M. Kessels and M.C.M. van de Sanden, Appl.Phys.Lett. 86, 241109 (2005).
- [22]. P. G. Kik and A. Polman, J. Appl. Phys. 91, 534 (2002).
- [23]. P. G. Kik and A. Polman, Nato Science Series, 93, 383-400 (2003).
- [24]. Internal report of the Sinergia Project.
- [25]. N. Daldosso, D. Navarro-Urrios, M. Melchiorri, L. Pavesi, C. García, P. Pellegrino, B. Garrido, C. Sada, G. Battaglin, F. Gourbilleau and R. Rizk, submitted to IEEE-Journal of Selected Topics on Quantum Confinement.
- [26]. Internal report of the Sinergia Project.
- [27]. N. Daldosso, M. Melchiorri, F. Riboli, M. Girardini, G Pucker, M. Crivellari, P. Bellutti, A. Lui, and L. Pavesi, J. Lightwave Technol. 22, 1734, (2004).
- [28]. K. Hattori, T. Kitagawa, M. Oguma, Y. Ohmori and M. Horiguchi, Electron. Lett. 30, 856 (1994).
- [29]. R. N. Ghosh, J. Shmlovich, C. F. Kane, M. R. X. de Barros, G. Nykolak, A. J. Bruce, and P. C. Becker, IEEE Photon. Technol. Lett. 8, 518 (1996).
- [30]. N. van den Hoven, R. J. I. M Koper, A. Polman, C. van Dam, J. W. M. van Uffelen, and M. K. Smit, Appl. Phys. Lett. 68, 1886 (1996).
- [31]. D. Barbier, J. -M. P. Delavaux, A. Kevorkian, P. Gastaldo, and J. M. Jouanno, Proc. OFC'95, San Diego, CA, (1995).
- [32]. H. J. van Weerden, T. H. Hoekstra, P. V. Lambeck, and Th. J. A. Popma, Proc. 8th European conference on integrated optics, Stockholm, Abstract EThA4, 169 (1997).
- [33]. Y. C. Yan, A. J. Faber, H. de Waal, A. Polman and P. G. Kik, Appl. Phys. Lett. 71, 2922 (1997).
- [34]. J.M. Moison, F.Barthe and M. Bensoussan, Phys.Rev.B, 27, 3611-3619 (1983).
- [35]. W. Spitzer and H. Y. Fan, Phys. Rev. 108, 268 (1957).

Luz lenta y luz rápida en fibras ópticas

Slow and fast light in optical fibres

Luc Thévenaz, Kwang-Yong Song, Miguel González-Herraez*

Laboratoire de Nanophotonique et Metrologie, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL),
Station 11, 1015 Lausanne (Suiza).

Email: Luc.Thevenaz@epfl.ch*

Resumen.- Demostramos un método para obtener un control extremadamente amplio y flexible de la velocidad de grupo en señales que se propagan en una fibra óptica. Este control se obtiene mediante mecanismos de ganancia y pérdida por scattering Brillouin estimulada en la propia fibra. Nuestros experimentos demuestran por un lado valores de la velocidad de grupo por debajo de 71.000 km/s y, por otro lado, valores superiores a la velocidad de la luz en el vacío. Demostramos incluso valores negativos de la velocidad de grupo, empleando un dispositivo experimental simple. Los resultados experimentales muestran una capacidad de sintonización del retraso óptico de hasta 152 ns sobre un pulso de 40 ns.

Abstract.- *We demonstrate a method to achieve an extremely wide and flexible external control of the group velocity of signals as they propagate along an optical fibre. This control is achieved by means of the gain and loss mechanisms of stimulated Brillouin scattering in the fibre itself. Our experiments show that group velocities below 71,000 km/s on one hand, well exceeding the speed of light in vacuum on the other hand and even negative group velocities can readily be obtained with a simple benchtop experimental setup. The experimental result shows tuneable optical delay as much as 152 ns with a 40 ns pulse.*

1.- Introduction

The active control of the speed of a light signal in an optical fibre is attracting much attention for the development of fast-access memories and optically controlled delay lines compatible with optical computing and fibre-optic communication systems. Recently a large effort has been carried out for realizing such an optically-controlled delay line in optical fibres, since they are believed necessary for the development of the future all-optical packet routers. Successful experiments to widely control the light group velocity have been reported these past few year [1], showing the possibility to slow the speed of light up to nearly stopping it or to achieve group velocity exceeding the vacuum light velocity c [2 and 3]. Strong negative group

velocities have also been demonstrated [4]. But all these experiments use special media like cold atomic gases [5, 6 and 7] or electronic transitions in crystalline solids [8] working at well defined wavelengths. Previous works have demonstrated the possibility of achieving superluminal group velocities in optical fibres [9], but with no optical control. Here we summarize our work this past year demonstrating for the first time a wide optical control of the signal velocity in an optical fibre, realized with the recently suggested approach of using the narrow band gain or loss generated by a nonlinear optical interaction, the stimulated Brillouin scattering [10]. The high flexibility of this interaction makes this active control possible in any type of fibre and at any wavelength, in particular in the low loss window of optical fibres.

2.- Theoretical background

Stimulated Brillouin Scattering (SBS) is usually described as the interaction of two counter propagating waves, a strong pump wave and a weak probe wave [11]. If particular phase matching conditions are met (namely $f_{\text{pump}} = f_{\text{probe}} + \nu_B$, ν_B being the Brillouin shift), an acoustic wave is generated. This acoustic wave scatters photons from the pump to the probe wave, stimulating the process. From a practical point of view, the process of SBS can be viewed as a narrowband amplification process, in which a continuous-wave pump produces a narrowband (30-50 MHz) gain in a spectral region around $f_{\text{pump}} - \nu_B$.

Assuming $f_{\text{pump}} = f_{\text{probe}} + \nu_B$ and no pump depletion, the spatial evolution of the electric field amplitudes of pump (A_p) and probe (A_s) waves under SBS is described by the following coupled equations:

$$\frac{dA_s}{dz} = -\frac{g_B}{2A_{\text{eff}}} \frac{|A_s|^2}{1 - 2j\left(\frac{\Delta\nu}{\Delta\nu_B}\right)} A_p - \frac{\alpha}{2} A_p, \quad (1)$$

$$\frac{dA_p}{dz} = \frac{g_B}{2A_{\text{eff}}} \frac{|A_p|^2}{1 + 2j\left(\frac{\Delta\nu}{\Delta\nu_B}\right)} A_s + \frac{\alpha}{2} A_s, \quad (2)$$

where g_B is the Brillouin gain coefficient, A_{eff} the mode effective area, $\Delta\nu$ the frequency deviation from ν_B , $\Delta\nu_B$ the gain bandwidth and α the linear attenuation coefficient. The usual treatment of these equations in the literature has basically concentrated on the intensity increase of the probe wavelength, which can be described with the exponential law $I_s(L) = I_s(0) \exp(g_B I_p L)$. However, while the real parts of the equations are related with gain in the probe wave or loss in the pump wave, the imaginary parts are responsible for additional phase shifts undergone by the two

waves [11]. More specifically, through the SBS process the pump wave induces a propagation constant change in the probe wave given by:

$$\Delta\beta = \text{Im} \left(\frac{g_B}{2} \frac{I_p}{1 + 2j\frac{\Delta\nu}{\Delta\nu_B}} \right), \quad (3)$$

where I_p is the pump power intensity in the fibre. This change in the propagation constant has strong frequency dependence, as shown in figure 1. If we consider a pulse propagating at the probe wavelength its velocity will be related to the group velocity $v_g = (d\beta/d\omega)^{-1}$. Thus, a sudden change in the propagation constant with frequency produces a strong change in the group velocity, which in turn introduces an additional delay of the pulse at the fibre output, $\Delta t = L/v_g$. If the frequency difference between pump and probe exactly matches the Brillouin shift ($\Delta\nu = 0$), the resultant optical time delay is given by $\Delta t = g_B I_p L / (2\pi\Delta\nu_B)$. We can thus say that the delay varies logarithmically with the net gain (loss) experienced by the probe. A fast evaluation of these quantities in conventional single-mode fibres ($\Delta\nu_B \approx 35\text{MHz}$) leads to a surprisingly simple rule-of-thumb: 1ns delay is introduced per dB gain introduced in the probe.

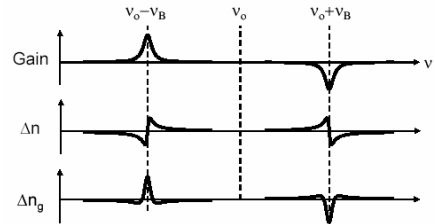


Figure 1.- Principle of signal delaying and advancement using stimulated Brillouin scattering

So far we have treated the case of gain in the probe, this is $f_{\text{Pump}} = f_{\text{probe}} + \nu_B$. In this case, an extra delay is introduced in the probe signal with respect to the normal propagation time along the fibre. By tuning the probe wavelength so that $f_{\text{Pump}} = f_{\text{probe}} - \nu_B$ we observe loss at the probe wavelength. The treatment of the loss case is exactly the same to the gain case but changing the roles of pump and probe in the coupled equations, so the delay in this case is not positive but negative. This is viewed as an advancement of the pulse with respect to the conventional propagation along the fibre.

3.- Experiments and results

Figure 2 shows the experimental setup, in which the pump and probe signals are generated through the modulation of the light from one laser [12]. This result in an ideal stability as far as the frequency difference between pump and signal is concerned, that is essential regarding the narrow spectral width of the Brillouin gain. To properly observe the delay, a pulse probe signal is generated while the pump is a continuous wave (CW). A DFB laser diode operating at 1552 nm was used as a light source and its output was launched into an electro-optic modulator (EOM) to create two first-order sidebands. The carrier

wave was suppressed by controlling the DC bias voltage delivered into the EOM and the frequency difference between the two sidebands was set exactly to the Brillouin frequency ν_B of the test fibre, that is around 10,8 GHz at this wavelength for standard fibres.

In order to measure the effect of Brillouin gain, the lower-frequency sideband was reflected by a narrow band fibre Bragg grating and optically gated to be used as a probe pulse. For this purpose another EOM was used as a fast optical gate, resulting in clean pulses with sharp rising and trailing edges. The higher-frequency sideband was used as the CW Brillouin pump after being amplitude-controlled by a broadband erbium-doped fibre amplifier and a variable attenuator. The time delay of the probe pulse was measured for different Brillouin gains by varying the pump amplitude from zero to several tens of mW. In the case of the Brillouin loss experiment, we swapped the roles of the two sidebands, so that the higher-frequency sideband was used to build the probe pulse and the lower frequency sideband was used to build the CW pump wave. Then, the measurement was performed in the same way by varying the power of the CW pump

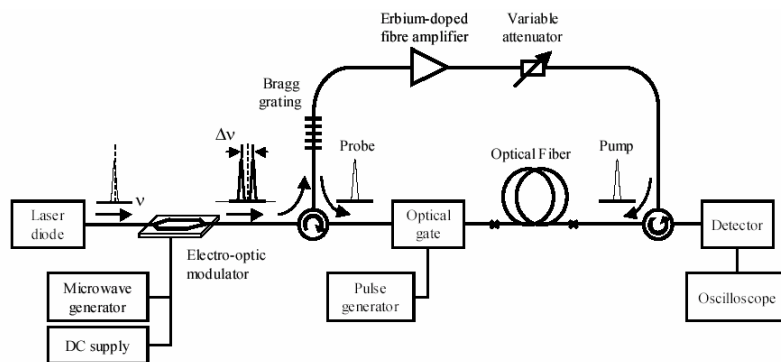


Figure 2.- Experimental configuration.

wave and monitoring the amplitude and the time delay of the probe pulse.

We first observed the delaying effect along a 11.8 km standard single mode fibre with the gain swept continuously from 0 dB to 30 dB. The probe pulse width (FWHM) was 100 ns and the maximum pump power was about 40 mW, limited basically by the threshold for amplified spontaneous Brillouin emission. We could see clear retardation of the pulse as the Brillouin gain increased and the maximum delay time was close to 30 ns when the gain was 30 dB. This corresponds to a $7,6 \times 10^{-4}$ group index change and the delay varies logarithmically with the net gain with a slope of 1,07 ns/dB, in good agreement with the theoretical prediction. Pulse advancement was also clearly observed in the loss configuration with a maximum value of -8.4 ns for a corresponding loss of 12 dB. A larger loss was practically difficult to obtain, non-attenuated residual signals at different wavelengths superposing with the probe pulse with comparable amplitudes. The time waveforms and the optical delay as a function of dB-gain are shown in figure 3. The distortion of the pulse shape came from the filtering effect due to the narrow bandwidth.

Since the delay (advancement) only depends on the overall gain (loss) experienced along the full fibre length for a given type of fibre, the group index change can be drastically increased by realizing the same gain (loss) over a shorter fibre using a higher pump power. In other words, the index change will scale in the inverse proportion of the fibre length for a fixed gain (loss) to maintain the same delay. Actually the group index change will vary from the 10^{-3} range for kilometre-long fibres to the unity range for meter-long fibres. In this latter case it is thus possible to conceive a system with a group

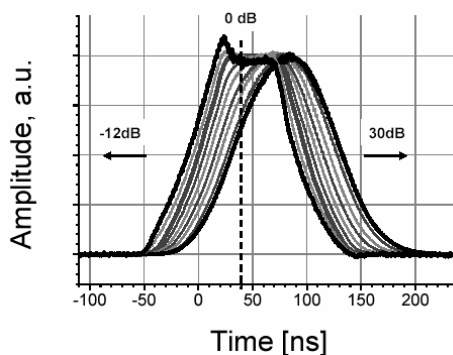


Figure 3.- Pulse waveforms and delay according to Brillouin gain and loss in 11,8 km Standard fibre using 100 ns pulse.

index smaller than 1, hence faster than the vacuum light velocity, or even negative, with the pulse maximum emerging out of the fibre before it actually enters the fibre.

We could experimentally verify that this extreme situation can be actually realized [13]. The same experiment was carried out in a sample of 2 m of standard single mode fibre. The main issue was to raise the pump power to 10 Watt range to obtain a 30 dB gain using stimulated Brillouin scattering over the short fibre. This could be achieved by forming a pulse train with the pump wave, so that the full gain is available in the erbium-doped fibre amplifier while the average output power is kept below the saturation power. Thus an additional electro-optic modulator was used to gate the pump pulse. This gating was synchronized with the probe pulse and the pump pulse was made longer than twice the propagation time in the fibre sample, so that the signal pulse sees a constant pump power while propagating throughout the entire fibre sample.

Figure 4-(a) shows time waveforms of pulses experiencing different gains and losses

through stimulated Brillouin scattering in the short fibre. The observed delays in this 2 m sample are fully comparable to those obtained along several kilometres of fibre. figure 4-(b) shows the pulse peak position as a function of the gain (loss) experienced by the signal and the equivalent group index change. As it can be seen, the group index could be increased continuously from 1,46 in normal conditions to 4,26 under high Brillouin gain, and lowered to -0,7 under high Brillouin loss, a negative group index meaning that the pulse peak exits the fibre before it enters. In other words, the group velocity could be changed continuously from 70.500 km/s to infinite and then to -428.000 km/s (~205.000 km/s in normal conditions), leading to impressive delays from -14,4 ns to +18,6 ns in only 2 meter of fibre. In terms of length, this means that the fibre effective length can be continuously changed from -3 m to 3,8 m.

It must be pointed out that a group velocity faster than the vacuum light velocity c or even negative does not break the famous principles resulting from causality and relativity. The fact that the spectral transition is

narrowband prevents all frequency components from experiencing the same group velocity and amplitude response, so that the information cannot finally propagate at a speed faster than c [5]. This leads to a severe distortion of the pulse in the case of fast light (starting and ending points at normal light velocity in the medium and non-attenuated, peak point at modified group velocity and attenuated), resulting in a steeper leading edge and a longer trailing edge. This can be clearly observed in figure 4-(a) in the case of strong pulse advancement. In the case of pulse delaying, the peak of the pulse is substantially amplified with respect to the leading and trailing edges, and the symmetry of the pulse appears better preserved

In order to extend the time delay, we introduced a new configuration composed of cascaded fibre segments including unidirectional optical attenuators in the fibre junctions as shown in figure 5 [14]. Four uniform fibre spools with the same Brillouin frequency and length of 1.1 km were used as gain media, and they were cascaded using unidirectional variable attenuators as shown in the inset.

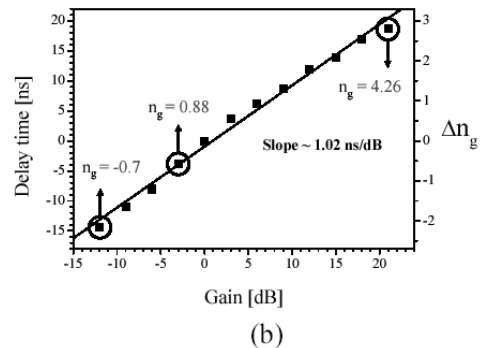
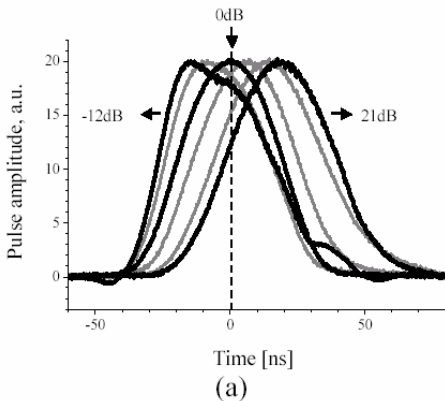


Figure 4.- (a) Pulse waveform at the fibre output; (b) Pulse delay and group index modification achieved using 2-m standard fibre with 40 ns pulse. The absolute group index is shown for extreme velocities (slowest, superluminal & negative)

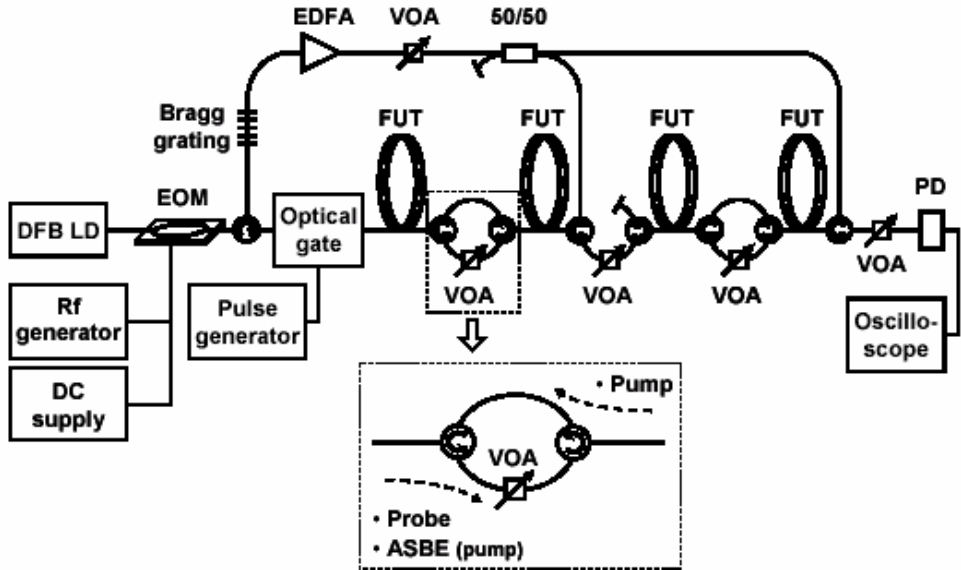


Figure 5.- Experimental setup using cascaded fibre stricture and unidirectional attenuators.

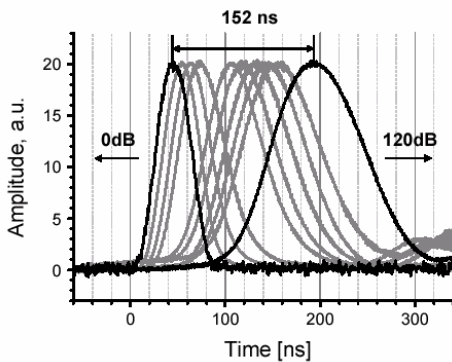


Figure 6.- Time waveforms of the probe pulses for different Brillouin gains, showing a time delay much exceeding the initial pulse width (42 ns).

In this configuration, the amplification of the probe pulse was periodically compensated by the variable optical attenuator (VOA), while the counter-propagating pump wave did not experience the attenuation. This feature helped avoiding the gain saturation coming from large amplification of the pulse, maintaining the induced optical delay. In addition, the depletion of the strong pump wave due to ASBE was also avoided by the periodic step absorption of the CW back-scattered wave.

The time waveforms of the probe pulses are shown in figura 6 according to the gain swept from 0 dB to 120 dB. A Gaussian-shaped pulse was used as the probe with an initial pulse width (FWHM) of 42 ns. Clear time delay was observed as the gain increased and the maximum delay of 152 ns was achieved when the gain was 120 dB, which

corresponds to 3,6 times the initial pulse width. In the mean time, a considerable broadening of the pulse from 42 ns to 102 ns was also observed which is attributed to the narrow gain. To summarize, we have demonstrated a wide control of the group velocity of light signals in optical fibres using stimulated Brillouin scattering. With this effect we have achieved nearly all results obtained using atomic transitions, from delays widely exceeding the optical pulse duration to superluminal propagation and even negative group velocity. This experiment can be realized on a tabletop in normal environmental conditions, so that it could be the platform for the development of a wide range of applications.

References

- [1]. R. W. Boyd, D. J. Gauthier, "Slow and fast light", in *Progress in Optics*, Vol. 43, Cap. 6, pag. 497-530, Ed. E. Wolf, Elsevier, Amsterdam (2002).
- [2]. V. Hau, S. E. Harris, Z. Dutton, C. H. Behroozi, "Light speed reduction to 17 metres per second in an ultracold atomic gas", *Nature* 397, 594-598 (1999).
- [3]. C. Liu, Z. Dutton, C. H. Behroozi, L. V. Hau, "Observation of coherent optical information storage in an atomic medium using halted light pulses", *Nature* 409, 490-493 (2001).
- [4]. L. J. Wang, A. Kuzmich, A. Dogariu, "Gain-assisted superluminal light propagation", *Nature* 406, 277 (2000).
- [5]. M. D. Stenner, D. J. Gauthier, M. A. Neifeld, "The speed of information in a 'fast-light' optical medium", *Nature* 425, 695-698, (2003).
- [6]. A. M. Akulshin, S. Barreiro, A. Lezema, "Steep anomalous dispersion in a coherently prepared Rb vapor", *Phys. Rev. Lett.* 83, 4277, (1999).
- [7]. M. S. Bigelow, N. N. Lepeshkin, R. W. Boyd, "Superluminal and slow-light propagation in a roomtemperature solid", *Science* 301, 200-202 (2003)
- [8]. N. Brunner, V. Scarani, M. Wegmuller, M. Legre, N. Gisin, "Direct measurement of superluminal group velocity and signal velocity in optical fibers", *Phys. Rev. Lett.* 93, 203902-1 (2004).
- [9]. D. J. Gauthier, "Physics and applications of slow light", 2nd Annual Summer School, Fitzpatrick Center for Photonics and Communication Systems, Duke University, Durham, NC (2004).
- [10]. G. P. Agrawal, "Nonlinear Fibre Optics", 2nd edition, Academic Press, San Diego (1995)
- [11]. K. Y. Song, M. Gonzalez-Herraez, L. Thévenaz, "Observation of pulse delaying and advancement in optical fibers using stimulated Brillouin scattering", *Opt. Express* 13, 82 (2005).
- [12]. M. Niklès, L. Thévenaz, Ph. Robert, "Brillouin gain spectrum characterization in single-mode optical fibers", *IEEE J. Lightwave Technol.* 15, 1842 (1997).
- [13]. M. Gonzalez-Herráez, K. Y. Song, L. Thévenaz, "Optically-controlled slow and fast light in optical fibers using stimulated Brillouin scattering", *Appl. Phys. Lett.*, 87, 081113 (2005).
- [14]. K. Y. Song, M. Gonzalez-Herraez, L. Thévenaz, "Long optically-controlled delays in optical fibers", *Opt. Lett.* 30, 1782-1784 (2005).

Propiedades ópticas no lineales de nanocompuestos metal dieléctrico

Optical properties of metal dielectric nanocomposites

Javier Solís

Instituto de Óptica. Consejo Superior de Investigaciones Científicas,
Serrano 121, 28006-Madrid (Spain).

Email: j.solis@io.cfmac.csic.es

Resumen.- Los nanocompuestos formados por nanocristales metálicos embebidos en matrices aislantes son materiales artificiales cuyas propiedades difieren notablemente de las que caracterizan a los correspondientes materiales masivos. Dependiendo de sus características morfológicas, estos materiales pueden presentar elevadísimas susceptibilidades ópticas no lineales de tercer orden, lo que los hace muy atractivos para el desarrollo, entre otras, de aplicaciones en conmutación óptica. Durante el seminario se revisarán brevemente los mecanismos físicos responsables de la respuesta no-lineal de estos materiales así como algunas de las técnicas experimentales que permiten determinar la susceptibilidad óptica no-lineal de tercer orden. En la segunda parte del seminario se presentarán diferentes ejemplos ilustrativos de la dependencia de este parámetro respecto a las condiciones de preparación del material en un sistema real, nanocompuestos de Cu:Al₂O₃ en lámina delgada producidos por depósito con láser pulsado. Como conclusión general, se mostrará que en sistemas reales la comprensión de la relación entre la morfología nano- y mesoscópica del material y su susceptibilidad no lineal efectiva es una necesidad esencial para el diseño de materiales no lineales de altas prestaciones.

Abstract.- Metal-dielectric nanocomposites are a artificial materials formed by metal nanoclusters embedded in a dielectric matrix which show effective optical properties radically different from those of their bulk constituents. Particularly, depending on their morphological characteristics, they can show third-order susceptibilities with extremely large values which makes them very attractive for optical switching, among other applications. During the talk we will briefly review the fundamental mechanisms responsible for the third order non-linear response of these artificially structured materials as well as the experimental techniques allowing to measure their third order susceptibility. In the second part of the talk we will provide illustrative examples of the dependence of the non-linear susceptibility and its temporal and spectral evolution as a function of different parameters that can be controlled during the synthesis process. The results will be taken from a real system: Cu:Al₂O₃ thin film nanocomposites synthesized by pulsed laser deposition. As a general conclusion it will be shown that in real systems, the comprehension of the relation between the meso- and nano-scopic morphology of the composites and their effective non-linear susceptibility is a key issue for the design of high performance materials.

1.- Introducción

Los compuestos formados por nanocristales metálicos en matrices aislantes han sido objeto de especial interés en los últimos años debido a sus especiales propiedades ópticas no-lineales de tercer orden. Estas últimas se han considerado especialmente prometedoras para el desarrollo de diferentes aplicaciones o dispositivos en el ámbito de la tecnología de las comunicaciones, entre los que se incluyen sistemas de conmutación óptica, de regeneración de señal y de multiplexado de alta velocidad [1]. En particular, se han publicado valores extremadamente elevados de la susceptibilidad óptica no-lineal de tercer orden y un tiempo de respuesta ultrarrápido en el caso de los nanocompuestos de Cu [2]. Estudios teóricos recientes apuntan además a la posibilidad de mejorar notablemente la respuesta no-lineal de los nanocompuestos metal-dieléctrico a través de efectos de interacción múltiple entre partículas y de resonancias locales gigantes en campo cercano. A pesar de ello no existen, en general, estudios relativos a la evolución de la respuesta no lineal de nano-compuestos metal-dieléctrico en un intervalo amplio de concentraciones y tamaños de los nanocristales metálicos en el seno de la matriz dieléctrica.

En este contexto la presentación se desglosa en tres bloques dedicados a los siguientes puntos:

- Un breve resumen sobre las propiedades ópticas no-lineales de los medios materiales, así como de las magnitudes físicas asociadas, tales como la susceptibilidad no lineal ($\chi^{(3)}$) y el índice de refracción no-lineal (n_2). En este bloque se describen también distintas aplicaciones de aquellos materiales que presentan valores elevados de $\chi^{(3)}$ o n_2 , tales como el desarrollo de sistemas para conmutación de señales totalmente ópticos, y se analizan los valores típicos deseables para los parámetros del material en estas aplicaciones. El bloque concluye con una breve revisión de las técnicas experimentales comúnmente empleadas para la determinación de la susceptibilidad de tercer orden, tales como la técnica de barrido en Z (z-scan) y el mezclado de cuatro ondas.
- Una descripción del origen microscópico de las no-linealidades de tercer orden en nanocompuestos formados por nanocristales metálicos embebidos en matrices aislantes. En el bloque se introducen conceptos importantes para comprender el efecto de mejora asociado a insertar los nanocristales en un medio dieléctrico, como los efectos de aumento de campo local, la aparición de la resonancia del plasmon de superficie, o la descripción de la respuesta lineal y no-lineal del material en el marco de teorías de medio efectivo (lineales y no-lineales). Junto a ello se describen los mecanismos intrínsecos responsables de la respuesta no-lineal de los nanocristales en términos de las diferentes contribuciones asociadas a transiciones intra- e inter-banda y transiciones asociadas a "electrones calientes" a la susceptibilidad no-lineal de tercer orden.
- En el tercer bloque, que se describe acto seguido con algo más de detalle, se comparan las predicciones de las teorías al uso respecto al comportamiento experimental de un sistema formado por nano-cristales de Cu en el seno de una matriz de Al_2O_3 para contenidos de metal que corresponden a una familia de muestras en las que la morfología varía entre la asociada a un conjunto de esferas metálicas

aisladas no-interactuantes, hasta un sistema casi percolado. En otras palabras, en este último bloque de la presentación se investiga el papel de los efectos de interacción múltiple entre partículas en la respuesta no-lineal de nano-compuestos de Cu.

2.- Detalles experimentales

Las muestras, láminas delgadas formadas por nano-cristales de Cu en una matriz de Al_2O_3 , han sido sintetizadas mediante la técnica de depósito alternado por láser pulsado [3]. En las mismas, los nanocristales han sido distribuidos en capas separadas por un espesor de 6 nm de Al_2O_3 en una estructura alternada con un total de diez capas de nanocristales y un espesor total de 110 nm, que incluye una capa extra de 6 nm de Al_2O_3 en la intercara con el sustrato y otra sobre la última capa de nanocristales de Cu. La caracterización estructural de las muestras se realizó mediante microscopía electrónica de alta resolución [4]. La modificación de los parámetros de depósito permite generar multicapas en las que el tamaño y distribución de los nanocristales varía en el espectro comprendido entre una distribución de agregados metálicos esféricos con un diámetro en torno a 2 nm y una distribución cuasi-continua de metal en el límite de percolación. Estos límites corresponden a fracciones volúmicas de Cu en el intervalo del 10 % al 50 %.

Las propiedades ópticas no-lineales de las muestras han sido analizadas mediante dos técnicas experimentales. Por un lado, la técnica de Z-scan [5] que permite determinar la parte real e imaginaria de $\chi^{(3)}$ mediante la medición de la lente efectiva que crea un haz en un medio no-lineal Kerr ($n=n_0+n_2I$). El mezclado de cuatro ondas degenerado (FWM) se ha utilizado para estudiar las

diferentes componentes tensoriales de $\chi^{(3)}$ y acceder de forma directa a la dinámica de la no-linealidad. Se han utilizado pulsos láser en un intervalo de longitudes de onda comprendido entre aproximadamente 450 y 750 nm y con duraciones de pulso que se han variado en el intervalo de 100 fs a 20 ps.

3.- Resumen de los resultados experimentales más relevantes

La figura 1 muestra la evolución del módulo de la susceptibilidad de tercer orden de los nanocompuestos en función de la fracción volúmica de metal presente en las muestras.

En el caso de muestras con nano-cristales cuasi-esféricos de tamaño inferior a 4 nm y fracciones volúmicas menores al 20%, la respuesta no lineal del medio puede describirse adecuadamente en el marco de la aproximación de medio efectivo de Maxwell-Garnett. Para fracciones volúmicas mayores, la susceptibilidad de tercer orden efectiva de los nanocompuestos aumenta de forma abrupta con la fracción volúmica de Cu alcanzando valores hasta de 2×10^{-7} esu en el entorno de la resonancia del plasmón del nano-compuesto. Este valor es aproximadamente un orden de magnitud superior al predicho en la aproximación de Maxwell-Garnett lo que indica que la interacción electromagnética entre partículas juega un papel dominante en la respuesta de material. La importancia de los efectos de "scattering" múltiple y de resonancias locales gigantes aumenta a medida que los nanocristales son mayores y están más próximos entre sí.

Los tiempos de respuesta de la no-linealidad observados en muestras con fracciones volúmicas en torno al 30% son inferiores a 450 fs. Junto a estos parámetros se ha analizado también la dependencia espectral de la respuesta no-lineal en las muestras.

4.- Conclusión

Del análisis de la respuesta no-lineal en muestras con contenidos crecientes de metal se deduce que, de forma general, la respuesta no lineal de los nanocompuestos puede interpretarse como el producto de dos factores, uno asociado a la susceptibilidad intrínseca de las nanopartículas y otro asociado a los efectos de incremento de lo no-linealidad causados por efectos de campo local. El primero de dichos factores es independiente de la morfología de las muestras muestra y determina tanto el comportamiento temporal de la respuesta no-lineal como su perfil espectral. El segundo, fuertemente dependiente de la morfología y asociado a los efectos de campo local, aumenta de forma considerable cuando se producen interacciones electromagnéticas múltiples entre las nanopartículas metálicas.

En conclusión general, puede indicarse que en sistemas reales, la comprensión de la relación entre la morfología nano- y mesoscópica del material y su susceptibilidad no lineal efectiva es una necesidad esencial para el diseño de materiales no lineales de altas prestaciones [7,8].

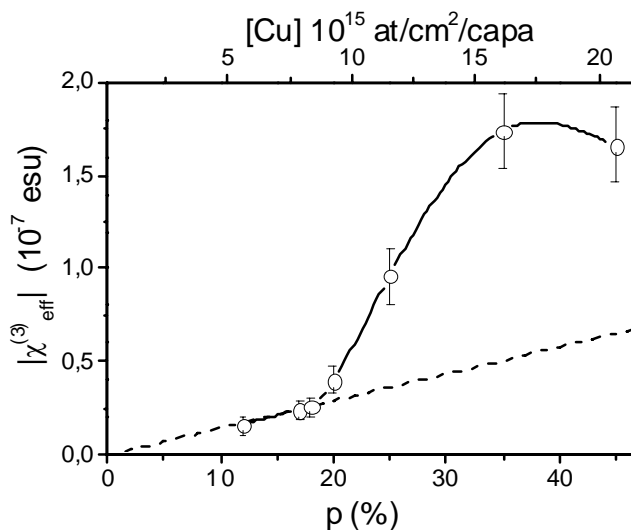


Figura 1.- Dependencia del módulo de la susceptibilidad no-lineal de tercer orden a 585 nm con la fracción volúmica (p). La línea discontinua ajusta linealmente los datos con $p < 20\%$ (la línea continua es una guía visual).

Agradecimientos

Los resultados experimentales descritos durante la presentación no hubiesen sido posibles sin la colaboración de un buen número de personas, en su mayoría miembros del Grupo del Procesado por Láser del Instituto de Óptica del CSIC. De entre ellos, quisiera agradecer especialmente la participación de C. N. Afonso, J. Gonzalo, R. del Coso y J. M. Requejo. El apoyo financiero de diversas instituciones, (CICYT (España), DGXII (UE)) en el marco de diferentes proyectos de investigación ha sido asimismo inestimable.

Bibliografía

- [1]. D. Cotter, R. J. Manning, K. J. Blow, A. D. Ellis, A. E. Kelly, D. Nasset, I. D. Phillips, A. J. Poustie, and D. C. Rogers, "Nonlinear Optics for High-Speed Digital Information Processing", *Science*, 286, 1523-28 (1999).
- [2]. J. Olivares, J. Requejo-Isidro, R. del Coso, R. de Nalda, J. Solis, C.N. Afonso, A. L. Stepanov, D. Hole, P. D. Townsend, A. Naudon, "Large enhancement of the third-order optical susceptibility in Cu-silica composites produced by low-energy high-current ion implantation", *J. Appl. Phys.* 90, 1064-6 (2001).
- [3]. C.N. Afonso, J. Gonzalo, R. Serna, J.C.G. de Sande, C. Ricolleau, C. Grigis, M. Gandais, D.E. Hole y P.D. Townsend, "Vacuum versus gas environment for the synthesis of nanocomposite films by pulsed-laser deposition", *Appl. Phys. A*, 69, S201-S207 (1999).
- [4]. R. Serna, C.N. Afonso, C. Ricolleau, Y. Wang, Y. Zheng, M. Gandais y I. Vickridge, "Artificially nanostructured Cu:Al₂O₃ films produced by pulsed laser deposition", *Appl. Phys. A*, 71, 583 (2000).
- [5]. M. Sheik-Bahae, A.A. Said, T. Wei, D.J. Hagan y E.W. Van Stryland, "Sensitive measurement of optical nonlinearities using a single beam", *IEEE J. Quantum Electron.* 26, 760 (1990).
- [6]. R.L. Sutherland, "Handbook of nonlinear optics", Ed. Marcel Dekker Inc., New York, Cáp. 7, 385-444 (1996).
- [7]. R. del Coso, J. Requejo-Isidro, J. Solis, J. Gonzalo, C. N. Afonso, "Third order nonlinear optical susceptibility of Cu:Al₂O₃ nanocomposites: from spherical nanoparticles to the percolation threshold", *J. Appl. Phys.* 95, 2755-62 (2004).
- [8]. J. Requejo-Isidro, R. del Coso, J. Solis, J. Gonzalo, C.N. Afonso, "The role of the surface to volume ratio of metal nanoparticles in the optical properties of Cu:Al₂O₃ nanocomposite films", *Appl. Phys. Lett.* 86, 193104 (2005).

El alba de las Comunicaciones Ópticas: De la Revolución Francesa al Imperio

The Dawn of Optical Communications: From the French Revolution to the Empire

José A. Martín Pereda

Departamento de Tecnología Fotónica. E.T.S. Ingenieros de Telecomunicación
Universidad Politécnica de Madrid. Ciudad Universitaria. 28040 Madrid

Email: jamp@tfo.upm.es

Resumen.- El inicio de los sistemas de comunicaciones, con el sentido que tienen hoy, puede fijarse en los años de la Revolución Francesa. Bajo la tutela del partido jacobino, cuando éste alcanzó el poder, Claude Chappe inició el desarrollo de una red de comunicaciones que cubrió toda Francia, llegándose a extender, posteriormente, al resto de Europa. Para ello se elaboró, aparte de un sistema óptico, todo un conjunto de normas de funcionamiento que, en gran medida, son el antecedente de las que se emplean hoy.

Abstract.- *The beginning of Communications, with the philosophy nowadays adopted, may be rooted in the years of the French Revolution. With the strong support of the Jacobin Party, Claude Chappe developed a communications network covering the whole surface of France. This network was further extended to the rest of Europe. In order to satisfy political and military needs, Chappe devised a complex hardware optical system, with a similar software to the employed in present day communications.*

1.- Introducción

La historia de la Tecnología ha sido estructurada, en la mayor parte de los casos, como una especie de edificio construido a base de piezas que van encajando unas con otras. Estas piezas son las que constituyen los grandes inventores y los grandes ingenieros. Pero en nuestros días, las tecnologías ya no son consideradas como productos que surgen fortuitamente de las mentes de los genios, sino que se toman como una parte intrínseca de la cultura y la economía de cada sociedad. Por ello, la tarea actual es la de estudiar el contexto global en el que han surgido las innovaciones y, al mismo tiempo, analizar el impacto que tienen sobre las sociedades en las que aparecen. Por otra parte es necesario tener en cuenta que si cada tecnología aparece y existe en un contexto social, también cada suceso y cada situación social ocurre en un

contexto tecnológico. Así, dada una determinada situación o un determinado suceso, entre las preguntas que cabe hacerse están las de ¿cuál es el contexto tecnológico en el que ha surgido?, ¿qué papel han jugado los cambios tecnológicos sobre dicha situación o sobre tal suceso?

El desarrollo de las comunicaciones constituye uno de los casos más paradigmáticos de expansión global de una tecnología surgidos en los dos últimos siglos. Si la necesidad de comunicación entre los miembros de cualquier sociedad es algo evidente, no lo es menos la del intercambio de información entre los distintos grupos que la configuran, entre regiones más o menos próximas o entre estados más o menos lejanos. Pero esta necesidad fue satisfecha por unos métodos que permanecieron casi inmutables desde el inicio de la historia hasta finales del

siglo XVIII. Si las armas evolucionaron a lo largo de los años, si las obras civiles fueron cambiando sus conceptos con el paso de los siglos, si los medios de transporte evolucionaron según aparecían nuevos avances, la transmisión de información se mantuvo invariablemente ligada a sistemas basados en envíos personales del mensaje, bien con la ayuda de caballerías, de carruajes, de barcos, o de cualquier tipo de medio de desplazamiento humano que pudiera usarse. Únicamente el uso de señales, de fuego, de humo, de sonido, incrementaba la posibilidad de transferir una noticia en una distancia no recorrida previamente por el mensajero.

Si cualquier tecnología es el fruto de un número indefinido, y por lo general muy elevado, de ensayos previos, ¿cuáles son las razones para que surja en un determinado lugar y en un determinado momento? La historia contada habitualmente hace responsable de ese hecho a una determinada persona, que es la que recoge los frutos de todos los que precedieron y, al mismo tiempo, oscurece sus nombres. Una tecnología es, según este concepto, una sucesión de grandes nombres que, de una manera ideal, podrían haber estado situados en cualquier otro tiempo y en cualquier otro lugar, y habrían llegado a unos resultados análogos. Y si esto es posiblemente cierto en el caso de grandes artistas o grandes literatos, con toda seguridad no lo es cuando nos introducimos en el terreno de la Ciencia y, sobre todo, de la Tecnología. En un determinado momento existe, en el bagaje cultural de la sociedad, todo un conjunto de conceptos y de ideas que son patrimonio común de todos los que coexisten en ese momento y en ese entorno. De todos ellos, solo uno, que se encuentra en un determinado lugar y en un instante de tiempo preciso, logra hacer avanzar, con un salto cualitativo y cuantitativo notorio, una cierta tecnología.

¿Por qué ha sido ese individuo y no otro antes que él, u otro en otro lugar, el que lo ha hecho? Las razones estriban en lo dicho anteriormente, de que cada tecnología es fruto de unas determinadas condiciones sociales, de un tiempo determinado y, evidentemente, de las características personales de quien la llevó a cabo.

En las páginas que siguen se aplicarán los anteriores conceptos al inicio de las Comunicaciones en el intervalo temporal que cubre la Revolución Francesa y los años iniciales del siglo XIX.

2.- Factores políticos que determinaron el nacimiento de las Comunicaciones: La Revolución Francesa

Es un hecho comúnmente aceptado que el inicio de las comunicaciones, con el sentido que tienen hoy, tuvo lugar durante la Revolución Francesa. En 1793 se efectuó la primera prueba del telégrafo óptico de Claude Chappe y en 1794 se encontraba ya operativa la primera línea entre París y Lille. A partir de ese momento, y con diversos altibajos derivados de la situación política y económica de la República Francesa, las líneas de telegrafía óptica se propagan por toda Francia llegando a alcanzar, en su momento de máximo desarrollo, alrededor de tres mil kilómetros. Las razones esgrimidas para tal desarrollo, en la mayor parte de los escritos sobre el tema, son las de la situación de guerra en la que se encontraba la República, con prácticamente todas las naciones que tenían frontera con ella, y la necesidad de la Convención de estar en contacto constante con todas las fuerzas disponibles, para encaminarlas al lugar en que fueran necesarias. Esta interpretación tiene su raíz en dos supuestos básicos. El primero es el de la realidad de la situación de guerra en 1793. El segundo se deriva de la interpretación, usual durante todo el siglo

XX, de que una gran parte de los avances tecnológicos han sido derivados de situaciones bélicas. Pero un análisis un poco más pormenorizado de algunas fechas y algunos hechos, pueden dar lugar a una interpretación diferente.

Las primeras pruebas del sistema inicial de Chappe se realizaron en marzo de 1791 y un año después remite a la Asamblea Francesa su primera propuesta. En abril de ese año, 1792, se declara la guerra a Austria y Prusia. En septiembre se constituye la Convención; en enero de 1793 es guillotinado Luis XVI; en febrero se entra en guerra con Inglaterra y Holanda, y en marzo con España. Durante ese tiempo, Chappe envía constantes propuestas, bien a la Asamblea, bien a la Convención, para que le financien el sistema que propone. La respuesta, en el mejor de los casos, es la de crear una comisión que estudie el tema.

La situación cambia a partir de junio de 1793, con la entrada de los Jacobinos en el gobierno de la Convención y a la cabeza de ellos, Robespierre. En Julio, Lakanal, miembro de la misma, remite un análisis del sistema de Chappe, es apoyado por Romme y ese mismo mes se decide la construcción de un sistema telegráfico en Francia, concediendo una cantidad significativa (cerca de 60.000 francos) para la construcción de la primera línea y carta blanca para poner las torres donde sea preciso. Mientras tanto, entre mayo y octubre, se producen revueltas federalistas en varias ciudades de Francia.

Las razones de este cambio de interés, con respecto a la adopción del telégrafo óptico como sistema de comunicaciones, pueden ser achacadas a la presencia de los jacobinos en el poder y a la idea que Robespierre y sus más directos colaboradores tenían con respecto a la forma de hacer política y desarrollar la Revolución.

Robespierre, desde los inicios de su actividad política, tenía dos ideas básicas, como eje central para el desarrollo de los planteamientos revolucionarios. Uno era un concepto, en cierta forma jansenista, de que el bien común está representado por una minoría perseguida [1]. De este principio se derivaban tres conclusiones: desconfianza de los nuevos patriotas, desconfianza de los traidores y necesidad de purgas. Para desarrollar sus planteamientos, se apoyó en una segunda idea fundamental: la creación de clubes jacobinos en las principales ciudades francesas, análogos al club inicial creado en un café de Versalles por los diputados radicales bretones que se habían incorporado a los Estados Generales. Estos clubes deberían estar perfectamente coordinados entre sí y mantener todos las mismas ideas y los mismos principios. Para ello estableció un sistema de comunicaciones por medio de emisarios que, una vez planteada una resolución en París, fuera adoptada, defendida y propagada, por todos los clubes jacobinos de Francia. Este concepto fue desarrollado a partir de 1790 y se mantuvo hasta la eliminación de los jacobinos en 1794. Esta coordinación debería tener como fin, al mismo tiempo que se procuraba la expansión de las ideas de Robespierre, conseguir una unidad de pensamiento en toda Francia y, con ello, la creación de un concepto diferente de Estado.

La entrada de los jacobinos en el poder supuso el planteamiento, a nivel estatal, de los anteriores conceptos. Y así puede leerse en el informe que presentó Lakanal [2], al Comité de Instrucción Pública, el 2 de julio de 1793, sobre el sistema de Chappe: “Qué brillante destino reservan las Ciencias y las Artes a una República que, gracias a su gran población y al ingenio de sus habitantes, está llamada a ser la nación que educará a Europa”. La idea de que el sistema de Chappe

podría llegar a ser un emblema de Francia como estado, es el primer concepto que aparece en su documento. Posteriormente, el 26 de ese mismo mes, reincidía en esa idea de una forma mucho más abierta [3]: “Es posible ver las grandes ventajas que pueden venir de máquinas de este tipo para establecer comunicaciones más fáciles entre los puntos más alejados de la República. Todas las comunicaciones podrán hacerse con la velocidad de la vista y se concibe cómo los trabajos del Gobierno podrán beneficiarse de esta nueva facilidad: es un medio que podrá consolidar la unidad de la República mediante la unión íntima e instantánea que puede alcanzarse entre todos sus miembros”. El telégrafo es así concebido más un instrumento de política interna, para consolidar la unidad del Estado, que como herramienta que pueda servir en la guerra existente en las fronteras. Esta idea queda ya, finalmente, reflejada y asentada en

uno de los discursos de Bertrand Barère, portavoz del Comité Salud Pública, órgano político de la Convención Nacional, cuando afirma [4]: “El telégrafo acorta las distancias, une a una inmensa población en torno a un punto ... y tiende a consolidar la Unidad de la República”. Estas palabras reflejan las ideas previas de Robespierre en su intento de hacer hablar a todos los clubes jacobinos con una única voz, independientemente de donde se encontrasen en Francia.

Robespierre fue guillotinado en julio de ese mismo año. Muchos de sus seguidores corrieron igual suerte y otros, para no seguir un camino análogo, huyeron de Francia. Lakanal se exiló, poco después, en Estados Unidos y solo pudo volver a Francia en 1834. Pero las ventajas de disponer de un instrumento que podía transmitir información a distancia fueron reconocidas por todos.

Chappe se mantuvo, reforzado, en su posición de “ingenieur-telegraphe” encargado de expandirle a las regiones que los nuevos organizadores de la República estimaran oportuno. La llegada de Napoleón reforzó la importancia dada al telégrafo y con él llegó a alcanzar, en 1813, más de 2200 Km. de enlaces operativos. Poco antes, en 1805, Claude Chappe se había suicidado arrojándose a un pozo próximo a la sede central del Telégrafo. Una serie de trastornos bipolares, originados por causas muy dispares, había hecho inútil sobre su ánimo el éxito del telégrafo.

Otros países europeos, principalmente Gran Bretaña y Suecia, siguieron caminos análogos a los de Francia. Pero en ellos la intención fue únicamente la de facilitar las comunicaciones entre los organismos

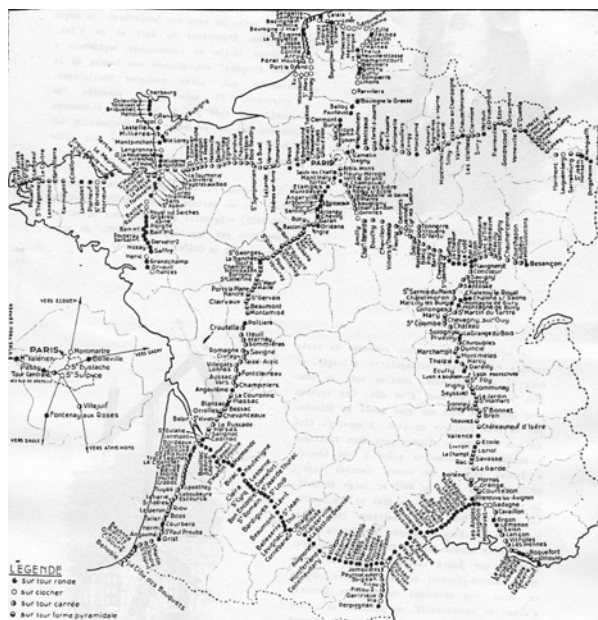


Figura 1.- Detalle de la red de telegrafía óptica desarrollada en Francia durante el Imperio de Napoleón.

de decisión y los posibles frentes de batalla. Inglaterra, una vez firmada la paz con el gobierno francés, en 1814, cerró todas las estaciones que tenía en la costa. Algo similar ocurrió en Suecia, al finalizar los problemas fronterizos que tenía con Rusia. Solo Francia mantuvo interrumpido el servicio hasta 1852. El Reino Unido lo reanudó en 1824 y en una fecha similar a Francia, lo suspendió. Suecia lo reabrió en 1836 manteniéndole, en estaciones costeras, hasta 1880. En otros países, como Prusia, Rusia o España, el establecimiento del telégrafo óptico tuvo un camino análogo al de la segunda etapa de los anteriores; empezó a mediados de los años treinta del siglo XIX y estuvo operativo hasta mediados de los cincuenta. El telégrafo eléctrico había hecho su aparición y ya no tenía sentido mantener el óptico [5].

3.- Conclusiones

Si el nacimiento de las comunicaciones fue debido a una situación política muy característica, su evolución posterior ha seguido manteniendo esta misma tónica. La aparición del telégrafo en Gran Bretaña y en Estados Unidos a mediados del siglo XIX, el fuerte apoyo a la telegrafía sin hilos, también en Gran Bretaña, a finales del mismo siglo, son solo dos ejemplos de cómo la política ha ido condicionando el desarrollo de las comunicaciones a lo largo de su historia. Si la mayor parte de las tecnologías han tenido siempre en su desarrollo una fuerte carga social y política, el de las comunicaciones ha sido siempre un reflejo de la estructura política en el que se encontraban.

Agradecimientos

El autor agradece al Ministerio de Educación y Ciencia, la ayuda proporcionada para su estancia durante el curso 2004-05 en el Imperial College de Londres, como Profesor Visitante, y al “Center for the History of

Science, Technology and Medicine” de dicha Universidad, las facilidades proporcionadas para la realización del trabajo del cual este escrito es parte. Asimismo agradece a la Universidad Politécnica de Madrid todo el soporte dado.

Bibliografía.

- [1]. Hardman John, “Robespierre”, Pearson, London, 1999.
- [2]. “Quelle brillante destinée les sciences et les arts ne réservent ils pas à une République qui, par ses immense population et le génie de ses habitants, est appelée à devenir la nation enseignante de l'Europe!”, Lakanal, Rapport sur le Télégraphe fait Au nom du comité d'instruction publique réuni à la commission nommée par le décret du 27 avril dernier (vieux style). Convention National. Paris. 1793.
- [3]. Lakanal, “Détail exact du Télégraphe”, Informe a la Convención Nacional. Paris. 1793.
- [4]. Barère Bertrand, en: “The Principal Speeches of the Statesmen and Orators of the French Revolution 1789 - 1795”. Vol. II. Ed.: Stephens, H. Morse. Oxford. 1892.
- [5]. Winston B., “Media, Technology and Society. A History: From the Telegraph to the Internet”, Routledge, London. 1998.

La Exploración de Marte

The exploration of Mars

Luis Vázquez

Académico Correspondiente de la Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales

Departamento de Matemática Aplicada, Facultad de Informática
Universidad Complutense de Madrid, 28040-Madrid

Laboratorio de Computación Avanzada y Simulación
Centro de Astrobiología (CSIC-INTA)
28850-Torrejón de Ardoz, Madrid

Email: lvazquez@fdi.ucm.es

Resumen.- La exploración de Marte es parte de un objetivo científico de largo alcance para entender la formación e historia del sistema solar. Su exploración está siendo el punto focal de las misiones planetarias y ofrece un escenario de esfuerzos conjuntos de varios países y grupos de investigación. En particular, esto supone una colaboración activa entre científicos e ingenieros en el marco de la comunidad internacional. De todo ello se deriva un gran arrastre científico y tecnológico.

Abstract.- *The exploration of Mars is part of a scientific objective in order to understand the formation and history of the solar system. Their exploration is being the focal point of the planetary missions and offers a stage of combined efforts of several countries and research groups. In particular, this supposes an active collaboration between scientists and engineers in the frame of the international community. From everything it is derived a great scientific and technological progress.*

En el ámbito de la exploración científica, algunas de las cuestiones básicas a determinar respecto a Marte son:

- Las características físicas y químicas de la superficie marciana.
- La estructura de la atmósfera marciana y conocer los acontecimientos que han dado lugar a su composición actual.
- La naturaleza e historia del clima de Marte y de los procesos que controlan los cambios diarios y estacionales.
- La estructura interna de Marte y su historia.
- Determinar si en algún momento se pudo

desarrollar alguna forma de vida en Marte.

La cuestión relativa a verificar si existió o existe vida en Marte resulta ser la más compleja de todas las investigaciones. La gran actividad científica en este contexto se encuadra en el nuevo entorno multidisciplinar de investigación que es la Astrobiología. La búsqueda de la vida en Marte es parte de una cuestión mucho más profunda como es el problema de la naturaleza y el origen de la vida. Se trata de buscar evidencias de vida pasada o presente en otros planetas para entender nuestros orígenes. Marte es actualmente un planeta helado y seco, pero pudo albergar mares en tiempos pasados. Marte

ofrece un entorno único para estudiar la evolución desde un clima húmedo a un medio ambiente extremo y seco, con grandes fluctuaciones de temperatura, presión atmosférica muy pequeña y radiación cósmica intensa en la superficie. Entender la transformación de Marte a su estado actual será de gran ayuda para estudiar nuestro propio entorno Terrestre.

Después de Venus, Marte es el planeta más cercano a la Tierra. Galileo Galilei fue el primero que observó Marte con su primitivo telescopio en 1609, y podemos decir que varios parámetros esenciales de Marte ya son conocidos desde hace más de 100 años. Mediante el telescopio es posible distinguir los casquetes polares presentes durante el invierno y prácticamente ausentes en el verano marciano, así como la presencia de una atmósfera cuya transparencia depende de las condiciones meteorológicas, incluyendo gigantescas tormentas de polvo.

Cada 26 meses hay oportunidad de enviar misiones a Marte, al haber un alineamiento entre la Tierra, Marte y el Sol. En estas circunstancias la distancia entre los dos planetas es mínima. Dichas configuraciones se conocen como Oposiciones. La oposición que tuvo lugar en 2003 correspondió a la menor distancia entre los dos planetas en 60.000 años. Desde 1960 ha habido 38 misiones a Marte. La Unión Soviética/Rusia ha enviado 20, Estados Unidos 16, Europa 1 y Japón 1.

En este momento las misiones operativas en Marte son: Mars Global Surveyor, Mars Odyssey, Mars Exploration Rovers: Spirit y Opportunity y Mars Reconnaissance Orbiter de la NASA así como el Mars Express lanzado por la Agencia Espacial Europea (ESA).



Figura 1.- Imagen de Marte donde se aprecial los Valles Marineris ceca del ecuador a 8° latitud sur.

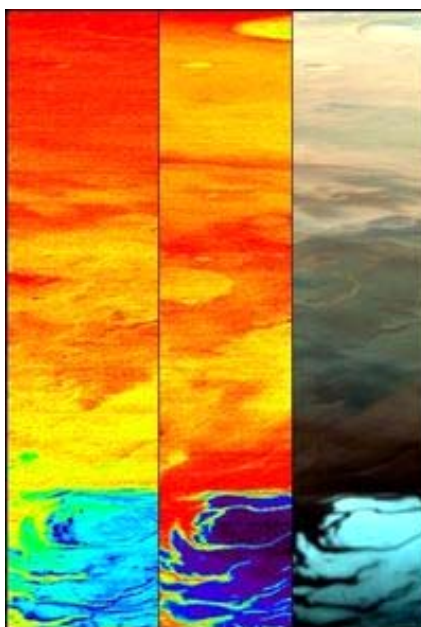


Figura 2.- Imagen del casquete polar sur obtenido por el instrumento OMEGA (Mars Express, 18/1/2004) en tres formas diferentes, visible (derecha) e infrarrojo: medio (dioxido de carbono) e izquierda (hielo de agua).

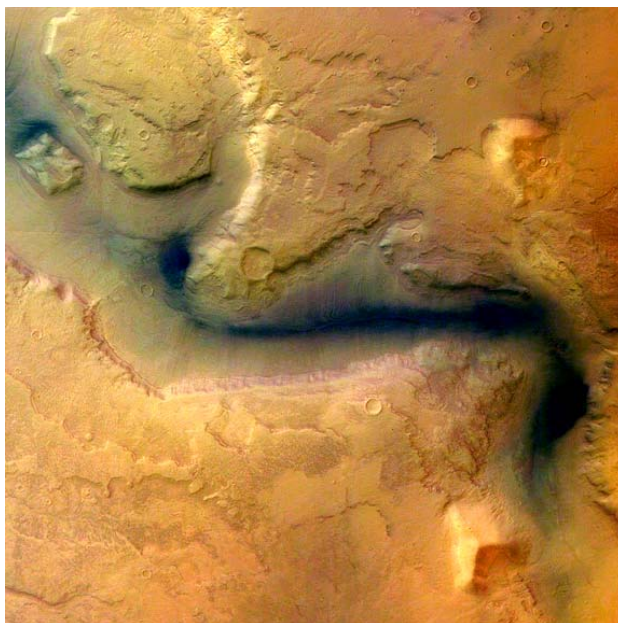


Figura 3.- Imagen de Reull Vallis obtenida por el HRSC (Mars Express, 15/1/2004)

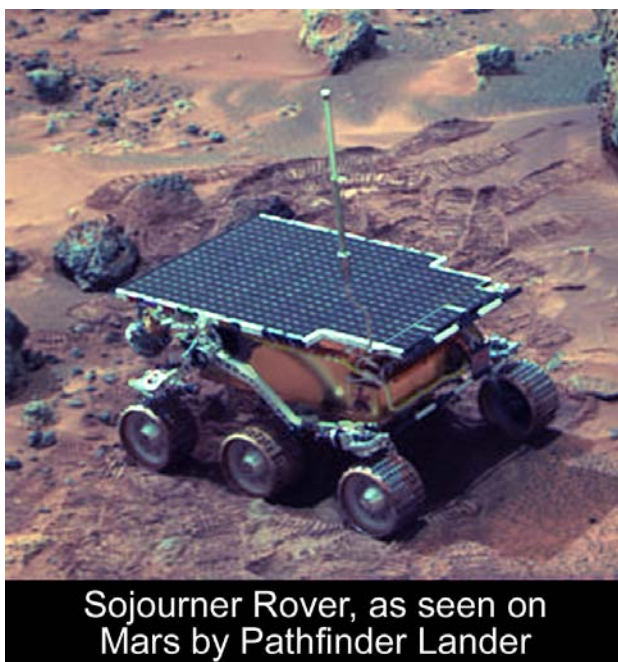


Figura 4.- El Rover Sojourner del Mars Pathfinder, primer vehículo robot en la superficie de Marte

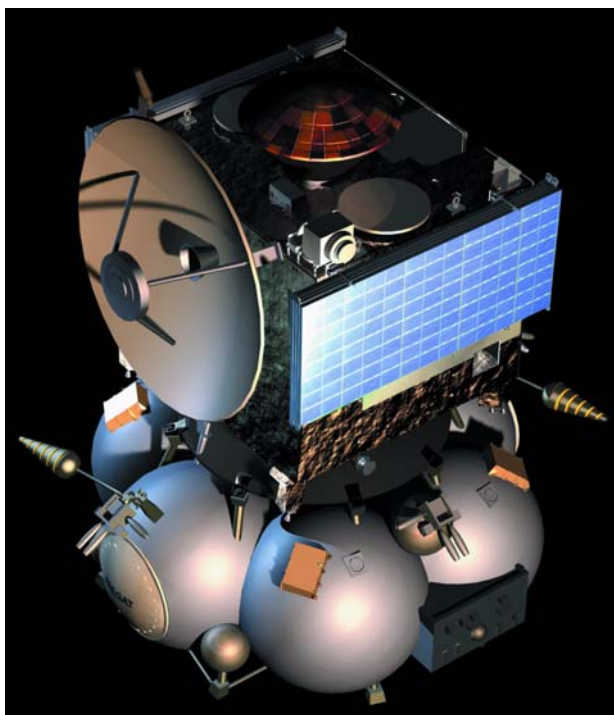


Figura 5.- La Mars Express lanzada por la ESA el 2 de Junio de 2003.



Figura 6.- Uno de los dos robots gemelos (Spirit y Opportunity) de la misión Mars Exploration Rover.

Espectroscopía Vibracional sobre Nanoestructuras Metálicas (SERS y SEIR): Nuevos Sustratos y Aplicaciones

Vibrational Spectroscopy on Metal Nanostructures (SERS and SEIR): New Substrates and Applications

José Vicente García-Ramos* y Santiago Sánchez-Cortés
Instituto de Estructura de la Materia. CSIC. Serrano, 121. 28006-Madrid.

*Email: imtg160@iem.cfmac.csic.es

Resumen.- El trabajo presentado constituye un resumen de la labor investigadora llevada a cabo en nuestro grupo, en el Instituto de Estructura de la Materia sobre las líneas de investigación siguientes: a) Preparación de superficies metálicas nanoestructuradas con aplicaciones en espectroscopias vibracionales intensificadas por nanoestructuras, fundamentalmente SERS y SEIR; b) Caracterización de dichas superficies por métodos espectroscópicos y microscópicos; c) Funcionalización de las nanoestructuras obtenidas mediante moléculas altamente específicas capaces de autoensamblaje; y, finalmente, d) aplicación de dichas superficies (metal-receptor) al estudio y detección de ligandos de interés medioambiental y/o biológico. Se presentan algunos ejemplos de estas aplicaciones, en concreto, la detección de PAHs (hidrocarburos policíclicos aromáticos) mediante calixarenos y el estudio de la interacción del fármaco emodina con albúmina de suero humana.

Abstract.- *This work summarises the researching activity carried out in our group, placed in the Institute of the Matter Structure, on the following researching lines: a) Preparation of nanostructured metallic surfaces with potential applications in nanostructure-enhanced vibrational spectroscopy, mainly SERS and SEIR; b) Characterisation of the above surfaces by spectroscopic and microscopic methods; c) Functionalisation of such nanostructured surfaces by highly specific molecules able to be self-assembled on the surface; and, finally, d) application of these surfaces (metal-host) to the study and detection of ligands with environmental and/or biological interest. In this work, examples of these applications are shown for the case of the detection of PAHs (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons) by means of calixarene host molecules, and the interaction study of emodin drug with human serum albumin.*

1.- Introducción

Las técnicas espectroscópicas intensificadas por superficies metálicas nanoestructuradas han suscitado gran interés en los últimos años. El efecto SERS (Surface-enhanced Raman Scattering) se descubrió en los años setenta y consiste en un aumento de la difusión inelástica (señal Raman), procedente de determinadas moléculas en presencia de una nanoestructura metálica rugosa

especialmente preparada [1,2]. Actualmente se acepta que el aumento gigantesco de la intensidad Raman se debe a dos mecanismos fundamentales: a) el modelo electromagnético (EM), y b) el modelo químico o de transferencia de carga (TC). Ambos contribuyen al efecto SERS aunque la contribución de cada uno depende del sistema a estudiar. La técnica SERS implica un aumento tanto de la sensibilidad como de la selectividad, lo que

hace del Raman una técnica con prometedoras aplicaciones analíticas [3].

Posteriormente al SERS, se ha desarrollado su equivalente en IR, la técnica SEIR (Surface-enhanced IR), cuyos requerimientos morfológicos son ligeramente distintos respecto a las superficies nanoestructuradas empleadas [4]. En nuestro laboratorio hemos aplicado con éxito ambas técnicas en el estudio de la adsorción y orientación de una larga lista de moléculas sobre superficies metálicas de distinta naturaleza. La aplicación de la técnica SERS está estrechamente ligada a las propiedades morfológicas y superficiales de las superficies metálicas empleadas. Los sistemas metálicos nanoestructurados han de cumplir unas condiciones morfológicas concretas para inducir un mayor acoplamiento con la radiación incidente, dando lugar a una mayor señal espectroscópica. Estas morfologías pueden ser controladas mediante el proceso de obtención de las mismas, es decir, mediante el protocolo específico seguido en su obtención.

En nuestro laboratorio hemos dedicado un gran esfuerzo a la modificación y caracterización de nanopartículas metálicas [5-7], así como el desarrollo de métodos novedosos de fabricación de nanoestructuras metálicas como son la fotorreducción de nanopartículas para análisis in-situ de superficies, la irradiación electrónica o la ablación láser [8]. Las suspensiones coloidales de estas partículas pueden ser inmovilizadas sobre soportes para evitar su agregación y consiguiente floculación [7]. En la figura 1 se muestra una micrografía obtenida por SEM (Scanning Electrón Microscopy) de un coloide de Ag inmovilizado sobre una superficie de vidrio.

La intensificación resultante del efecto SERS requiere como condición un acercamiento de la molécula a estudiar o adsorbato

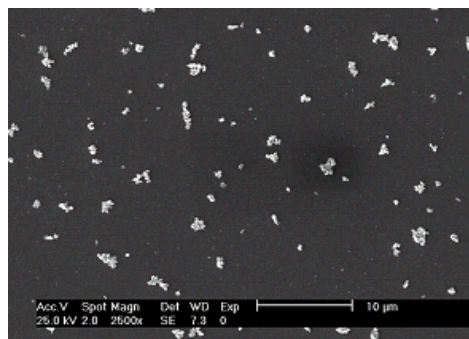


Figura 1.- Nanopartículas de Ag depositadas sobre un soporte de vidrio

sobre el soporte metálico. En muchos casos la molécula se adsorbe de manera espontánea sobre dicha superficie, bien por mecanismos físicos (fisisorción) o bien mediante la formación de un enlace covalente (quimisorción). Sin embargo, en otros casos la molécula no manifiesta ninguna tendencia a la adsorción, como es el caso de los hidrocarburos policíclicos aromáticos (PAHs), sustancias con un alto poder carcinógeno. Es entonces cuando se hace necesaria una modificación en la superficie para aumentar su afinidad respecto a las moléculas de difícil adsorción. Las superficies metálicas pueden ser modificadas mediante funcionalización de las mismas con sistemas moleculares, normalmente macromoléculas altamente específicas como son los calixarenos, lo que aumenta de manera considerable la sensibilidad y la especificidad de la técnica SERS.

Uno de los aspectos más interesantes de la Nanotecnología en los últimos años es la preparación de materiales simbióticos manopartícula-molécula orgánica [9]. En estos sistemas las propiedades optoelectrónicas especiales de las partículas metálicas, debidas a los plasmones del metal, se combinan con las propiedades de alta sensibilidad y reconocimiento molecular de la parte orgánica, resultando de ello materiales con una

funcionalidad avanzada y con aplicaciones interesantes dentro de campos diversos: biomedicina, sensores químicos y bioquímicos, etc. Dentro de este contexto, los calixarenos han supuesto una gran innovación, ya que son materiales llamados de inclusión con una doble funcionalidad: en la parte inferior, con la que pueden unirse a una superficie metálica; y en la parte superior, con la que son capaces de interaccionar con los ligandos [10].

2.- Espectroscopía vibracional intensificada por superficies de PAHs mediante nanoestructuras metálicas recubiertas con calixarenos

La aplicación de SERS y SEIR ha permitido el estudio de la interacción de calixarenos con distinta estructura a superficies de Ag y Au. Los derivados di y tetracarboetoxicalix[4] arene (figura 2) demuestran tener una alta afinidad en la detección de contaminantes medioambientales, tales como los hidrocarburos policíclicos aromáticos [11].

De entre todos los calixarenos probados, el derivado dicarboetoxi, DCEC (figura 2)

demostró ser el que mejor se asocia al metal y el que más afinidad tenía en la interacción con PAHs. La señal SERS de diferentes PAHs (figura 3) sobre superficies de Ag funcionalizadas con DCEC demostró la existencia de una selectividad clara de DCEC frente a PAHs de 4 anillos bencénicos, y entre ellos fue el pireno el más intenso. La técnica micro-SERS permitió rebajar el límite de detección a unas 500 moléculas de pireno [12].

La aplicación conjunta de las técnicas SERS y SEIRA demuestra que la sensibilidad de ambas técnicas en el estudio de materiales del tipo metal/calixareno/ligando es diferente [13], lo que sugiere que los mecanismos químicos manifestados a través de una distinta respuesta resonante, son de gran importancia en espectroscopía vibracional de superficies. Mientras la espectroscopía SERS es más sensible para el ligando, la SEIR lo es más para el calixareno. Este último hecho nos ha permitido determinar la orientación más probable para calixarenos con grupos carboetoxi en la parte inferior.

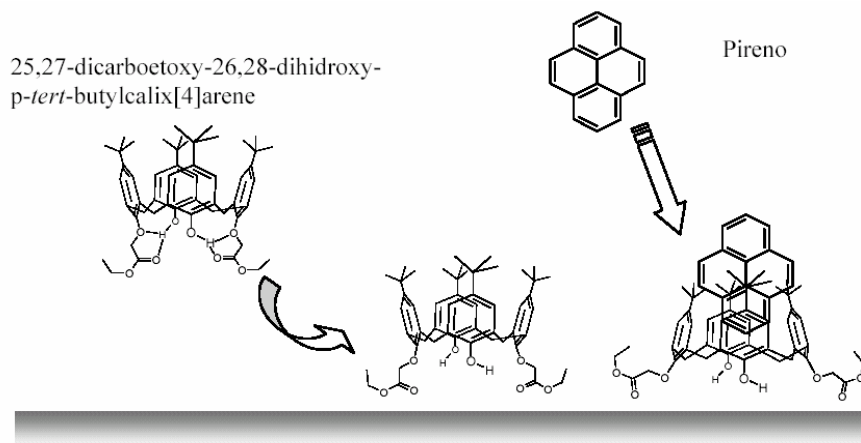


Figura 2.- Esquema de la inmovilización del cáliz[4]arene DCEC sobre nanopartículas de Ag y de su posterior interacción con el ligando pireno.

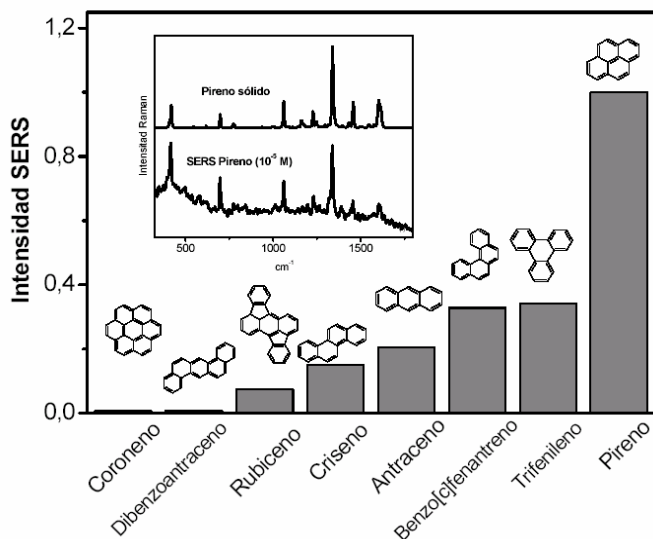


Figura 3.- Áreas normalizadas (respecto a la banda 1045 cm⁻¹ de pireno en el complejo con DCEC) de la banda más intensa del espectro SERS de cada PAHs (concentración: 10⁻⁴ M) en el complejo con DCEC (10⁻⁴ M). Todas las intensidades se registraron usando como fuente de excitación la línea a 1064 nm de un láser de Nd:YAG.

3.- SERS de complejos emodina/ albúmina de suero humana

Otro tipo de experimentos que se han llevado a cabo con la espectroscopía SERS ha sido el estudio de complejos entre los fármacos anticancerígenos hipericina y emodina y la albúmina de suero sanguíneo humana (HA). Este tipo de sistemas pueden ser también considerados dentro del tipo metal/receptor/ligando, actuando la albúmina como molécula hospedadora o receptora. El efecto Raman resonante hace que el espectro SERS de sistemas de esta naturaleza está dominado por el ligando, cuando se emplea una longitud de onda de excitación visible.

Los espectros SERS de Ag/HA/emodina han permitido deducir una interacción del fármaco en el sitio de interacción II, cuando se emplea una albúmina libre de ácidos grasos, mientras que en presencia de ácidos

grasos la unión de emodina se produce a través del sitio de unión I (figura 4).

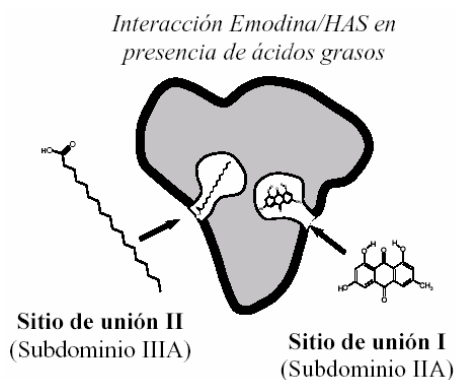


Figura 4.- Esquema de la interacción del fármaco emodina con albúmina humana con los sitios I y II, en función de la presencia o no de ácidos grasos

Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el proyecto FIS2004-00108 de la Dirección General de Investigación, Ministerio de Educación y Ciencia, el proyecto GR/MAT/0439/2004 de la Comunidad Autónoma de Madrid, así como los proyectos Fondecyt 1040640 y AT 4040084 del Conicyt (Chile), el proyecto C-13879 de la Fundación Andes (Chile), y, por último, por el Convenio Conicyt/CSIC 2003/2004.

Bibliografía

- [1]. M. Moskovits, *Rev. Mod. Phys.* 57, 783 (1985). M. Moskovits, "Surface-enhanced spectroscopy", *Rev. Mod. Phys.* 57, 783 (1985).
- [2]. A. Wokaun, "Surface-enhancement of optical fields: Mechanisms and applications", *Mol. Phys.* 56, 1 (1985).
- [3]. L. A. Lyon, C. D. Keating, A. P. Fox, B. E. Baker, L. He, R. Nicewarner, S. P. Mulvaney, M. Natan, "Raman spectroscopy", *Anal. Chem.* 70, 341 (1998).
- [4]. M. Osawa, M. Ikeda "Surface-enhanced Infrared-Absorption of para-nitrobenzoic acid deposited on silver island films: contributions of electromagnetic and chemical mechanisms", *J. Phys. Chem.* 95, 9914 (1991)
- [5]. S. Sanchez-Cortes, J. V. Garcia-Ramos, G. Morcillo, "Morphological study of meta colloids employed as substrate in the SERS spectroscopy", *J. Coll. Inter. Sci.* 167, 428 (1994).
- [6]. S. Sanchez-Cortes, J. V. Garcia-Ramos, G. Morcillo, A. Tinti, "Morphological study of meta colloids employed as substrate in the SERS spectroscopy: activation when exciting in the visible and near infrared regions", *J. Coll. Inter. Sci.* 175, 358 (1995).
- [7]. M. V. Cañamares, J. V. García-Ramos, D. Gómez-Varga, C. Domingo, S. Sanchez-Cortes, "Comparative study of the morphology, aggregation, adherence to glass, and surface-enhanced Raman scattering activity of silver nanoparticles prepared by chemical reduction of Ag⁺ using citrate and hydroxylamine", *Langmuir* 21, 8546 (2005).
- [8]. M. V. Cañamares, J. V. García-Ramos, S. Sanchez-Cortes, "Degradation of curcumin dye in aqueous solution and on Ag nanoparticles studied by UV-visible absorption and SERS spectroscopy", *J. Coll. Inter. Sci.* En preparación.
- [9]. I. Willner, E. Katz, A. Shipway, "Nanoparticles arrays on surfaces for electronic, optical and sensor applications", *Chem. Phys. Chem.* 1, 18 (2000).
- [10]. Gutsche C. D., "Calixarenes in Monographs in Supramolecular Chemistry (Stoddart, J. F., Ed.); Royal Society of Chemistry", Cambridge (1992).
- [11]. P. Leyton, S. Sanchez-Cortes, J.V. Garcia-Ramos, C. Domingo, M. M. Campos-Vallette, C. Saitz, R. E. Clavijo, "Selective Molecular Recognition of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) on Calix [4] arene-Functionalized Ag Nanoparticles by Surface-Enhanced Raman Scattering", *J. Phys. Chem. B* 108, 17484 (2000).
- [12]. P. Leyton, S. Sanchez-Cortes, J.V. Garcia-Ramos, C. Domingo, M. M. Campos-Vallette, C. Saitz, "Surface-enhanced micro-Raman detection and characterization of calix[4]arene-polycyclic aromatic hydrocarbon host-guest complexes", *Appl. Spectrosc.* 59, 1009 (2005).

- [13].P. Leyton, S. Sanchez-Cortes, J.V. Garcia-Ramos, C. Domingo, M. M. Campos-Vallette, “Surface enhanced vibrational (IR and Raman) spectroscopy in the design of chemosensors based on ester functionalized p-tert-butylcalix[4]arene hosts”, *Langmuir*, 21, 11814 (2005).

Espectroscopía Raman de Nanotubos de Carbono

Raman Spectroscopy of Carbon Nanotubes

C. Domingo

Instituto de Estructura de la Materia, CSIC, Serrano 123, 28006 Madrid

Email: cdomingo@iem.cfmac.csic.es

Resumen.- Después de un somero repaso a las características de los nanotubos de carbono (NTCs), se describen las principales bandas que se observan en sus espectros Raman y que proporcionan relevante información estructural sobre los mismos. En particular, los RBM (Radial Breathing Modes) de los NTCs de pared única (Single Wall), de los que se extrae información sobre el diámetro (y quiralidad) de los mismos; la banda tangencial G cuyo perfil indica el carácter metálico o semiconductor de los NTCs, y las bandas D (“Disorder-induced”) y G’ (sobretono de D), que presentan relaciones de dispersión en función de la energía del láser de excitación de los espectros Raman, Eláser, de las que pueden deducirse detalles interesantes de la estructura electrónica de los NTCs.

Abstract.- *After a brief survey of the Carbon Nanotubes (CNTs) characteristics, the main features observed in their Raman spectra which provide relevant structural information about them, are described. In particular, the RBM (Radial Breathing Modes) of the Single Wall CNTs, from which diameter (and quirkality) can be extracted; the tangential G band, with shape indicating the metallic or semiconductor character of the CNTs, and the D (“Disorder-induced”) and G’ (D overtone) bands, which show dispersion relations as function of the laser energy exciting the Raman spectra, Elaser, containing very interesting details about the CNTs electronic structure.*

1.- Introducción

Los nanotubos de carbono (NTCs) son sistemas unidimensionales (1D) únicos con propiedades físicas (mecánicas, térmicas, eléctricas y electrónicas) excepcionales y, por consiguiente, con un elevado número de potenciales aplicaciones en los diversos campos de la nanociencia y nanotecnología [1]. Su carácter 1D origina un confinamiento (cuantización) de los estados de energía electrónica (y vibracional) que da lugar a la aparición de singularidades de van Hove (vHSs) en la “densidad de estados electrónicos” (DOS), distinta para cada nanotubo. Las transiciones ópticas en NTCs ocurren entre vHSs de las respectivas bandas electrónicas de conducción y valencia, siendo pues transiciones discretas (frente a las

mucho más anchas habituales en sólidos no 1D) que, para NTCs de diámetro entre 0,5 y 3 nm tienen energías entre 1 y 3 eV.

La espectroscopía Raman, que normalmente “explora” la muestra con láseres en el rango de 1 a 2,6 eV, es una de las técnicas más utilizadas en el estudio y caracterización de NTCs, especialmente de los de pared única (Single Wall). La razón es que variando la energía del láser de excitación del efecto Raman, se pueden “sintonizar” SWNTCs con distintas estructuras geométricas (y por lo tanto electrónicas), ya que se obtienen espectros Raman diferentes. Cuando la energía del fotón incidente (y/o la del fotón dispersado) coincide con una de las transiciones electrónicas entre vHSs del NTC, se produce un

efecto Raman resonante y la intensidad de los correspondientes espectros esta muy intensificada por lo que es posible estudiar incluso nanotubos aislados [2].

Desde la primera observación de NTCs de pared múltiple (Multi Wall) en 1991 por Iijima [3], la espectroscopía Raman se ha utilizado para caracterizar los procesos de síntesis y purificación de NTCs y estudiar sus propiedades. Pero fue en 1997 cuando realmente se comenzó a vislumbrar la enorme potencialidad de la técnica al demostrarse por vez primera la dependencia del espectro de SWNT con la energía del láser de excitación, consecuencia de que tiene lugar un proceso Raman resonante que depende del diámetro del NTC [4]. A las ventajas de proporcionar información detallada sobre la estructura geométrica, electrónica y vibracional de los diferentes NTCs presentes en la muestra [5], la espectroscopía Raman añade las de ser una técnica no invasiva, que no requiere preparación de la muestra y que puede utilizarse en

distintos entornos, por lo que también se puede usar en la caracterización de NTCs empleados en dispositivos varios.

Descripciones detalladas de la estructura geométrica y notación de los NTCs, de su estructura electrónica y vibracional (fonones), así como de los diferentes procesos de dispersión Raman que dan lugar a las bandas características de los espectros Raman de NTCs (ya sean de pared única, SW, doble, DW o múltiple, MW), pueden encontrarse en la bibliografía que se incluye. Aquí solo podemos dar un breve repaso a estos temas, ilustrando las bandas que resultan de mayor utilidad para la caracterización de los NTCs.

2.- Estructura de los nanotubos de carbono

Un nanotubo de carbono de pared única es un cilindro que resulta al enrollarse una capa monoatómica de grafito. El enrollamiento puede producirse de varias formas, en función de la orientación del llamado vector

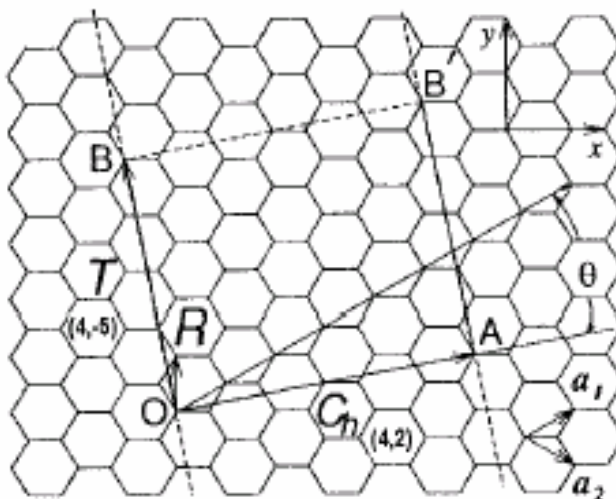


Figura 1.- Celda unidad del nanotubo (4,2)

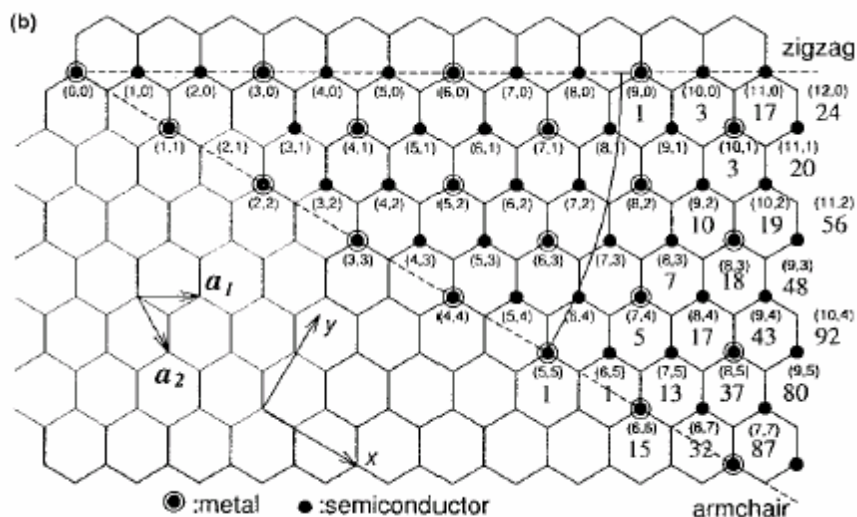


Figura 2.- Vectores quirales posibles para NTCs, indicando su carácter. Nótese que todos los "armchair" son metálicos

quiral $C_h = na_1 + ma_2$, donde a_1 y a_2 son los vectores unitarios de la red hexagonal del grafito y el par (n,m) caracteriza el correspondiente NTC. Los tres tipos básicos de estructuras de NTCs son: zig-zag $(n,0)$, "armchair" (n,n) y quirales (n,m) . La figura 1 ilustra la celda unidad del nanotubo $(4,2)$, de diámetro $|C_h|/\pi$ y ángulo quiral θ , limitada por el vector quiral y el vector traslación T .

La estructura electrónica de los NTCs es única en la física de estado sólido en el sentido de que los nanotubos son metálicos o semiconductores dependiendo de su diámetro y quiralidad (figura 2). Así, son metálicos todos los nanotubos en que $n-m=3q$, con q entero, (1/3 del total) y semiconductores todos los demás (2/3 del total).

La estructura de bandas electrónicas 1D de NTCs, que se puede obtener a partir de las bandas de la lámina de grafito 2D, viene también unívocamente determinada por (n,m) [3]. Esto se debe al confinamiento de la

función de onda electrónica en la dirección radial que da lugar a la aparición de las singularidades de van Hove (vHs) en la "densidad de estados electrónicos" (DOS). La representación de Kataura de la figura 3 (energías calculadas, para NTCs de todas las posibles quiralidades, de las transiciones ópticas E_{ii} entre la vHS "i" de la banda electrónica de conducción y la vHS "i" de la banda de valencia -regla de selección $\Delta i = 0$ -, en función del diámetro del NT) resulta muy útil para saber cuáles son las energías de resonancia de los nanotubos de un diámetro dado que originan el efecto Raman resonante.

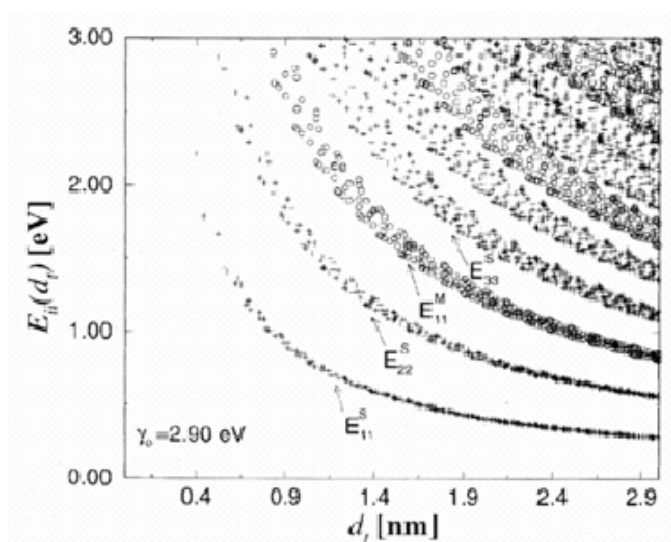


Figura 3.- Representación de Kataura [7]

3.- Espectros Raman de NTCs

La figura 4 muestra los espectros Raman de NTCs (SW y MW), excitados con un láser de energía 1,58 eV, junto con los espectros Raman de grafitos (carbono sp^2) de distinta cristalinidad. El espectro de grafito HOPG solo presenta una banda Raman fundamental intensa correspondiente a la elongación tangencial, G, y una de segundo orden (sobretono), G'. En el grafito policristalino se observa además una intensa banda D ("disorder induced") que se activa en Raman debido a que la red no es infinita (pérdida de simetría traslacional). El espectro Raman de MWNT muestra bandas D y G, con anchuras diferentes de las del grafito policristalino. En este caso la banda D es indicadora de la presencia de defectos en las paredes, y de la relación de intensidades entre las bandas D y G puede extraerse información sobre el número de "defectos" en las paredes de los NTs (también es válido para SWNTs). Y finalmente, tenemos el espectro Raman de NTCs de pared única (los verdaderos

"sistemas 1D"), con un mayor número de características espectrales que pasamos a describir.

De acuerdo con las reglas de selección asociadas a las diferentes simetrías de los NTCs (que son D_{nh} , D_{nd} , C_N dependiendo únicamente de la quiralidad y no del diámetro), solamente 15 ó 16 modos de vibración fundamentales (de primer orden) resultan ser activos en Raman, si bien el número total de vibraciones fundamentales (fonones) es mucho mayor. Y de ellos, solamente 2 son totalmente simétricos y muy intensos (en SW): uno de "baja frecuencia" ($140 \leq \nu \leq 350 \text{ cm}^{-1}$) correspondiente al modo respiratorio A_{1g} en la dirección radial (RBM, Radial Breathing Mode) característico de los SWNTs y que depende linealmente del diámetro del NT, y otro correspondiente al modo tangencial G del grafito alrededor de 1580 cm^{-1} , independiente del diámetro y que origina bandas Raman con distinto perfil espectral según que el NT

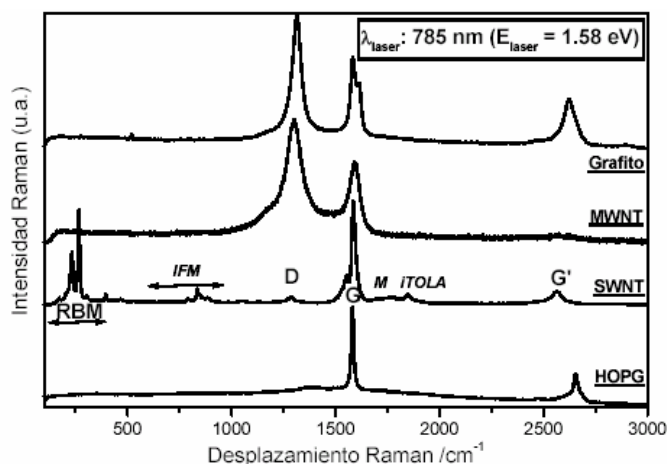


Figura 4.- Espectro Raman de grafito (policristalino), NTCs de pared múltiple (MWNT), de pared única (SWNT) y grafito "Highly Oriented Pyrolytic"

sea semiconductor (Lorentziano a 1590 cm^{-1}) o metálico (Breit-Wigner-Fano, BWF, alrededor de 1540 cm^{-1}). En esta misma región aparecen también un modo E_{1g} y otro E_{2g} también activos en Raman.

RBM: Para un nanotubo SW aislado de quiralidad cualquiera, la dependencia de ν_{RBM} con el diámetro es simple, encontrándose teóricamente la relación $\nu(\text{cm}^{-1}) \approx 224/d_t(\text{nm})$, que en muestras conteniendo "manojos" de NTs debe ser corregida debido a efectos de interacción entre ellos. Esta interacción es débil y produce un desplazamiento en la frecuencia del modo entre 6 y 21 cm^{-1} . En general se puede aplicar la relación $\nu(\text{cm}^{-1}) \approx 248/d_t(\text{nm})$, cuando se desea obtener la distribución de diámetros de una muestra de NTCs a partir de las frecuencias Raman observadas para los RBM. Ahora bien, para poder dar una completa información sobre la "distribución de diámetros", es necesario registrar espectros con láseres de distinta energía en el rango

1-3 eV, debido al efecto Raman resonante explicado anteriormente y que origina que a cada energía de excitación solo se observen los NTCs que tienen alguna transición electrónica E_{ii} resonante con la misma. En el caso de NTs de pared doble, DW, se observan tanto los RBM correspondientes a los diámetros de los tubos externos como de los internos [8], si bien estos últimos presentan anchuras de bandas mucho menores.

Banda G: Ya hemos dicho que proporciona información sobre el carácter semiconductor o metálico de los NTs (los SWNTs de la figura 4 son semiconductores). Además cabe destacar que aparecen diferencias notables en la forma de la banda tanto para las correspondientes Stokes y antiStokes a distintas $E_{\text{láser}}$, como entre ellas a una misma energía de excitación. Si tenemos en cuenta que la frecuencia de los modos G (desplazamiento Raman $\approx 1600\text{ cm}^{-1}$) se corresponde con una energía de 0,2 eV, los fotones dispersados tendrán energías $E_{\text{láser}} \pm 0,2$ (- Stokes, + AntiStokes). Y, como

también estos fotones dispersados (al igual que el incidente a $E_{\text{láser}}$) pueden ser resonantes con las transiciones electrónicas entre vHSs del NTC, puede ocurrir que ambos fotones, Stokes y AntiStokes, estén “probando” NTs con distinto carácter y den lugar a bandas con distinto perfil [9].

Bandas D y G': Son las otras dos características más importantes de los espectros Raman de NTCs. El mecanismo responsable de estas bandas es una doble resonancia que acopla electrones y fonones [6]. Como en el caso de las correspondientes bandas Raman de materiales de carbono con hibridación sp^2 , presentan un fuerte comportamiento dispersivo en función de la energía del láser de excitación, si bien la relación de dispersión se aleja de la linealidad observada en los carbonos sp^2 . En los estudios Raman realizados en NTCs aislados se ha podido comprobar que esta “anomalía” pone una vez más en evidencia la importancia de la estructura 1D en estos sistemas y que el

acoplamiento entre electrones y fonones en condiciones de resonancia depende tanto del diámetro como de la quiralidad de los NTCs resonantes [2].

La frecuencia, intensidad y anchura de las bandas D y G' no solamente aportan información sobre la estructura electrónica de los NTCs, sino que, además, tales propiedades espectrales varían dependiendo de las condiciones mecánicas de tensión por estiramiento o compresión a que se encuentren sometidos los NTCs. Esta información es especialmente relevante en el caso de “composites” que incluyen NTCs al objeto de modificar las propiedades del compuesto base: las bandas D y G' de dichos NTCs en el espectro Raman del composite, se convierten en un test de alta sensibilidad, a nivel microscópico, de las condiciones de tensión por estiramiento o compresión a que se encuentran sometidos los mismos una vez dispersados en el composite [5].

Nombre ^a	Grafito ν (cm ⁻¹)	Proceso Raman ^b	c	Notas
iTA	288	DR1	*	
LA	453	DR1	*	
RBM	-	SR	-	NTCs ($\nu=248/\text{dt}$)
IFM ⁻	750	DR2	*	oTO-LA
oTO	860	DR1	-	grafito: activo IR
IFM ⁺	960	DR2	*	oTO+LA
D	1350	DR1	*	LO ó iTO
LO	1450	DR1	-	LO ó iTO
BWF ^d	1550	SR	-	solo metálicos
G	1582	SR	-	grafito: activRaman
M ⁻	1732	DR2	*	sobretono oTO
M ⁺	1755	DR2	-	sobretono oTO
iTOLA	1950	DR2	*	iTO + LA
G'	2700	DR2	*	sobretono de D
2LO	2900	DR2	-	sobretono de LO
2G	3180	DR2	-	sobretono de G

Tabla I.- Propiedades de las bandas Raman en grafito y SWNTs.[6; ^ai= “in plane”; o= “out of plane”; T=transversal; L=longitudinal; A=acústico; O=óptico; RBM=Radial Breathing Modes; IFM=“intermediate frequency modes”; D=“disorder induced”; G=tangencial; ^bSR=1^{er} orden; DR1= doble resonancia, 1 fonón; DR2=doble resonancia, 2 fonones; ^c*: modo dispersivo; -: modo no dispersivo; ^d perfil Breit-Wigner-Fano

En la figura 4 pueden verse otras bandas en el espectro Raman de SWNTs, de menor intensidad que las descritas hasta aquí, y de uso más restringido para la caracterización de NTCs dado que su interpretación es más complicada. Su asignación y características aparecen recogidas en la Tabla 1.

4.- Conclusiones

Los NTCs son un caso único para el estudio de los espectros Raman de sistemas unidimensionales (1D) y, a su vez, la espectroscopía Raman proporciona información muy relevante sobre las inusuales propiedades vibracionales y electrónicas que presentan los NTCs debido al confinamiento 1D de los correspondientes estados de energía. La alta sensibilidad que permite la espectroscopía Raman resonante de NTCs hace posible obtener espectros Raman de SWNT aislados. Los estudios detallados a este nivel permiten profundizar en el conocimiento de los mecanismos responsables de las distintas bandas Raman y en la estructura electrónica y vibracional de los NTCs. La aplicación de la tecnología óptica de campo cercano (“near-field”) asociada con la espectroscopía Raman y las técnicas de cartografía e imagen (“mapping and imaging”), al estudio de NTCs esta permitiendo caracterizar variaciones espaciales a lo largo de SWNTs aislados [10]. Es este un campo de continuo desarrollo que permitirá alcanzar una mejor comprensión de la superficie de los NTCs.

Agradecimientos

C. Domingo agradece a los Dres. T. de los Arcos, J.V. García-Ramos, S. Sánchez-Cortés T. Ezquerra y M.C. García su confianza y su continuo apoyo en los estudios de espectroscopía Raman de NTCs.

Bibliografía

- [1]. “Carbon Nanotubes: Synthesis, Structure, Properties and Applications”, G. Dresselhaus, M.S. Dresselhaus, P. Avouris, Eds., Springer-Verlag, Berlin (2001).
- [2]. M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, A. Jorio, A.G. Souza Filho, R. Saito, “Raman spectroscopy of isolated single wall carbon nanotubes”, Carbon 40, 2043-2061 (2002) (Review).
- [3]. S. Iijima, Nature 354, 56-58 (1991).
- [4]. A.M. Rao et al., Science 275, 187-191 (1997).
- [5]. M. S. Dresselhaus, P.C. Ecklund, “Phonons in carbon nanotubes”, Advances in Physics 49, 705-814 (2000) (Review).
- [6]. M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, R. Saito, A. Jorio, “Raman spectroscopy of carbon nanotubes”, Phys. Rep. 409, 47-99 (2005) (Review).
- [7]. H. Kataura et al., Synth. Met. 103, 2555-2559 (1999).
- [8]. R. Pfeiffer, F. Simon, H. Kuzmany, V.N. Popov, Phys. Rev. B72, 161404 (2005).
- [9]. S. D. M. Brown, P. Corio, A. Marucci, M. S. Dresselhaus, M. A. Pimenta, K. Kneipp, Phys. Rev. B 61, 5137-5140 (2000).
- [10]. N. Anderson, A. Hartschuh, S. Cronin, L. Novotny, J. Am. Chem. Soc. 127, 2533-2537 (2005).

Aplicación de los nanotubos de carbono como nuevos materiales sensores para la detección de gases

Carbon nanotubes a new material for gas sensor application

I. Sayago Olmo

Laboratorio de Sensores
Departamento Tecnología de Gases y Superficies. IFA-CSIC
Serrano 144, Madrid 28006,

Email: sayago@ifa.cetef.csic.es

Resumen.- Los nanotubos de carbono son compuestos químicos descubiertos en 1991, de estructura relacionada con los fullerenos, con propiedades excepcionales frente a los materiales tradicionales que les confiere un potencial tecnológico sin precedentes. Los nanotubos de carbono son considerados los candidatos ideales para el diseño de sensores de gases de altas prestaciones debido a su buena conductividad, excelentes propiedades mecánicas, estabilidad química y gran superficie específica. Una de las mayores dificultades para la expansión de esta nueva generación de sensores es su integración y manipulación, áreas todavía por desarrollar.

Abstract.- Carbon nanotubes are chemical compounds that were discovered in 1991. They have fullerene-related structures and have attracted the scientific interest due to their unique structure and properties. Carbon nanotubes are considered the appropriate candidates to design high feature gas sensors due to their good conductivity, excellent mechanical properties, chemical stability and big specific surface. The most remarkable difficulty to expand this new sensor generation consists of their integration and manipulation, both areas pending on development.

1.- Introducción

El carbono es uno de los elementos químicos más versátiles y constituye el fundamento de la mayoría de moléculas que son importantes para la vida, como el ADN y las proteínas.

Hasta hace unas décadas se pensaba que sólo existían dos formas puras de carbono en la naturaleza: grafito y diamante. Posteriormente, se descubrió una molécula de extraordinaria estabilidad compuesta por 60 átomos de carbono a la que se bautizó como fullereno, por su similitud con las construcciones del arquitecto Buckminster Fuller [1].

En 1991, el investigador japonés Sumio Iijima descubrió una estructura tubular, a la que denominó nanotubo, en referencia a su diminuto diámetro [2]. Sin entrar en detalles morfológicos y estructurales, existen dos tipos de nanotubos de carbono: de una capa (SWNTs, del inglés singlewalled nanotubes) o de varias capas (MWNTs, del inglés Multiwalled nanotubes) estando estos últimos compuestos formados por SWNTs concéntricos cohesionados por fuerzas de Van der Waals.

La importancia y el interés tecnológico actual hacia los nanotubos se deben a las siguientes propiedades [3-4]:

- Elevada relación radio/longitud que permite un mejor control de las propiedades unidireccionales de los materiales resultantes.
- Electrónicamente pueden comportarse como metales, semiconductor o aislante, dependiendo de su diámetro y helicidad.
- Elevada resistencia mecánica.
- Sus propiedades pueden modificarse encapsulando metales o gases en su interior, llegando a obtener nanocables eléctricos o magnéticos.
- Pueden utilizarse para el almacenamiento de hidrógeno o como sistema de separación de gases.
- Pueden ser utilizados en pantallas planas por su buena capacidad como emisores de electrones.

2.- Sensores de gases

La concienciación actual para la protección tanto del ser humano como de su entorno ambiental ha incrementado los esfuerzos para simplificar y disminuir el coste de los dispositivos y técnicas de medidas. Se han desarrollado nuevos sensores químicos para la detección de gases. Si bien, los dispositivos actuales presentan tres barreras fundamentales para su comercialización y desarrollo:

- El escaso conocimiento de los mecanismos de detección.
- La falta de selectividad (son sensibles a numerosos gases).
- La baja reproducibilidad de los resultados.

Las I+D actuales de los sensores de gases se centran en dos estrategias:

- Búsqueda de nuevos materiales con alta estabilidad, sensibilidad y selectividad.

- Desarrollo de arrays de sensores.

Un array está formado por varios sensores con selectividad parcialmente diferenciada. Si los sensores fuesen muy selectivos se podría realizar una identificación y cuantificación directa sin más que comparar las respuestas con los valores estándar de calibración. Sin embargo, dada la falta de selectividad, es necesario el uso de algoritmos matemáticos para el tratamiento de las señales de salida, estos algoritmos reciben el nombre genérico de técnicas de reconocimiento de patrones (PCA, redes neuronales y lógica difusa).

Un cierto grado de selectividad se puede obtener en función de la temperatura de operación, analizando respuestas transitorias, por la adición de dopantes específicos al gas a detectar, o por el uso de filtros y membranas superficiales [5-6]. Sin embargo, la búsqueda de nuevos materiales con elevada sensibilidad, selectividad y estabilidad es el punto de partida para el desarrollo de una nueva generación de sensores, los nanosensores, basados en materiales nanoestructurados (óxidos metálicos y nanotubos de carbono).

2.a.- Principios de funcionamiento

Los dispositivos actuales para la detección de gases presentan ciertas limitaciones (tabla 1). La figura 1 muestra los diferentes tipos de sensores de gases más utilizados que están siendo objeto de numerosas investigaciones. De este conjunto, los sensores resistivos son los más interesantes para el desarrollo de sensores de bajo coste y altas prestaciones, debido a la sencillez de la magnitud física implicada en la transducción y su integración en sustratos de silicio. En concreto, los sensores basados en capas de óxidos metálicos (MOx) constituyen las opciones dominantes en este momento. Estos

TIPO DE SENSOR DE GASES	LIMITACIONES
Instrumentos analíticos	Grandes. Consumo elevado
Electroquímicos	Condiciones de trabajo limitadas, para detectar determinados gases
Catalíticos	Para la detección de hidrocarburos Sensibilidad baja Consumo elevado
Oxido de metal (MOx)	Sensibilidad media Consumo elevado en capa gruesa y moderado en capa fina
Polímeros conductores	Baja estabilidad y especificidad

Tabla I.- Limitaciones de los dispositivos sensores

sensores utilizan capas policristalinas con pequeño tamaño de grano y se basan en la interacción de las moléculas de gas del ambiente con el material. Ello tiene lugar en determinadas posiciones de la superficie de los granos cristalinos en donde las moléculas gaseosas se enclavan al intercambiar carga eléctrica con el material.

Otros tipos de sensores más innovadores y complejos son los gravimétricos ó másicos (sensores de ondas acústicas superficiales y los resonadores) que están siendo incorporados como sensores de gases por su elevada sensibilidad (tres ordenes de magnitud superior a la de los sensores de tipo resistivo), reducido tamaño y por no precisar de calefacción. Su principio de funcionamiento más común viene dado por una señal de frecuencia, asociada a la frecuencia de resonancia del dispositivo, que a su vez está vinculada de forma casi lineal con la cantidad de masa existente sobre la película sensora.

En los sensores de ondas acústicas superficiales (SAW), las ondas acústicas superficiales son generadas mediante un par de electrodos metálicos interdigitados (IDTs) depositados sobre el sustrato piezoeléctrico (cuarzo, ZnO). La excitación eléctrica de los electrodos a una determinada frecuencia produce la propagación de las ondas en la

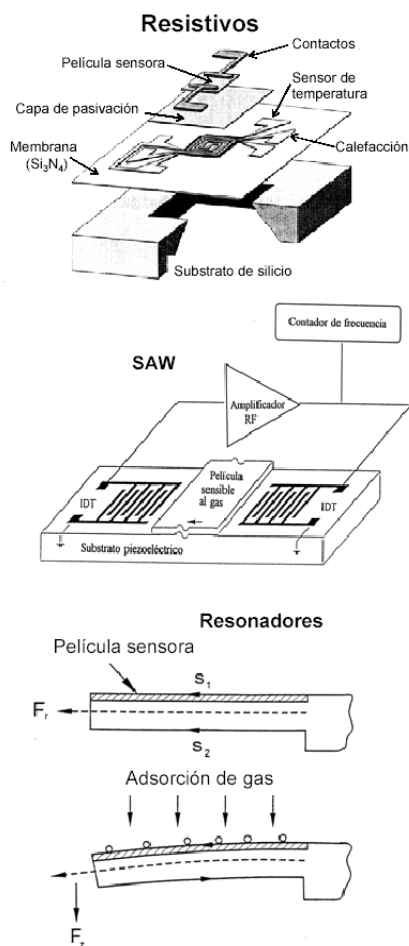


Figura 1.- Diferentes tipos de sensores de gases: resistivos, SAW y resonadores

superficie del sustrato desde un IDT a otro. Si en la trayectoria de la onda, entre los dos IDTs, se coloca un material sensible (polímero, [7-8]) a la presencia de determinados gases, la velocidad de propagación se verá alterada y esto producirá cambios en la frecuencia de operación que puede ser fácilmente detectado.

Los sensores resonadores o cantilevers, son estructuras mecánicas que se hacen vibrar en alguno de sus modos naturales de vibración. Generalmente consisten en vigas sujetas por un extremo o por los dos. Son sensibles a señales físicas o químicas que alteran la energía cinética o potencial de la vibración, modificando la frecuencia de resonancia o su respuesta a la frecuencia de oscilación. Si se recubren con capas activas absorbentes (polímeros) a determinados gases, la modificación de la frecuencia de oscilación permite determinar la concentración del mismo.

2.b.- Nanotubos de carbono como sensores de gases

Se ha comprobado que existe una relación entre las propiedades eléctricas del nanotubo y el tipo de gas o gases presentes en su entorno, lo que confirma su aplicación como sensores químicos para la detección de gases.

La posibilidad de crear minúsculos dispositivos de bajo precio, capaces de controlar multitud de parámetros de forma que los procesos industriales o de la vida cotidiana se hagan más precisos y seguros (conducción vial, detección de contaminantes, electrodomésticos inteligentes etc.) constituye el inicio de una nueva generación de sensores que están todavía en su fase inicial de investigación.

Las grandes ventajas de los nanotubos como sensores frente a los dispositivos convencionales son [9-10]:

- Elevada sensibilidad, son capaces de detectar cantidades de muestra muy reducidas (rangos de ppm o ppb) debido a su elevada porosidad que favorece la adsorción del gas.
- Baja temperaturas de detección, en la mayoría de los casos detectan la presencia del gas a temperatura ambiente o a temperaturas no superiores a los 200 °C.
- Elevada selectividad, que les hace especialmente novedosos y afines a la posibilidad de manipular la superficie sensora introduciendo dopantes o grupos funcionales específicos al gas a detectar.
- Reducido tamaño que en un futuro se traducirá en la realización de nanosensores.
- Rápida respuesta y recuperación.

El impulso de este tipo de sensores ayudará a cimentar las bases de una de las aplicaciones de los nanotubos; y al tiempo favorecerá el avance de los sensores químicos todavía por consolidar debido a la falta de selectividad de los materiales (orgánicos e inorgánicos) utilizados hasta el momento.

3.- Limitaciones para el desarrollo de los nanosensores

La reducción del tamaño de los sensores ha ido asociada a los avances tecnológicos de la microelectrónica lo que ha permitido compatibilizar e integrar el dispositivo con el sistema electrónico. La disminución del tamaño ha supuesto una reducción de costes de fabricación y una mejora en las prestaciones y propiedades de los sensores.

Actualmente, la posibilidad de desarrollar sensores más pequeños (nanosensores) está limitada a los avances tecnológicos.

La manipulación y control de la fabricación a escala atómica y molecular precisa de nuevas tecnologías que garanticen fiabilidad,

precisión y reproducibilidad de los dispositivos. Muchas de estas tecnologías se están perfilando a nivel de laboratorio pero todavía no están definidas [11]. Por un lado hay una visión conservadora y continuista, la llamada aproximación “top-down” (de arriba hacia abajo), donde se intenta mejorar las actuales técnicas litográficas utilizadas en la microelectrónica, logrando cada vez mayor precisión al fabricar los constituyentes últimos de los dispositivos. La otra alternativa más cercana a la percepción de la nanotecnología y por tanto más futurista se conoce como “bottom-up” (de abajo hacia arriba), en la que es factible la utilización de estructuras definidas a escala nanométrica de forma expresa, ordenada y controlada para obtener determinadas propiedades. Dimensiones, cristalinidad, composición, características de las superficies etc. son parámetros que pueden ser controlados, dando lugar a nuevos tipos de estructuras con nuevas propiedades. Sin embargo, esta aproximación representa un gran desafío a los conocimientos tecnológicos actuales.

4.- Conclusiones

Los nanotubos de carbono ofrecen inmensas posibilidades de aplicación. Pero todavía se necesita refinar su producción, controlar su calidad y poder producirlos a gran escala con las características deseadas para cada aplicación. Su principal inconveniente además de poder controlar la síntesis es encontrar la forma de incorporarlos a un sistema nanoelectrónico que funcione. Estos son los retos para el futuro y se está trabajando intensamente en estos aspectos.

Agradecimientos

Al Ministerio de Educación y Ciencia que financia el proyecto “Aplicación de los Nanotubos en la I+D de nuevos sensores de Gases”
TEC2004-05098-C02-01/MIC

Bibliografía

- [1]. Kroto HW, Heath JR, O'Brien SC, Curl RF, Smalley RE, “C60: Buckminsterfullerene”, *Nature* 318, 162 (1985).
- [2]. Iijima S., “Helical microtubules of graphitic carbon”, *Nature* 354, 56-58 (1991).
- [3]. Collins PG, Avouris P., “Nanotubes for electronics”, *Scientific American* 283, 62 (2000)
- [4]. Ebbesen TW (Ed.), “Carbon Nanotubes: Preparation and Properties”, Springer-Verlag (1997)
- [5]. T. Seiyama, “Chemical Sensor Technology”, Vol. 3, Elsevier-Kodansha LTD, (1991)
- [6]. Yamazoe N, Kurokawa Y, Seiyama T, “Effects of additives on semiconductor gas sensor”, *Sensors and Actuators B*, Vol. 4, 283-289, (1983).
- [7]. Gardner JW, Barlett P, “Potential applications of electropolymerised thin organic films in nano-technology”, *Nanotechnology* 2, 19-33, (1991).
- [8]. Grate JW, Abraham MH, McGill RA, “Sorbent polymer coatings for chemical sensors, Polymers films in sensor application”, *Technomic*, Lancaster, P.A, 136-149, (1995).
- [9]. Collins PG, Bradley K, Ishigami M, Zettl A, “Extreme oxygen sensitivity of electronic properties of carbon nanotubes”, *Science* 287, 1801, (2000).
- [10]. AC Dillon, KM Jones, TA Bekkedahl, C-H Kiang, DS Bethune, MJ Heben, “Storage of hydrogen in single-walled carbon nanotubes”, *Nature* 386, 377-379 (1997).

- [11]. M Di Ventra, S Evoy and JR Heflin Jr.
Kluwer, “Introduction to Nanoscale
Science and Technology”, Academic
Publishers (2004).

Criptografía Caótica

Chaotic Cryptography

Gonzalo Álvarez Marañón

Dept. Tratamiento de la Información y Codificación, Instituto de Física Aplicada, CSIC

Email: gonzalo@iec.csic.es

Resumen.- En este trabajo se repasan algunas de las propuestas más destacadas de aplicación de los sistemas dinámicos no lineales a la criptografía y a las comunicaciones seguras que han ido surgiendo durante la última década.

Abstract.- *This works surveys some of the most important proposals of the application of non linear dynamical systems to cryptography and secure communications.*

1.- Introducción

Tradicionalmente, los sistemas de cifrado han sido feudo inexpugnable de la teoría de números, álgebra numérica, geometría algebraica, etc. La práctica totalidad de trabajos publicados en este campo aparecen en foros internacionalmente reconocidos como “Crypto”, “EuroCrypt” o “AsiaCrypt”, así como en revistas especializadas en teoría de la información en general y en la criptología en particular, tales como “Cryptologia”, “Journal of Cryptology”, “ACM Transactions on Information and System Security” o “IEEE Transactions on Information Theory”.

Sin embargo, la inmensa mayoría de trabajos sobre sistemas de cifrado basados en caos se publican en revistas de física especializadas en fenómenos no lineales o revistas de ingeniería eléctrica, como “Physics Letters A”, “Chaos”, “Chaos, Solitons & Fractals”, “Int. J. Bifurcation and Chaos”, “Physical Review Series”, “IEEE Trans. on Circuits and Systems” o “IEEE Int. Symposium on Circuits and Systems”, es decir, en revistas raramente leídas por la comunidad criptográfica tradicional.

Por otro lado, la mayor parte de investigadores que proponen nuevos sistemas de cifrado basado en caos ignoran algunas de las premisas más básicas de la criptografía. En consecuencia, los diseños propuestos carecen de definiciones claras sobre qué es la clave, cuál es el espacio de claves o cómo se generan claves válidas. Otro aspecto a menudo dejado de lado se refiere a los estudios de seguridad del sistema propuesto, normalmente inexistentes o demasiado ingenuos. Al margen de la seguridad, la mayoría de criptosistemas basados en caos poseen coste computacional varios órdenes de magnitud mayores que los de la criptografía tradicional.

Como resultado, los criptosistemas basados en caos se proponen fuera de los foros tradicionales de criptografía donde se acumula el mayor conocimiento sobre este campo. En su lugar, aparecen publicados en revistas que, aunque muy respetadas en sus respectivas áreas, nada tienen que ver con la criptografía, siendo evaluados por árbitros que nada saben de esta disciplina. En consecuencia, aunque no se niega la originalidad de los planteamientos de muchos de

estos criptosistemas, lo cierto es que dejan mucho que desear desde el punto de vista de la seguridad y eficiencia, lo que hace que parezcan infantiles para los criptólogos expertos. En otras palabras, los criptólogos no manifiestan mayor interés en los criptosistemas basados en caos, mientras que los diseñadores de estos últimos carecen por lo general del bagaje criptográfico necesario para proponer diseños con niveles de seguridad aceptables y atraer por tanto el interés de la comunidad criptográfica.

Alcanzar un cauce de comunicación fluido entre la criptografía tradicional y la criptografía basada en caos aportaría grandes beneficios a ambos campos. En esta comunicación se repasa la evolución de los criptosistemas analógicos y digitales, reseñándose los hitos más destacables y resaltando la importancia de las nuevas tendencias.

2.- Breve repaso del cifrado basado en caos

Durante la última década han surgido numerosas propuestas de aplicación de los sistemas dinámicos no lineales a la criptografía y a las comunicaciones seguras. Como es bien sabido, las señales caóticas presentan algunas propiedades como sensibilidad a las condiciones iniciales y a los parámetros, ergodicidad, mezcla, y puntos periódicos densos. Estas propiedades asemejan las órbitas caóticas a secuencias aleatorias, lo que hace suponer que podrían llegar a permitir enmascarar los mensajes. Existen dos enfoques generales para el diseño de cifradores basados en caos: analógico y digital.

2.1.- Criptosistemas analógicos

La inmensa mayoría de criptosistemas analógicos basan su funcionamiento en el concepto de sincronización caótica, mostrada por primera vez por Pecora y Carroll [1]. En

estos sistemas se utiliza una señal portadora caótica para transmitir el mensaje en una gran variedad de formas. Sin ánimo de exhaustividad, las más importantes se explican a continuación.

2.1.1.- Enmascaramiento caótico

Las primera generación de criptosistemas caóticos se basaba en sumar la señal analógica del mensaje aditivamente o mediante algún otro mecanismo más sofisticado con la portadora caótica [2]. Se supone que el espectro de la señal portadora caótica enmascara completamente el de la señal de mensaje, de ahí la dificultad de extraer el mensaje original sin el receptor autorizado. Éste debe regenerar la misma señal caótica utilizando una elección de los parámetros de operación idéntica a la del emisor, de manera que sea posible deshacer la operación de mezcla realizada en emisión y obtener la señal de mensaje original.

Este tipo de cifrado puede romperse utilizando una gran variedad de métodos, como análisis espectral y filtrado debido a que la señal caótica puede no enmascarar a la señal de mensaje, mediante aplicaciones de retorno, etc., por lo que se considera totalmente inseguro hoy en día. Otro problema se presenta como consecuencia de su baja protección frente al ruido en el canal.

2.1.2.- Conmutación caótica (Chaos Shift Keying, CSK)

En la segunda generación de criptosistemas caóticos, el mensaje se utiliza para elegir entre dos atractores estadísticamente similares [3]. Permite transmitir señales binarias mediante la modulación de una portadora caótica. Cuando se desea transmitir un "0", se transmite la señal caótica utilizando un determinado conjunto de parámetros, mientras que para transmitir un "1" se utiliza otro

conjunto de parámetros. El receptor se configura con uno de los conjuntos de parámetros, de manera que sincronice con una de las señales caóticas pero no con la otra, lo que permite discriminar cuándo se está enviando un “0” o un “1”.

Para romper este cifrado se pueden utilizar igualmente las aplicaciones de retorno, el análisis de error de sincronización, sincronización generalizada, etc., por lo que también se considera totalmente inseguro.

2.1.3.- Modulación caótica

En el siguiente paso de la evolución, se diversificó grandemente el modo como se modulaba la señal caótica. El mensaje, normalmente en forma binaria, modula un parámetro del generador caótico en amplitud, frecuencia o fase. Nuevamente, los diferentes ejemplos de modulación caótica se han roto de una variedad de formas diferentes, lo que desaconseja totalmente su uso.

2.1.4.- Enfoque del sistema inverso (Inverse System Approach, ISA)

El sistema receptor funciona de forma exactamente inversa al emisor, el cual está controlado por la señal de mensaje, de manera que se pueda recuperar el mensaje [4]. Para que la señal de mensaje original pueda recuperarse, debe cumplirse que el sistema original y el sistema inverso realicen las siguientes transformaciones sobre la señal de mensaje en una señal de salida y viceversa.

Para que tenga lugar la sincronización entre ambos sistemas y pueda así recuperarse la señal de mensaje sin errores, el sistema inverso debe poseer un comportamiento asintótico único a partir de las condiciones iniciales. Pronto se encontraron debilidades también en este enfoque. Los mismos autores propusieron un nuevo sistema basado en aplicaciones caóticas lineales a trozos (Piec

Wise Linear Chaotic Maps, PWLCM), cuya inseguridad fue asimismo puesta de manifiesto.

2.2.- Criptosistemas digitales

Los criptosistemas digitales basados en caos, también llamados cifradores caóticos digitales, se diseñan para operar en software en ordenadores digitales. Se utilizan una o más aplicaciones caóticas discretas implantadas con precisión finita para cifrar de una forma u otra. Normalmente, la clave está compuesta por el punto inicial y el parámetro del mapa. Estos sistemas no dependen de la sincronización de osciladores caóticos. Dentro de este grupo existe una inmensa variedad de propuestas dispares, lo que hace muy difícil su clasificación. Aun no siendo exhaustivo, se pueden distinguir los siguientes tipos.

2.2.1.- Cifradores en flujo basados en PRNGs caóticos

Utilizan mapas caóticos discretos para generar una secuencia pseudoaleatoria con la que se mezcla el mensaje en claro, por ejemplo, bit a bit mediante la operación XOR [5]. Hoy en día no se consideran suficientemente seguros.

2.2.2.- Cifradores en bloque basados en la iteración hacia atrás

Se parte de una aplicación caótica discreta y de su inversa (aleatoria), como por ejemplo la aplicación tienda. Para cifrar se itera hacia atrás el mapa tienda utilizando un generador verdaderamente aleatorio para decidir en cada caso cuál de los dos posibles valores tomar. A la hora de descifrar, se itera hacia adelante utilizando el mismo valor del parámetro.

Este algoritmo fue criptoanalizado, demostrándose su debilidad en [6]. Posteriormente se han propuesto otros esquemas similares.

2.2.3.- Cifradores en bloque basados en la iteración hacia adelante

Estos cifradores se suelen caracterizar por utilizar mapas bidimensionales para el cifrado de imágenes [7]. En general, estos diseños gozan de buenas características de seguridad. Recientemente se han propuesto otros cifradores basados en la iteración de mapas unidimensionales, pero sin poseer la misma seguridad.

2.2.4.- Cifradores caóticos basados en la ergodicidad

Esta es una de las categorías más interesantes de los nuevos modelos de criptografía basada en caos que están surgiendo. Todas ellas explotan la propiedad de ergodicidad de las órbitas caóticas, esto es, una órbita siempre terminará visitando cualquier región del espacio de fases por pequeña que ésta sea. El primer algoritmo propuesto dentro de esta categoría fue debido a Baptista [8] y utilizaba la aplicación logística:

$$x_{n+1} = bx_n(1 - x_n), \quad (1)$$

El funcionamiento del criptosistema es como sigue. Se considera que el mensaje a transmitir está escrito en un alfabeto de s símbolos. Se divide el intervalo $[0,1]$ en otros tantos s sub-intervalos de longitud ε , asociados unívocamente con los s símbolos. Cada ranura está comprendida en el rango $[x_{\min} + (s-1)\varepsilon, x_{\min} + s\varepsilon]$, donde s puede tomar cualquier valor, por ejemplo en $s = 256$. Evidentemente, $\varepsilon = (x_{\max} - x_{\min})/s$, y el intervalo puede ser una porción del atractor o todo él. Como texto cifrado lo que se utiliza es el número de iteraciones necesarias para que a partir de un valor inicial x_0 , la órbita seguida por el sistema (1) caiga en el subintervalo correspondiente al símbolo a cifrar del texto en claro. Para descifrar un texto, simplemente se itera a partir de x_0 el número de veces

indicado por el texto cifrado usando el mismo valor del parámetro b . Después de ese número de iteraciones, el sistema habrá caído en una ranura que se corresponderá con el símbolo inicial que se cifró, lo que permite recuperar el símbolo original. La clave del sistema está formada por el valor de x_0 y el valor del parámetro b . Para cada nuevo símbolo que se cifra, se elige un nuevo x_0 igual al valor de la última iterada del símbolo anterior.

Posteriormente, han ido surgiendo numerosos diseños que mejoraban la seguridad o el rendimiento del trabajo original de Baptista [9-10]. Todos estos cifrados han sido rotos o se han señalado debilidades en los mismos en [11-12].

Sin embargo, una de las últimas creaciones ha sido [13], igualmente basada en el trabajo original de Baptista, pero con la importante novedad de asignar exclusivamente valores binarios, “0” o “1”, a los distintos subintervalos. De esta manera se aumenta la seguridad, ya que los ataques anteriores ya no son posibles, y también se aumenta drásticamente la eficiencia, puesto que la velocidad de operación es mucho mayor. Esta última aportación se considera una de las más prometedoras.

Otro tipo de cifradores, que también explotan la propiedad de ergodicidad aunque en una forma diferente, son [14-15]. Sin embargo, su seguridad deja mucho que desear, habiendo sido ambos completamente rotos de diferentes maneras.

2.2.5.- Cifradores en bloque con cajas-S dinámicas caóticas

En esta categoría se enmarcan los criptosistemas propuestos al estilo de los cifradores de bloque tradicionales, utilizando sistemas caóticos para construir cajas-S que

posteriormente pueden integrarse dentro del diseño del cifrador de bloque [16]. Su seguridad fue estudiada por los mismos autores en y aparentemente las cajas-S así generadas resultan muy robustas contra el criptoanálisis lineal y diferencial.

3.- Conclusiones

A lo largo de la última década se han propuesto numerosos criptosistemas basados en caos. De entre ellos, los analógicos han demostrado ser muy inseguros y poco robustos al ruido y perturbaciones del canal. La práctica totalidad de diseños publicados han sido rotos, lo que hace que no se los considere en absoluto seguros.

En cambio, dentro de los sistemas digitales, se han propuesto una serie de algoritmos, como algunos ergódicos y los basados en cajas-S, que sí presentan niveles de seguridad razonables, si bien su eficiencia resulta todavía muy baja en comparación con los algoritmos criptográficos tradicionales.

Por consiguiente, todo hace pensar que se seguirá investigando dentro del campo de los cifradores digitales, en detrimento de los analógicos, aparentemente totalmente inseguros y sin perspectivas de mejora.

Bibliografía

- [1]. L. M. Pecora and T. L. Carroll, "Synchronization in chaotic systems", *Phys. Rev. Lett.*, 64:821-824, 1990.
- [2]. L. Kocarev, K. S. Halle, K. Eckert, L. O. Chua, and U. Parlitz, "Experimental demonstration of secure communications via chaotic synchronization", *Int. J. Bifurc. Chaos*, 2:709-713, 1992.
- [3]. H. Dedieu, M. P. Kennedy, and M. Hasler, "Chaos shift keying: Modulation and demodulation of a chaotic carrier using self-synchronizing", *IEEE Trans. Circuits Syst. II*, 40:634-641, 1993.
- [4]. U. Feldmann, M. Hasler, and W. Schwarz, "Communication by chaotic signals: The inverse system approach", *Int. J. Circuit Theory Appl.*, 24(5):551-579, 1996.
- [5]. R. Forré, "The Henon attractor as a keystream generator", *EuroCrypt'91*, volume 0547 of LNCS, pages 76-81. Springer-Verlag, Berlin, 1991.
- [6]. E. Biham, "Cryptanalysis of the chaotic-map cryptosystem suggested at Eurocrypt' 91", *EuroCrypt'91*, volume 0547 of LNCS, pages 532-534. Springer-Verlag, Berlin, 1991.
- [7]. J. Fridrich. "Symmetric ciphers based on two-dimensional chaotic maps", *Int. J. Bifurc. Chaos*, 8(6):1259-1284, 1998.
- [8]. M.S. Baptista, "Cryptography with chaos", *Phys. Lett. A*, 240(1-2):50-54, 1998.
- [9]. K.W.Wong, "A fast chaotic cryptographic scheme with dynamic look-up table", *Phys. Lett. A*, 298(4):238-242, 2002.
- [10]. K.W. Wong., "A combined chaotic cryptographic and hashing scheme", *Phys. Lett. A*, 307(5-6):292-298, 2003.
- [11]. G. Alvarez, F. Montoya, M. Romera, and G. Pastor, "Cryptanalysis of an ergodic chaotic cipher", *Phys. Lett. A*, 311(2-3):172-179, 2003.
- [12]. G. Alvarez, F. Montoya, M. Romera, and G. Pastor, "Cryptanalysis of dynamic look-up table based chaotic cryptosystems", *Phys. Lett. A*, 326(3-4):211-218, 2004.

- [13].F. Huang and Z.-H. Guan, “Cryptosystem using chaotic keys”, *Chaos Solitons & Fractals*, 23(3):851-855, 2005.
- [14].E. Alvarez, A. Fernandez, P. Garcia, J. Jimenez, and A. Marciano, “New approach to chaotic encryption”, *Phys. Lett. A*, 263(4-6):373-375, 1999.
- [15].P. García and J. Jiménez, “Communication through chaotic map systems”, *Phys. Lett. A*, 298(1):35-40, 2002.
- [16].G. Jakimoski and L. Kocarev, “Chaos and cryptography: Block encryption ciphers based on chaotic maps”, *IEEE Trans. Circuits Syst. I*, 48(2):163-169, 2001.

Criptanálisis de registros de desplazamiento irregularmente controlados

Cryptanalysis of Irregularly Clocked Shift Registers

Slobodan Petrovic

NISlab, Department of Computer Science and Media Technology, Gjøvik University College, P.O. box 191, 2802 Gjøvik, Norway

Resumen.- Para determinar el estado inicial de un generador de secuencias pseudoaleatorias que utiliza el desplazamiento irregular se han definido varios métodos hasta ahora. Ellos utilizan las distancias edit, test de consistencia lineal, decodificación convolucional MAP etc. En esta conferencia se describen y analizan los métodos más importantes de este tipo. Especialmente se analiza la influencia de ruido sobre el procedimiento de la reconstrucción de la secuencia de golpes de reloj. El foco está en el análisis de eficacia de dichos algoritmos y el nivel máximo de ruido con el que los algoritmos todavía se pueden llevar a cabo en la práctica.

Abstract.- In order to determine the initial state of a pseudorandom sequence generator that employs irregular clocking several methods have been defined so far. They use edit distances, linear consistency testing, convolutional MAP decoding etc. In this lecture the most important methods of this type are described and analysed. Special attention is given to the use of edit distances and the influence of noise on the clock control reconstruction procedure. The focus is on the study of efficiency of these algorithms and the maximum level of noise at which their utilisation is still feasible.

1.- Introducción

El generador que se analiza tiene un registro de desplazamiento realimentado linealmente (LFSR) y su secuencia de golpes de reloj está controlada por un subgenerador de tipo general (figure 1). La decimación de la secuencia de salida del LFSR se lleva a cabo mediante el “binary rate multiplier”.

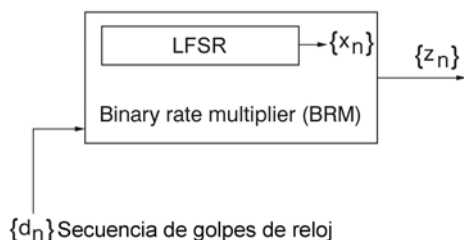


Figura 1.- El esquema general del generador analizado

Si tenemos dos LFSRs de los cuales uno produce la secuencia de golpes de reloj y el otro está controlado por el primero (figura 2), la secuencia de golpes de reloj es una secuencia de enteros pequeños que se produce utilizando k etapas del primer registro. Cada uno de estos enteros determina un salto en la secuencia de salida del registro controlado.

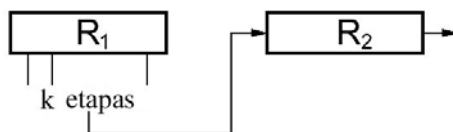


Figura 2.- Un ejemplo del generador analizado.

Se supone que tenemos dos LFSRs, R_1 y R_2 , con polinomios primitivos de realimentación, cuyos grados son m y n , respectivamente, lo que significa que el período del primero es $M=2^m-1$ y del segundo es $N=2^n-1$. R_1 es el LFSR que genera la secuencia de golpes de reloj y R_2 es el LFSR controlado por esta secuencia. Las k posiciones del R_1 determinan la secuencia de enteros de control. Si A_i es el valor del entero determinado por estas k etapas, entonces la posición de la que se toma el símbolo de salida del autómata está determinada por la suma

$$S = \sum_{i=0}^{M-1} A_i \quad (1)$$

siendo S la suma de los enteros que se han generado antes que el símbolo actual de la secuencia de salida.

El teorema de Chambers y Jennings [1] determina las propiedades de la secuencia de salida de tal autómata. Si se cumplen las siguientes condiciones:

Cada uno de los factores primos del período de la secuencia de salida del registro R_1 divide el período de la secuencia de salida del registro R_2 .

$$(S, N)=1,$$

entonces la complejidad lineal y el período de la secuencia de salida son

$$LC = nM \quad (2)$$

$$Per = MN \quad (3)$$

Las condiciones del teorema se cumplen en el siguiente caso:

$$M=N_i, i=1, 2, \dots \quad (4)$$

Los casos especiales importantes del esquema general son los siguientes:

El generador “Stop and go” se consigue si los enteros son 0 ó 1. Entonces, el registro controlado sólo hace un desplazamiento cuando la secuencia de control es 1 y no desplaza si es 0. La secuencia de salida del generador “Stop and go” tiene las propiedades estadísticas malas.

Si los enteros en la secuencia de control son también 0 y 1 pero con cualquier pulso del reloj, el registro controlado hace por lo menos un desplazamiento. Este generador se llama “Step 1 step 2”, y tiene propiedades mejores que el generador “stop and go”.

Otros generadores similares a estos son “Shrinking generator”, “Alternating step generator” y “Self shrinking generator”.

2.- Ataques contra el esquema

Se han utilizado varios ataques contra el esquema descrito previamente: la descodificación MAP convolucional [2], la descodificación list [3] y “linear consistency testing” [4], así como las distancias edit [5].

La descodificación MAP (Maximum A posteriori Probability) tiene como objetivo maximizar la probabilidad de que se haya transmitido el símbolo a si se ha recibido el símbolo z . Johansson et al. [2] han desarrollado un procedimiento de criptoanálisis de generadores con desplazamiento irregular utilizando el método de descodificación con Maximum A posteriori Probability de los símbolos recibidos en el canal con borrados. Esto es un ataque probabilístico y no siempre tiene éxito. Los autores han calculado que con la probabilidad de error de 0.34, la complejidad del ataque es $2^{10} 2^{LA}$, donde LA es la longitud del registro controlado. Si queremos aumentar la precisión y la probabilidad de éxito de tal ataque, entonces tenemos que aumentar la complejidad total repitiendo algunas veces el mismo ataque

pero sobre las partes diferentes de la secuencia interceptada. Sin embargo, en este caso aumentamos la complejidad total y necesitamos más secuencia interceptada.

Otra aproximación es la descodificación list [3]. En este ataque se calcula la probabilidad a posteriori de los bits de control, a partir de un segmento conocido de la secuencia de salida. Se asume que el estado inicial del registro controlado ya se ha recuperado de alguna manera, por ejemplo utilizando las distancias edit. Las probabilidades a posteriori de algunos símbolos pueden ser muy próximas a 0 o a 1. Eso significa que los bits en cuestión son conocidos. Entonces, el estado inicial del autómata de control se puede recuperar resolviendo el sistema correspondiente de ecuaciones lineales. Sin embargo, muchas veces ocurre que las probabilidades en cuestión no son ni 0 ni 1. En este caso, lo que se hace en este método es reordenar las posiciones de los bits interceptados de la secuencia de salida, según la probabilidad decreciente y luego se puede encontrar el número suficiente de ecuaciones lineales para formar el sistema y determinar el estado inicial del autómata de control. Eso es obviamente la otra aproximación probabilística, que tampoco tiene éxito cada vez que se utiliza.

En la aproximación que utiliza el test de consistencia lineal, si l_s es la longitud del LFSR que genera la secuencia de control, se adivinan tantos bits de estado inicial de este LFSR. Luego se genera la correspondiente secuencia de control y a partir de esta secuencia, teniendo en cuenta los bits interceptados de la secuencia de salida, se puede construir un sistema de ecuaciones lineales cuyas variables son los bits de estado inicial del LFSR de control. Este sistema

puede ser consistente o no. Hay que comprobar su consistencia utilizando, por ejemplo, el algoritmo de Gauss. Si el sistema es consistente, se resuelve y lo que se consigue son los bits de inicialización del autómata que genera los golpes de reloj a partir del cual se puede producir la secuencia interceptada. Si el sistema no es consistente, simplemente se rechaza y se prueba con otra inicialización del LFSR. En [4], utilizando la secuencia interceptada del generador, se demuestra que se puede encontrar una ecuación lineal cíclica a partir del cual todas las secuencias de salida del registro en cuestión son iguales. Si se utiliza esta ecuación cíclica, la secuencia de golpes de reloj se puede adivinar cíclicamente, lo que reduce significativamente la complejidad computacional del ataque. Es un ataque determinístico y su complejidad es proporcional a la longitud del LFSR que genera golpes de reloj. Sin embargo, hay que determinar cómo se comporta este algoritmo si la secuencia interceptada está distorsionada por el ruido.

3.- La aproximación con las distancias edit

Lo que se necesita para utilizar esta aproximación es un prefijo de la secuencia de salida suficientemente largo del autómata descrito previamente. A partir de ella y conociendo los parámetros del generador (el polinomio de realimentación del registro controlado) es posible determinar un conjunto de candidatos a estado inicial del registro controlado. Se utiliza un modelo estadístico especial, con la distancia edit restringida. El modelo estadístico aparece representado en la figura 3.



Figura 3.- El modelo estadístico del generador analizado

En el modelo estadístico x_n es la secuencia binaria generada por el registro R sin decimación y d_n es la secuencia de decimación de enteros. La restricción es: los enteros d_n son menores o iguales a E. Por ejemplo, en los generadores “step 1 step 2”, E es igual a uno. El bit de salida se consigue mediante la fórmula

$$z_n = x_{f(n)}, \quad f(n) = n + \sum_{i=0}^n d_i, \quad n = 0, 1, 2, \dots \quad (5)$$

donde b_n es la secuencia binaria de ruido y la probabilidad de uno en la secuencia de ruido es menor que 0.5. El criptoanalista tiene a su disposición M bits consecutivos de la suma $Y = \{y_n\}$ de la secuencia de salida y el ruido. Su tarea es determinar el estado inicial del generador que produjo estos M bits interceptados de la secuencia Y.

La distancia edit se puede calcular iterativamente mediante la matriz de distancias edit. Los elementos de esta matriz representan la distancia edit restringida entre los prefijos de las secuencias en cuestión. En la primera fase del ataque hay que determinar la longitud N de la secuencia de control sin decimación, que se va a utilizar en el ataque. Ella depende de la restricción que se ha definido. Se puede utilizar la esperanza matemática de N. Luego se necesita un umbral, para seleccionar los candidatos a estado inicial del registro controlado. Este umbral se define a partir de las probabilidades de la alarma falsa y la de no detectar el suceso, que se dan por adelantado.

Para cada uno de los posibles estados iniciales del registro controlado, se calcula la distancia edit entre la secuencia de salida de longitud N y la secuencia interceptada. Los estados iniciales, cuya distancia correspondiente es menor que el umbral definido son candidatos a estado inicial del registro controlado.

Una vez determinados los candidatos, el ataque continúa reconstruyendo la secuencia de golpes de reloj que podría producir la secuencia interceptada. Esto se lleva a cabo mediante una búsqueda de caminos óptimos y subóptimos de la longitud adecuada en la matriz de distancias edit. El número de bits de la secuencia de golpes de reloj que se necesita depende del autómata que genera esta secuencia. Si es un LFSR, necesitamos tantos bits como es la longitud del LFSR. Sea p_l la longitud necesaria de la secuencia de golpes de reloj. Los caminos óptimos en la matriz de distancias edit son los que empiezan en el rincón inferior derecho y terminan en el rincón superior izquierdo de la matriz y que tienen un peso mínimo - la distancia edit entre ellos y la secuencia interceptada. Si no hay ruido (ataque de texto claro conocido), es suficiente reconstruir los caminos óptimos. Pero en la presencia del ruido, lo que se necesita además de los caminos óptimos son los caminos subóptimos, cuya discrepancia de los óptimos no sobrepasa un umbral dado por adelantado. Este umbral se ha relacionado con el nivel de ruido en el modelo estadístico.

La primera tarea es determinar los elementos en la columna p_l a través de los cuales pasan los caminos que empiezan en el rincón inferior derecho. Por eso se han definido punteros almacenados en las celdas de la matriz. Los punteros determinan los puntos de los cuales se puede llegar a una

celda de la matriz. A partir de estos puntos se van reconstruyendo los caminos óptimos y subóptimos y los subóptimos tienen una diferencia menor o igual a D , el umbral dado por adelantado.

Cada uno de los puntos de ramificación se procesa enumerando sistemáticamente todos los caminos que empiezan en él. Un camino reconstruido se rechaza si en algún punto de ramificación su correspondiente distancia edit con la secuencia de salida interceptada sobrepasa el umbral D .

Con el método que utiliza las distancias edit, el número en promedio de los caminos reconstruidos es menor que en el caso de la enumeración total de todos los posibles estados iniciales del autómata que produce los golpes de reloj.

Dado cierto nivel de ruido, el valor máximo de D , D_{\max} , se ha analizado experimentalmente. La dependencia de D_{\max} del nivel de ruido y de pl aparece representada en la figura 4.

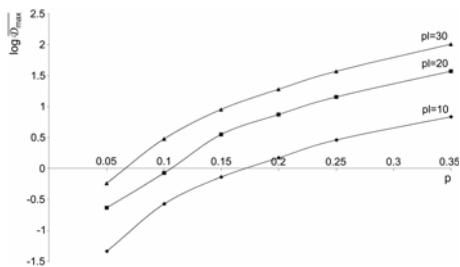


Figura 4.- Dependencia de D_{\max} del nivel de ruido y pl

Con los niveles de ruido relativamente bajos, el umbral D_{\max} es pequeño, lo que significa menos caminos a reconstruir. La dependencia del valor del umbral de pl es aproximadamente lineal. La dependencia del valor del umbral de la probabilidad de ruido es también aproximadamente lineal.

4.- Conclusiones

En un ataque con sólo texto cifrado conocido contra el generador de secuencias pseudoaleatorias con desplazamiento irregular, se reconstruye el estado inicial del subgenerador que genera la secuencia de golpes de reloj utilizando un modelo estadístico con las distancias edit. Se reconstruyen todos los caminos óptimos y subóptimos en la matriz de distancias edit y el número de los caminos subóptimos reconstruidos depende de la discrepancia máxima de los óptimos dada por adelantado. Esta discrepancia depende del nivel de ruido en el modelo estadístico. Para los niveles moderados de ruido, hasta 0.35, es fiable llevar a cabo esta reconstrucción.

Agradecimientos

El autor agradece a Dr. Fausto Montoya Vitini y Dra. Amparo Fúster Sabater del Instituto de Física Aplicada (CSIC) por su colaboración durante la preparación de esta conferencia.

Bibliografía

- [1]. Chambers W.G and Jennings S.M., "Linear equivalence of certain BRM shift register sequences", Electronics Letters, Vol. 20, No. 24, pp. 1018-1019, 1984.
- [2]. Johansson T. and Jönsson F., "Improved fast correlation attacks on stream ciphers via convolutional codes", in J. Stern (Ed.) Proceedings of Eurocrypt '99, LNCS 1592, pp. 347-362, 1999.
- [3]. Chambers W.G. and Golic J.D., "Fast reconstruction of clock control sequence", Electronics Letters, Vol. 38, No. 20, pp. 1174-1175, 2002.

- [4]. Molland H., “Improved linear consistency attack on irregularly clocked keystream generators”, in B. Roy and W. Meier (Eds.) Proceedings of FSE 2004, LNCS 3017, pp. 109-126, 2004.
- [5]. Petrovic S. and Fúster A., “Clock control sequence reconstruction in the ciphertext only attack scenario”, in J. López, S. Qing and E. Okamoto (Eds.), Proceedings of ICICS 2004, LNCS 3269, pp. 427-439, 2004.

Identificación biométrica de personas: un paso más en seguridad

Biometric identification: a further step in security

Carmen Sánchez Ávila

Centro de Domótica Integral, Universidad Politécnica de Madrid
Departamento de Matemática Aplicada a las Tecnologías de la Información,
ETSI de Telecomunicación, Ciudad Universitaria, s/n, 28040 Madrid

Email: csa@mat.upm.es

Resumen.- Como es conocido, la importancia de la identificación biométrica de personas está incrementándose cada día. El objetivo de la biometría es la identificación de una persona mediante sus características biofísicas y/o de comportamiento, tales como el iris, la huella, la firma, la voz, etc. Los sistemas basados en tecnología biométrica permiten identificar a la persona con el fin, por ejemplo, de controlar su acceso a determinadas áreas o servicios de seguridad. Actualmente, es posible encontrar desarrolladas gran cantidad de técnicas biométricas utilizando diferentes algoritmos. Cada una de ellas tiene ventajas e inconvenientes, siendo prácticamente imposible determinar cual de ellas es la mejor sin considerar el entorno de aplicación. En este trabajo se presenta el estado del arte y algunos de los sistemas biométricos más desarrollados (basados en iris y huella). El trabajo se concluye indicando las tendencias y líneas de investigación más importantes en biometría.

Abstract.- As it is well-known, importance of biometric user identification is increasing everyday. Biometrics deals with identification of individuals based on their biological and/or behavioral features, such as iris, fingerprint, signature, voice, etc. Technologies that exploit biometrics have the potential application of identifying individuals in order to control access to secured areas or services. Nowadays a lot of biometric techniques are being developed based on different features and algorithms. Each technique has its strengths and limitations, not being possible to determine which is the best without considering the application environment. In this work, a brief state of the art is presented and some biometric systems (based on iris and fingerprint) are described. Finally, the more important trends and researches in biometric will close this work.

1.- Introducción

En general, la Biometría es la ciencia dedicada al estudio estadístico de las características y aspectos cuantitativos de los seres vivos, aunque actualmente se utiliza también para referirse a los métodos de identificación y/o autenticación de una persona mediante determinados rasgos biofísicos o de comportamiento de la misma [1].

Hoy día existen numerosas técnicas biométricas ampliamente desarrolladas, o aún en

investigación, entre las que podemos encontrar las basadas en características biofísicas estáticas como son: huella, iris, cara, mano, voz, retina, oreja, etc, o bien en características dinámicas, relacionadas con el comportamiento, como son: firma, forma de caminar, dinámica de teclado, etc. [1-3]. Cada técnica tiene sus ventajas y sus inconvenientes, y es prácticamente imposible determinar cual es la mejor; la técnica de escáner de retina, por ejemplo, es la más fiable pero también es la

más intrusiva y provoca el rechazo de los usuarios. La utilización de la geometría de diversas partes del cuerpo humano para determinar la identidad de una persona se inició en la época de los antiguos egipcios, aunque se conoce que ya desde hace más de 5000 años en China se utilizaba la huella dactilar como forma de firmar las creaciones individuales [4]. Más cercano a nuestra época encontramos el sistema antropométrico de Bertillon, de finales del siglo XIX, adoptado extensamente por los servicios policiales de Occidente. Los detallados estudios de Sir Francis Galton más adelante, sobre la estabilidad, unicidad y morfología de la huella dactilar, propiciaron la aparición de los primeros sistemas biométricos basados en huella aplicados a la identificación de personas. Esta técnica, parcialmente aceptada por los usuarios debido a sus implicaciones legales, es la técnica más desarrollada hoy en día, derivando actualmente en sistemas automáticos de identificación personal mediante huella, conocidos como AFIS [5-6].

Otra de las técnicas con un importante auge en los últimos años es el reconocimiento por iris. Los excelentes resultados obtenidos hasta ahora hacen de esta técnica una de las más adecuadas para entornos de alta

seguridad [1], [7-8]. Se trata de una técnica no invasiva, ya que únicamente requiere la imagen del ojo (adquirida usualmente mediante video) y es altamente distintiva de cada individuo [7].

Otros sistemas biométricos, actualmente más desarrollados son los basados en las características faciales [9], la geometría de la mano [10], la firma [11] y la voz [12-13], entre otros.

En la figura 1 se muestra la cuota de mercado de las diferentes tecnologías biométricas durante el año 2004.

2.- Sistemas biométricos

Detallamos en este apartado algunos de los aspectos fundamentales de los sistemas de identificación biométrica.

2.a.- Esquema de un sistema biométrico

En general, el diseño de un sistema biométrico es el de un sistema automático de reconocimiento de patrones, por lo que consta de cuatro etapas:

- captura de los datos biológicos (o de comportamiento);
- preprocesado de los datos capturados;

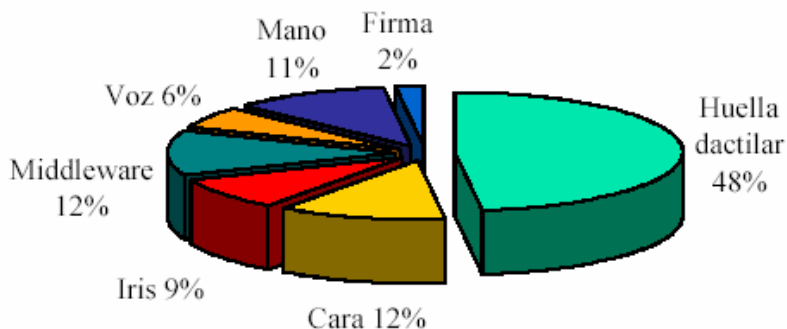


Figura 1.- Cuota de mercado en tecnología biométrica

- extracción de características propias del usuario; y
- comparación de las características extraídas con el patrón previamente almacenado.

No obstante, en el caso particular de un sistema biométrico, es preciso tener en cuenta también dos importantes elementos: el almacenamiento del patrón y la transmisión de los datos [14].

2.b.- Arquitectura

En particular, en un sistema biométrico la última etapa puede configurarse bien como un:

- **Clasificador** (reconocimiento biométrico), en el que las características extraídas se comparan con los patrones de todos los usuarios con el fin de determinar la identidad del usuario; o bien, como un:
- **Verificador** (verificación biométrica), en el que la muestra sólo se compara con el patrón del usuario que dice ser, con el fin de autenticar la identidad del usuario.

El reconocimiento se refiere al problema de establecer la identidad de un individuo, identificándole dentro de todos los usuarios del sistema. Se han de comparar, por tanto,

las características del individuo que se trata de identificar con los patrones de todos los usuarios reclutados por el sistema. Este problema requiere una base de datos de patrones, con los requisitos de capacidad de almacenamiento y seguridad de los datos oportunos, y la existencia de una red de comunicaciones, siempre en línea, que comunique los puestos de identificación con la base de datos.

El problema de la verificación trata de responder, afirmativa o negativamente, si la

identidad del individuo es la quien dice ser. En este caso, las características del usuario sólo se comparan con las del patrón del individuo que dice ser, previamente almacenado. En este caso, el almacenamiento del patrón puede hacerse en un sistema portátil de información, por lo que no serían necesarias ni la base de datos ni la red de comunicaciones.

2.c.- Evaluación

Para todo sistema biométrico existen tres tipos de evaluación: tecnológica, del escenario y operativa. Respecto a la última, existen diferentes parámetros que miden la eficiencia de un sistema, aquí revisaremos dos de ellos:

- *Tasa de falsos positivos* (FMR, False Match Rate): porcentaje de aceptación errónea de un impostor como usuario del sistema.
- *Tasa de falsos negativos* (FNMR, False Non-Match Rate): porcentaje de veces en las que se rechaza erróneamente a un usuario del sistema, considerándolo un impostor.

La gráfica de los dos tipos de errores (FNR vs. FNMR) nos proporciona la conocida curva DET (Detection Error Trade-off) de eficiencia del sistema [14] (figura 2).

Otra forma de medir el rendimiento del sistema se realiza atendiendo a las siguientes tasas de error:

- *Tasa de falsa aceptación* (FAR): porcentaje de veces que se acepta a un intruso como usuario del sistema.
- *Tasa de falso rechazo* (FRR): porcentaje de veces que se rechaza a un usuario legítimo del sistema.

Siendo la tasa de igual error (EER) el punto para el que FAR=FRR.

3.- Algunos sistemas biométricos

A continuación se describen sucintamente dos de los sistemas biométricos que obtienen mejores resultados en la actualidad.

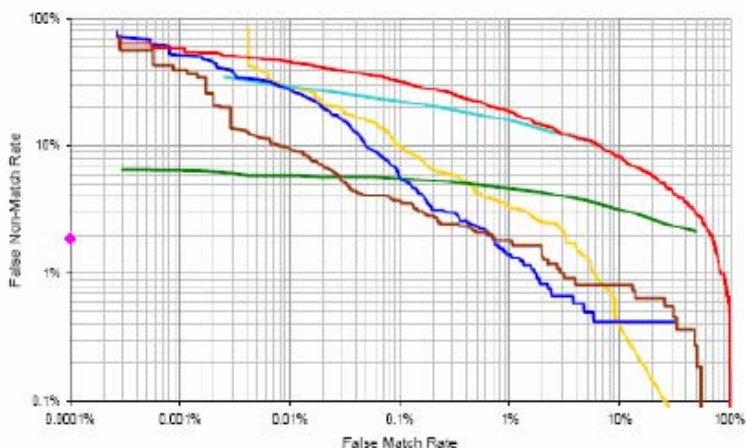


Figura 2.- Ejemplo de curva DET [14].

3.a.- Iris ocular

Las características anatómicas del iris humano le confieren propiedades de unicidad y estabilidad más altas que la huella dactilar, por lo que puede considerarse esta técnica como una importante alternativa a la basada en huella [7].

El primer sistema biométrico basado en el patrón de iris ocular fue propuesto por Daugman en 1993 [7], seguido de cerca por el desarrollado por Wildes et al. [15]. Más recientemente aparecen otros sistemas basados en la transformada wavelet [8], [16], en el análisis de texturas [17] y en la transformada de Hilbert [18].

Aunque existen diferentes tipos de captura de la imagen del iris (figura 3), el criterio ampliamente aceptado es que la captura se realice con una cámara de video con iluminación infrarroja.

En todos los sistemas basados en iris el primer paso es la localización del mismo en la imagen. En [7] por ejemplo, esta operación se realiza utilizando el operador integro-diferencial:

$$\max_{(r, x_0, y_0)} \left| G_{\sigma}(r) * \frac{\partial}{\partial r} \oint_{r, x_0, y_0} \frac{I(x, y)}{2\pi r} ds \right| \quad (1)$$

donde G_{σ} es una función gaussiana e $I(x, y)$ la imagen de entrada. En el sistema [8] sin embargo, se utiliza un algoritmo iterativo de búsqueda del máximo gradiente de intensidad, detectando los bordes interno y externo del iris.

La extracción de características se realiza en [7] aplicando un banco de filtros de Gabor a la imagen, expresada en coordenadas polares:



Figura 3.- Diferentes tipos de captura del iris

$$g_{\{Re, Im\}} = \text{sgn}_{\{Re, Im\}} \iint_{\rho, \phi} I(\rho, \phi) G(\rho, \theta) \rho d\rho d\phi \quad (2)$$

$$G(r, \theta) = e^{j\omega(\theta - \theta_0)} e^{-\frac{(r - r_0)^2}{\alpha^2}} e^{-j\frac{(\theta - \theta_0)^2}{\beta^2}} \quad (3)$$

donde $g_{\{Re, Im\}}$ es un bit complejo correspondiente al signo de las partes real e imaginaria de la respuesta al filtro, obteniendo un patrón de iris de 2048 bits denominado Iris Code (figura 4).

En [8], sin embargo, se utiliza la representación multiescala de cruces por cero de lo que se denomina la firma del iris (IS):

$$IS = \frac{1}{r_e - r_i + 1} \sum_{r=r_i}^{r_e} I_E(x_c + r \cos \theta, y_c + r \sin \theta) \quad (4)$$

$$\frac{2n\pi}{L_s} \leq \theta \leq \frac{2(n+1)\pi}{L_s}, n \in N \cup \{0\}$$

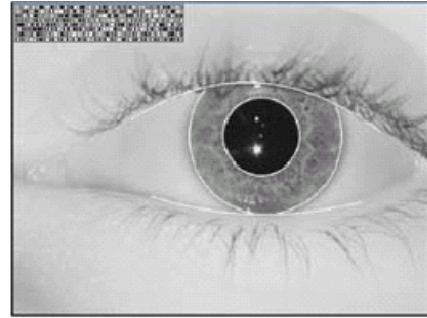


Figura 4.- Iris Code (Daugman [7]).

donde IE es la imagen del iris aislado y L_s es la longitud de la secuencia (256 puntos). Aplicando la transformada wavelet diádica discreta a IS,

$$S_{2^J}^d(IS), (W_{2^J}^d(IS))_{1 \leq j \leq J} \quad (5)$$

y su correspondiente representación multiescala de cruces por cero, se obtiene un patrón de 1024 bits, que resulta de asignar un 1 a los valores mayores que 0 y 0 en el resto, considerando $3 \leq j \leq 6$.

En ambos sistemas, [7] y [8], se emplea la distancia de Hamming en la etapa de comparación.

En la tabla 1 se muestran los resultados en identificación y verificación obtenidos por algunos de los sistemas biométricos basados en iris más relevantes, utilizando la base de datos CASIA.

Sistema	Identificación	Verificación FAR / FRR
Daugman [7]	99,90 %	0,01 / 0,09
Ma [17]	98 %	0,02 / 1,98
Sánchez [8]	97,89 %	0,03 / 2,08
Tisse [18]	89,37 %	1,84 / 8,79

Tabla 1. Resultados algunos sistemas biométricos

3.b.- Huella dactilar

Los sistemas biométricos basados en la huella dactilar constituyen los métodos más antiguos de identificación personal, aceptados popularmente (aunque con reparos por su implicación legal) y de fácil implementación [5].

Existe una gran variedad de sensores para la adquisición digital de la imagen de huella, desde sensores ópticos, de tipo capacitivo, termal, hasta los sensores ultrasónicos, quedando prácticamente obsoleta la utilización de la tinta tradicional.

De entre los métodos más importantes destacan los basados en las características

locales de la huella (estudio de las minucias) y los basados en texturas y correlación, siendo las técnicas basadas en minucias (final y bifurcación de crestas) las más desarrolladas hoy día y de mayor eficiencia, pues son menos sensibles a distorsiones en la imagen [5]. En ellas, después de un proceso de realce de la imagen de la huella, el preprocesado comprende

- Estimación del campo de orientación
- Binarización
- Extracción de la región de interés
- Adelgazamiento y depuración de la imagen

A continuación se extrae el patrón de huellas (formado por las minucias detectadas). La etapa de comparación suele estar precedida de un algoritmo de alineamiento de las minucias, que exige la detección previa de la minucia de referencia [5]. En la figura 5 puede apreciarse este proceso.

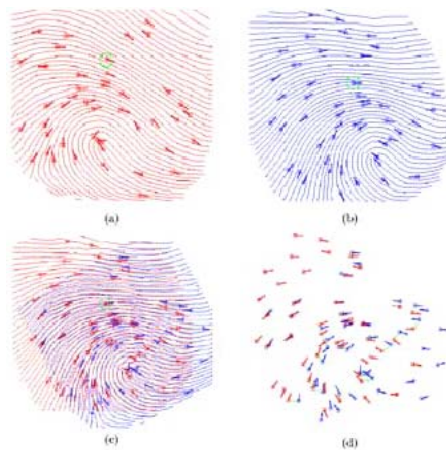


Figura 5.- Alineamiento y comparación de minucias

En cuanto a los resultados obtenidos, existen muchos y diversos sistemas comerciales que alcanzan tasas de igual error (EER) cercanas al 2% en verificación y al 99% en reconocimiento, con tamaño de patrón que oscilan entre los 31,5Kb y los 300 bytes, según el sistema y la arquitectura empleada [19]. Como vemos, resultados bastante inferiores a los obtenidos con el patrón de iris ocular. Una buena referencia sobre resultados en verificación mediante huella es la Fingerprint Verification Competition [19], que cumplió en 2004 su tercera edición.

4.- Tendencias y líneas de investigación

Aunque en este seminario nos hemos centrado en las técnicas unimodales de huella e iris, existen otros muchos sistemas ampliamente desarrollados basados en cara, mano, voz, etc. Además de la investigación en la mejora de los sistemas biométricos, como es la introducción de diferentes mecanismos de detección de sujeto vivo, la evaluación del sistema en sí, etc., existen dos tendencias claras que describen muy bien las líneas abiertas en investigación de técnicas biométricas:

- Sistemas biometricos multimodales, que combinen diferentes técnicas unimodales.
- Sistemas match on card, que permitan el almacenamiento seguro del patrón biométrico, la transmisión segura de los datos y la verificación de ambos dentro de la propia tarjeta o token biométrico.

Bibliografía

- [1]. K. Jain, R. Bolle and S. Pankanti (eds.), *Biometrics: Personal Identification in a Networked Society*, Kluwer Academic Press, 1999.
- [2]. M. Tapiador y J. A. Sigüenza (coord.), *Técnicas biométricas aplicadas a la seguridad*, Ra-Ma, 2005.
- [3]. J. L. Wayman, A. K. Jain, D. Maltoni and D. Maio (eds.), *Biometric Systems. Technology, Design and Performance Evaluation*, Springer, 2005.
- [4]. H. C. Lee, R. E. Gaensslen et al., *Advances in Fingerprint Technology*, CRC Press, 1994.
- [5]. D. Maltoni, D. Maio, A. K. Jain and S. Prabhakar, *Handbook of Fingerprint Recognition*, Springer, 2005.
- [6]. P. Komarinski, *Automated Fingerprint Identification Systems (AFIS)*, Elsevier, 2004.
- [7]. J.G. Daugman, "High Confidence Visual Recognition of Persons by a Test of Statistical Independence", *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. 15, n. 11, pp.: 1148-1161, 1993.
- [8]. C. Sánchez-Ávila C. & R. Sánchez-Reillo, "Two Different Approaches for Iris Recognition using Gabor Filters and Multiscale Zero-Crossing Representation, *Pattern Recognition*", vol. 38, pp.: 231-240, 2005.
- [9]. S. Z. Li and A. K. Jain (eds.), *Handbook of Face Recognition*, Springer, 2005.
- [10]. R. Sánchez-Reillo, A. González Marcos and C. Sánchez-Ávila, "Biometric Identification through Hand Geometry Measurements", *IEEE Trans. on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. 22, pp.: 1168-1171, 2000.

- [11].R. Plamondon and S. N. Srihari, "On-line and Off-line Handwriting Recognition: A Comprehensive Survey", IEEE Trans. on Pattern Analysis and Machine Intelligence, vol. 22, pp.: 63-84, 2000.
- [12].J. P. Campbell "Speaker recognition: A tutorial", Proceedings of IEEE, vol. 85, pp.: 1437-1462, 1997.
- [13].D. A. Reynolds, "An Overview of Automatic Speaker Recognition Technology", Proc. International Conference on Acoustics, Speech, and Signal Processing, pp. 4072-4075, 2002.
- [14].J. Mansfield and J. L. Wayman, Best Practices in Testing and Reporting Performance of Biometric Devices, Centre for Mathematics and Scientific Computing, National Physical Laboratory, 2002.
- [15].R. Wildes, et al., "A system for automated iris recognition", Proceedings of Second IEEE Workshop on Applications of Computer Vision, pp. 121-128, 1994.
- [16].C. Sanchez-Avila, R. Sanchez-Reillo and D. Martin-Roche, "Iris-based Biometric Recognition using Dyadic Wavelet Transform", IEEE Aerospace and Electronic Systems Magazine, vol. 17, n. 10, pp. 3-6, 2002.
- [17].L. Ma, T. Tan, Y. Wang, D. Zhang, "Personal identification based on iris texture analysis", IEEE Trans. on Pattern Analysis and Machine Intelligence, vol. 25, pp.: 1519-1533, 2003.
- [18].C. Tisse, L. Martin, L. Torres, M. Robert, "Person Identification Technique using Human Iris Recognition" Proc. Vision Interface, pp.: 294-299, 2002.
- [19].<http://bias.csr.unibo.it/fvc2004/>
- [20].A., Ross, K. Nandakumar, A. K. Jain, Handbook of Multibiometrics, Springer, 2006.
- [21].Y. W. Yun and L. Chen Tai Pang, "An Introduction to Biometric Match-On-Card", en: www.itsc.org.sg/synthesis/2005/3_BiometricMOC.pdf

Necesidades de investigación en Nanotecnología Biomédica para el desarrollo de las regulaciones de control

Biomedical Nanotechnology and Research Needs in Support of Regulation

D.G. Rickerby

Institute for Environment and Sustainability, European Commission,

Joint Research Centre, 21020 Ispra VA, Italy

Email: david.rickerby@jrc.it

Resumen.- Se espera que la aplicación de nanotecnología biomédica contribuirá al progreso de la Medicina, particularmente en el diagnóstico de la enfermedad, en el desarrollo de materiales bio-compatibles y en sistemas para la administración de medicamentos. Ya existen técnicas de diagnóstico in vitro empleando biosensores y biochips de ADN. Los adelantos en ingeniería biomédica incluyen nanoestructuras biomiméticas para implantes y técnicas de la ingeniería de tejidos que, potencialmente, permitirán el crecimiento de órganos artificiales y la regeneración del tejido nervioso maltrecho. Sistemas terapéuticos usan nanotubos y nanopartículas para la administración de medicamentos y como activadores de dianas en las células tumorales en bajo estado de desarrollo. Es esperable una transformación de la Medicina y las Ciencias de la Salud con la convergencia de las ciencias físicas y biológicas via la nanotecnología. De cualquier modo, hay una preocupación con respecto a los riesgos que estas tecnologías pueden provocar como impacto ecológico y efectos en la salud debido al uso incontrolado de nanopartículas en el medio ambiente y en el cuerpo humano. La aceptación por la opinión pública de la nanotecnología probablemente depende en gran medida de la percepción de los riesgos asociados a estas tecnologías. Para acelerar la aceptación de estas tecnologías es necesario la modificación de las regulaciones actuales para garantizar la implementación segura de la nanotecnología en las aplicaciones de las ciencias de la salud. Se recomienda la adopción de precauciones, junto con el uso de datos fiables científicos, para determinar la magnitud verdadera de los riesgos y se identifican algunas necesidades de la críticas de investigación.

Abstract.- *It is expected that the application of biomedical nanotechnology will lead to progress in medical science, particularly in the areas of disease diagnosis, bio-compatible materials and drug delivery systems. In vitro diagnostic techniques employing biosensors and DNA biochips are now available. Advances in biomedical engineering include biomimetic nanostructures for implants and tissue engineering techniques that will allow, potentially, the growth of artificial organs and the regeneration of damaged nerve tissue. Therapeutic systems using nanopowders and nanotubes for drug delivery and anticancer drugs targeted at tumour cells are under development. The convergence of the physical and biological sciences via nanotechnology can be expected to transform medicine and healthcare. There is concern however regarding the risks of adverse ecological and health effects due to nanoparticles dispersed in the environment and in the human body. Public acceptance of nanotechnology is likely to be strongly influenced by the perception of the associated risks. Modifications to the regulatory framework may therefore be required to guarantee the safe implementation of nanotechnology in healthcare applications. The adoption of a precautionary approach is recommended, together with the use of reliable scientific data to determine the true extent of the risks, and some critical research needs are identified.*

1. - Introduction

Nanotechnology deals with the application of technology at or around the nanometre scale. The main advantage of a nanotechnological approach is that it allows the fabrication of complex structures at the atomic and molecular level, within the 1 to 100 nm length range. The ability to manipulate the structure of matter on the molecular scale should allow advances in a wide variety of applications, including biomedical technologies and healthcare systems [1-3]. The present paper summarises some of the possible benefits that might be expected to derive from the application of nanotechnology in the medical device and pharmaceutical fields. It attempts to address some of the most important safety concerns and to indicate how the application of a precautionary approach, supplemented by the use of objective scientific data, might assist in the monitoring of technical progress and the regulation of medical devices and pharmaceuticals.

2. - Nanotechnology in Healthcare

Biomedical applications of nanotechnology can be classified as shown schematically in figure 1. Current fields of research include nanoparticles for drug delivery, biomimetic nanostructures based on natural biological structures, electronic-biological interfaces, methods for early detection of disease, molecular biotechnology, and scaffolds for tissue engineering [4]. The potential applications of this research in the healthcare sector include biosensors for diagnosis and patient monitoring, novel types of pharmaceuticals, biocompatible materials for medical implants, organ and tissue regeneration or replacement, and genetically based diagnostic and therapeutic methods.

The field of nanobiotechnology is concerned with biological and chemical systems from the molecular to the cellular level, biological-material interfaces, bio-electronic systems and techniques for nanofabrication of devices [5]. The molecular components of living organisms, such as proteins, lipids and nucleic acids, possess properties that are determined at the nanometre level, so that cellular processes themselves are fundamentally nanoscale phenomena.

Natural body tissues are made up of complex architectures of differentiated cells embedded in an extracellular matrix. Nanotextured surfaces can be used to promote the controlled growth of cells to reproduce as closely as possible these naturally occurring structures. Applications of nanotextured surfaces include their use as scaffolds for growing nerve cells for neural implants, orthopaedic and vascular implants, and as substrates for tissue and organ growth.

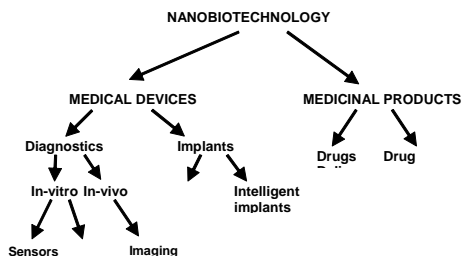


Figure 1.- Applications of nanotechnology in the medical and pharmaceutical areas

The biomaterials in use today are generally based on metallic alloys, ceramics, polymers and composites, but increasingly may also incorporate biological molecules such as peptides and proteins to improve their biocompatibility or to provide a therapeutic function. They are employed in a vast range

of applications including orthopaedic and dental implants, cardiovascular surgery, tissue engineering and organ replacement, lab-on-a-chip diagnostic devices, and advanced systems for drug delivery.

Targeted drug delivery techniques are being developed using nanopowders to deliver drugs to specific sites within the body [6-8]. Nanoparticles and nanotubes have extremely high surface-to-volume ratios, which increases the drug uptake. Because the drug is delivered to the specific site of action lower doses can be employed, with the result that adverse side effects are greatly reduced and the treatment is more efficacious. The types of materials employed include liposomes, polymers, fullerenes, and ferromagnetic nanopowders. These may be coated with a biocompatible compound to allow penetration of the cancerous cells without triggering a response from the patient's immune system. Functionalised nanoparticles may be used as contrast agents in medical diagnostic imaging, for example positron emission tomography (PET) and magnetic resonance imaging (MRI).

Biosensors are already employed in diagnostic devices to determine the concentration of analytes in body fluids. Their principle of operation is either based on optical phenomena (such as emission or absorption of light or photochemical processes), electrochemical reactions, or on the piezoelectric effect. The most common application at present is minimally invasive blood glucose measurements, although other types of sensor are available for blood gas analysis, blood pressure and heart rate monitoring, and metabolic function. Research is in progress to develop biosensors to carry out rapid screening tests for cancer and antigen-antibody reactions to detect viruses.

High throughput systems utilising biochips, combined with microarray or microfluidic devices, are emerging as an important new tool in clinical diagnosis and in drug discovery. Their principal advantage is the very small sampling volume in comparison with conventional systems, resulting in a consequent increase in the speed of analysis and reduction of patient distress because the sampling procedure is less invasive. Implantable biosensors could also be incorporated into therapeutic systems to control of the administration of the drug while simultaneously monitoring the patient's response in real time. The integration of DNA biochips as the active components in biosensor systems would revolutionize clinical diagnostics by allowing the introduction of personalised treatments designed for the individual patient.

Developments in the field of human genomics will lead to an increase in our understanding of the underlying genetic factors that are responsible for or that contribute to the susceptibility to disease. Applications of molecular medicine and molecular diagnostic techniques can be expected to increase in the future as the results of this research come to fruition. The use of genetic screening techniques would enable identification of persons who have a predisposition to a particular disease and allow the improvement of drug targeting. The ultimate aim is to shift the emphasis from the treating of disease only when it is clinically manifested to its earlier detection and prevention before the patient's health has deteriorated to any significant extent. These advances can be expected to lead to a significant reduction in the costs and an increase in the quality of healthcare.

Nanobiotechnology offers the possibility of improved diagnostic and therapeutic methods but there are inherent risks in its application, including the accidental or deliberate release of potentially non-biodegradable nanoparticles, with unknown adverse consequences for human health and the environment. Relatively little research has been undertaken to ascertain the effects of nanomaterials on living organisms. Investigation is required of the toxicity, persistence and bioaccumulation of manufactured nanoparticles, and their exposure pathways. There is a need for the development of standards, metrology and detection methods for nanoparticles.

3. - Regulation and Risk Assessment

Regulation is necessary for the approval and certification of products in order to guarantee their safety. This is especially important where a high degree of public concern exists regarding the possible health and environmental impacts. The existing regulatory framework for the medical device industry in Europe is structured on three European Commission Directives: the Medical Devices Directive [9], the Active Implantable Medical Devices Directive [10], and the In Vitro Diagnostic Directive [11]. Because the Directives are limited to the essential requirements to protect the safety and health of patients and users and contain no specific technical rules, they allow technological flexibility for innovation. Among aspects that might contribute to the improvement of the regulatory framework are an increase in support for innovation and continual analysis of the impact of regulation on technological progress. Within the scope of the present regulations no distinction is made between medical devices and diagnostic systems based on nanotechnology

and those based on conventional technologies.

An analogous Directive relates to Medicinal Products for Human Use [12]. A medicinal product is defined as any substance used for treating or preventing disease or administered to assist in making a medical diagnosis or alter physiological functions, a definition which would clearly include nanopharmaceuticals even though these are not specifically mentioned. The definitions and scope of the Medicinal Products Directive were recently clarified by an amendment [13] to take account of the emergence of new therapies and “borderline” drug-device products. Nanotechnology will tend by its very nature to lead to the development of such hybrid products.

The main purpose of regulation of medicinal products is to safeguard public health and ensure the safety of products. However it is important that this objective be achieved by means that do not hinder the development of the pharmaceutical industry or the trade in medicinal products. Risk-benefit assessment of all medicinal products is carried out when they are first placed on the market and at any other times the competent authority deems appropriate. Vigilance procedures are in place for reporting adverse incidents due to both pharmaceuticals and medical devices.

The precautionary principle [14] should be incorporated within a structured approach to the analysis of risk. The assessment of risk should be based on the use of reliable scientific data allowing evaluation of the probability of the occurrence of an event and its likely effects. A decision to apply the precautionary principle may be appropriate if there appear to be reasonable grounds for

concern, even where the available scientific evidence is not sufficient to ascertain how severe the risk is or to quantify the potentially detrimental effects to the environment and on human health. A higher degree of risk might be considered acceptable in certain cases provided the benefits of a new technology are great enough to outweigh the known hazards, while a greater level of risk might be tolerated in the case of patients suffering from severe, chronic or incurable conditions that are not responsive to conventional treatments.

New scientific developments must be closely monitored in order that the regulatory framework can be updated when necessary. Regulatory bodies should reassess the existing regulations to see if these are appropriate to protect humans and the environment against the risks of nanotechnology and how to address any omissions. The regulation applicable to both medical devices and medicinal products should be reviewed to ensure that particle size and chemistry are properly taken into account when investigating possible adverse side effects. Additional revision of the regulations may prove necessary in the light of new scientific evidence regarding the environmental and health effects of nanoparticles.

4. - Conclusion

The application of nanotechnology in the biomedical field can be anticipated to result in improved healthcare and increased efficacy and cost effectiveness of medical treatments. Potential fields of application include biocompatible and biomimetic materials, implantable biosensors, drug delivery systems, tissue engineering, and genetic diagnostic and therapeutic methods. The technical advances raise important questions

about health and environmental impacts. A major concern is the toxicity of nanoparticles introduced into the human body or released into the environment.

The existing regulatory framework appears sufficiently flexible to cope with nanotechnology at the present stage of development but continuous review of the regulations will be necessary to determine whether they are adequate to protect human health and the environment. Modification of the regulations may be required as scientific evidence emerges on the effects of nanoparticles in the environment and on living organisms. The following key research priorities in support of regulation can be identified:

- technology impact assessment, including evaluation of the health and environmental effects;
- development of standards and metrology in the nanotechnology field;
- methods for the detection of nanoparticles, determination of their persistence in the environment and identification of exposure pathways;
- investigation of toxicological properties of nanoparticles in relation to chemistry, size and surface area, and bioaccumulation.

Bibliography

- [1]. R. Felten and I. Hussla, "Microsystem and Nanotechnologies Applied for Health: A Fifteen-year Perspective", Gesellschaft für Technologieförderung Itzehoe, 2000.
- [2]. M. Oud and I. Malsch, "Nanotechnology and Smart Materials for Medical Devices", Nanoforum Report, 2003.

- [3]. M. Morrison (Ed.), "Nanotechnology and its Implications for the Health of the EU Citizen", Nanoforum Report, 2003.
- [4]. Malsch, "Biomedical Applications of Nanotechnology", The Industrial Physicist, 15-17, June/July, 2002.
- [5]. S. Alexandidou and C. Kiparissides, "Nanotechnology in Medicine and Health", Proceedings 3rd Joint EC-NSF Workshop on Nanotechnology, Lecce, 2002.
- [6]. M.E. Byrne, K. Park and N.A. Peppas, "Molecular Imprinting with Hydrogels", Advanced Drug Delivery Reviews, 54, 149-161, 2002.
- [7]. J. Whelan, "Nanocapsules for Controlled Drug Delivery", Drug Discovery Today, 6, 1183-1184, 2001.
- [8]. P.S. Stayton, A.S. Hoffman, N. Murthy, C. Lackey, C. Cheung, P. Tan, L.A. Klumb, A. Chilkoti, F.S. Wilbur and O.W. Press, "Molecular Engineering of Proteins and Polymers for Targeting the Intracellular Delivery of Therapeutics", Journal of Controlled Release, 65, 203-220, 2000.
- [9]. Directive 93/42/EEC on Medical Devices, Official Journal of the European Communities, L 169, 1-43, 12 July, 1993.
- [10]. Directive 90/385/EEC on Active Implantable Medical Devices, Official Journal of the European Communities, L 189, 17-36, 20 July, 1990.
- [11]. Directive 98/79/EC on In Vitro Diagnostic Medical Devices, Official Journal of the European Communities, L 331, 1-37, 7 December, 1998.
- [12]. Directive 2001/83/EC on the Community Code Relating to Medicinal Products for Human Use, Official Journal of the European Communities, L 311, 67-128, 28 November, 2001.
- [13]. Directive 2004/27/EC Amending Directive 2001/83/EC on the Community Code Relating to Medicinal Products for Human Use, Official Journal of the European Communities L 136, 34-57, 30 April, 2004.
- [14]. Communication from the Commission on the Precautionary Principle, 02.02.2000 COM (2000), European Commission, Brussels, 2000.

Radiometría de precisión para el sensado remoto en el rango spectral del visible y del infrarrojo próximo

Accuracy in Radiometry for Space-Based Remote Sensing in the Visible to Short Wave IR

Edward Zalewski

College of Optical Sciences

University of Arizona, Tucson, Arizona

Abstract.- Remote sensing has evolved from simply acquiring images of objects on the ground using an imaging sensor on orbit, to using more sophisticated techniques to obtain detailed interpretations of the objects in the images. The accuracy of these interpretations is important with regard to our understanding of the Earth; its oceans, atmosphere, land and, in particular, the biosphere in which we live. In order to achieve accuracy in the interpretation of these images, an accurate absolute spectral radiometric calibration of the sensor needs to be carried out before the instrument is launched into orbit. It is furthermore very important that the radiometric calibration be stable through the violent changes that occur during the launch and that the calibration remain stable in a harsh space environment throughout the time on orbit, which is often more than five years. I will discuss some of the recent improvements in radiometric calibration, the methods devised to overcome the changes that occur during launch and the methods to assure that the absolute radiometric calibration is stable during the entire mission.

Óptica adaptativa: de los telescopios al ojo humano

Pablo Artal Soriano

Laboratorio de Óptica

Departamento de Física, Universidad de Murcia

Resumen.- Las técnicas de óptica adaptativa permiten la corrección del frente de onda para producir mejores imágenes. Estas tecnologías se aplicaron inicialmente en los grandes telescopios para eliminar el efecto de la turbulencia atmosférica. En la última década, varios laboratorios en el mundo, incluyendo el nuestro, han desarrollado estas técnicas para su aplicación en el ojo. Mediante la medida y corrección de las aberraciones del ojo es posible obtener imágenes de alta resolución de la retina y realizar nuevos experimentos en Visión. En este seminario se mostrará el estado actual del campo con ejemplos de experimentos en marcha en nuestro laboratorio.

Focalización y Colimación de Luz por Láminas Delgadas Metálicas

Nicolás García García

Laboratorio de Física de Sistemas Pequeños y Nanotecnología, CSIC

Resumen.- Hoy en día está de moda la idea de focalización y colimación de luz por materiales nanoestructurados, o lo que es lo mismo por materiales fotónicos, y los más recientemente, para radiación electromagnética, en el rango de las microondas, materiales “left-handed”. En este seminario vamos a mostrar que la focalización y la colimación de la luz pueden conseguirse por láminas delgadas metálicas, sin estructura alguna. Cuando la radiación incidente coincide con la frecuencia del plasma se tiene el mayor efecto.

Además veremos que a esta frecuencia la luz se mueve a la velocidad del sonido. Este caso es especialmente intenso cuando la lámina es de aluminio y la radiación de 82 nm de longitud de onda.

