



## Sensor à fibra ótica interferométrico nanoestruturado para medição do índice de refração de líquidos

### Interferometric nanostructured optical fiber sensor for refractive index measurement of liquids

Gabrielle Sikora Ferri<sup>1</sup>, Lays de Carvalho Seixas Costa<sup>2</sup>, José Luís Fabris<sup>3</sup>

#### RESUMO

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de um sensor interferométrico à fibra ótica, em uma configuração *Singlemode-Multimode-Singlemode*, nanoestruturado com nanopartículas de prata, para medição do índice de refração de um meio externo líquido. O interferômetro é composto por uma fibra ótica multimodo recoberta com um filme de nanopartículas de prata. O filme nanoestruturado foi produzido pelo método de redução química de nitrato de prata por borohidreto de sódio. As amostras com diferentes índices de refração foram obtidas através de soluções de glicerina e água destilada e a transmissão ótica do sensor imerso nas soluções foi medida via espectroscopia ultravioleta-visível. Os resultados obtidos demonstraram um aumento na intensidade das franjas de interferência e da relação sinal/ruído, com aumento de aproximadamente 415 % na sensibilidade do dispositivo, principalmente para soluções com menores índices de refração, após a deposição do filme nanoestruturado de prata. Esse aumento de sensibilidade ocorre para amostras com índices de refração de 1,347 até 1,432.

**PALAVRAS-CHAVE:** índice de refração; nanopartículas de prata; sensores interferométricos.

#### ABSTRACT

The goal of this work was to develop an interferometric optical fiber sensor, in a singlemode-multimode-singlemode configuration nanostructured with silver nanoparticles, for the refractive index measurement of an external liquid environment. The interferometer is composed by a multimode optical fiber covered with a silver nanoparticles film. The nanostructured film was produced by chemical reduction of silver nitrate by trisodium borohydride. The samples with different refractive indexes were obtained by mixing glycerin and distilled water, and the optical transmittance of the sensor was measured using ultraviolet-visible spectroscopy. The obtained results showed an increase in the intensity and signal-to-noise ratio, with an increase about 415% in the sensitivity, mainly for samples with lower refractive indexes, after the nanostructured film deposition. The increase in sensitivity is for samples with a refractive index ratio of 1.347 to 1.432.

**KEYWORDS:** refractive index; silver nanoparticles; interferometric sensors.

#### INTRODUÇÃO

Os sensores de fibra ótica *Singlemode-Multimode-Singlemode* (SMS) são amplamente utilizados para medidas de variação de parâmetros da transmissão ótica na faixa do infravermelho do espectro eletromagnético, como temperatura, umidade, índice de refração, analitos de interesse e

<sup>1</sup> Voluntária da CNPq. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: [gabrielleferri@alunos.utfpr.edu.br](mailto:gabrielleferri@alunos.utfpr.edu.br). ID Lattes: 6360146015520025.

<sup>2</sup> Doutoranda do Programa de Pós-Graduação de Engenharia Elétrica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: [layscosta@alunos.utfpr.edu.br](mailto:layscosta@alunos.utfpr.edu.br). ID Lattes: 4055428525049553.

<sup>3</sup> Docente no Curso de Licenciatura em Física. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: [fabris@professores.utfpr.edu.br](mailto:fabris@professores.utfpr.edu.br). ID Lattes: 1133118124160525.



perturbações mecânicas no sistema. Sua utilização é vantajosa devido ao seu pequeno tamanho e peso, tendo também poucas perdas de inserção. São compostos por arranjos que contém uma seção de fibra ótica monomodo em cada extremidade e uma fibra multimodo central como cavidade interferométrica. A superposição entre os modos distintos e independentes da luz no segmento multimodal, seguido pela excitação do modo guiado no segmento monomodal, resulta em franjas de interferência construtiva e destrutiva. A análise dessas franjas de interferência no espectro de transmissão mostra a possível interação entre o meio externo e o campo evanescente na fibra multimodo (WU, 2021), possibilitando o sensoriamento.

Pode-se citar alguns estudos que tiveram a aplicação desse tipo de interferômetro, como o de Zhao (2015), para a produção de um sensor sensível a diferentes temperaturas, no qual a interrogação do sensor era realizada na faixa do infravermelho. Há também o trabalho de Zhang (2014), que consistiu no desenvolvimento de um sensor SMS para medida de diferentes índices de refração, ainda na faixa do infravermelho.

O estudo realizado por Bathia B e Grupta (2011), mostra a possibilidade de melhoria na sensibilidade de sensores para medidas de índice de refração, a partir da aplicação de sensores baseados em ressonância de plasmon de superfície. As nanopartículas de prata apresentam pico característico da banda de plasmon localizado em torno de 400 nm, mas a partir da aplicação do método de redução química de nitrato de prata com diferentes quantidades do agente redutor borohidreto, pode-se sintetizar nanopartículas com pico de ressonância em diferentes comprimentos de onda.

O sensor interferométrico de fibra ótica desenvolvido nesta pesquisa é do tipo SMS operando na região visível do espectro eletromagnético. Foi realizada a comparação da resposta do sensor, em um mesmo comprimento de onda, antes e após a deposição do filme de prata, para meios externos com diferentes índices de refração.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os equipamentos utilizados nesta pesquisa foram: espectrômetro UV-Vis da marca Ocean Optics (HR4000, com largura de banda de 3,6nm e estabilidade em comprimento de onda de 250pm, operando na faixa espectral de 194nm até 1132nm), fonte de luz LS-1 (Ocean Optics), agitador magnético com aquecimento da Kasvi (K40-1810H, 100-1500 rpm, 380 °C máximo), clivador de fibra FC-6S, conectorizador de fusão de fibra ótica (Fujikura, Modelo No, FSM-60S), conectores rápidos FC/PC, refratômetro digital de bancada (Atago, DR-A1-Plus, 0,0001 de resolução) e balança analítica (AUW220D, resolução de 0,01 mg, Shimadzu). Já os materiais utilizados foram: micropipetas, fibra ótica monomodo (400 nm - 680 nm da marca ThorLabs), fibra ótica multimodo (400 nm - 550 nm e 700 - 1000 nm, da marca ThorLabs) e fibra 100UUVIS-SMA-2. Os materiais químicos utilizados estão listados junto com a síntese descrita em seguida deste artigo.

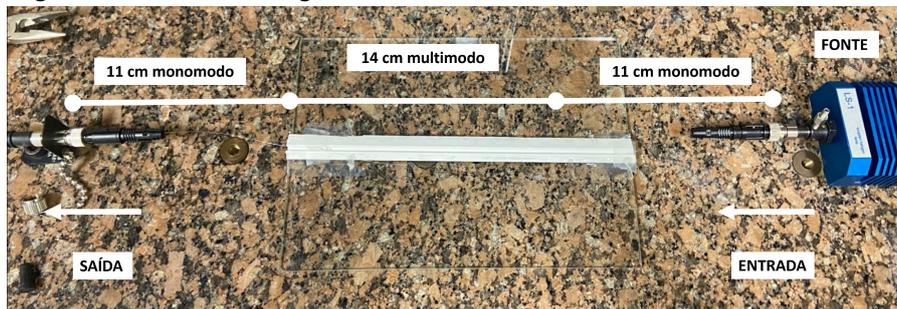
Nessa pesquisa os comprimentos das fibras monomodo e da fibra multimodo foram respectivamente de 11 cm e 14 cm, assim estabelecidos para melhor adequação da montagem experimental. Da cavidade (fibra multimodo) foi retirado mecanicamente todo o acrilato que a recobria. Já das fibras monomodo, foi somente retirado o acrilato das extremidades para que pudessem ser emendadas à

fibra multimodo e conectadas aos conectores rápidos.

As amostras utilizadas neste trabalho foram feitas através da mistura de glicerina com água destilada. Todas as amostras apresentavam o mesmo volume final, de 20 mL, mas em diferentes proporções das duas substâncias. Os índices de refração de todas as amostras foram medidos no dia em que eram feitas as medições de transmissão no espectrômetro, já que o índice de refração depende da temperatura. Cada amostra foi medida três vezes no refratômetro e utilizou-se sua média nos gráficos dos resultados da variação de intensidade por índice de refração.

Quanto à montagem estrutural para as leituras, utilizou-se dois conectores rápidos, um para cada extremidade do sensor, sendo um para conectá-lo à fonte de luz e outro para conectá-lo ao espectrômetro. Já para imersão da cavidade do sensor nas diversas amostras, utilizou-se uma canaleta onde eram inseridos 2 mL das amostras, sendo o volume suficiente para que toda a cavidade ficasse submersa. Após a imersão completa na amostra eram realizadas cinco medições em condições de repetibilidade. Para troca de amostra, o líquido era secado com um papel filtro e o processo era repetido para a próxima amostra, sempre em ordem crescente de índice de refração. A seguinte Figura 1 corresponde à montagem do sensor com a saída conectada ao espectrômetro (não mostrado na figura) e com a entrada à fonte de luz durante as medições.

Figura 1 – Foto da montagem dos conectores com a fibra SMS e a fonte de luz



Fonte: Autoria própria, 2023.

Os gráficos dos espectros de transmissão foram feitos para análises das diferenças de intensidade (diferença pico-vale) em regiões de interesse. Essas variações de intensidade eram analisadas para o sensor sem nanopartículas e em seguida para o sensor com nanopartículas, no mesmo comprimento de onda. Após o cálculo da diferença de intensidades, foi calculado o erro estatístico para cada uma das variações de intensidade obtidas através da Equação (1). Com o valor da variação de intensidade e o erro estatístico de cada uma das medidas, é possível obter um gráfico que relaciona a variação de intensidade em função do índice de refração. Foram calculadas as médias das medidas do índice de refração e seu erro estatístico, entretanto como o erro teve uma magnitude muito pequena (na quarta casa decimal), comparado com o erro de intensidade (no eixo y), quando combinados ele é desprezível.

$$\sigma_t = \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_v^2} \quad (1)$$

Onde  $\sigma(t)$  é o erro total da intensidade,  $\sigma(p)$  é o erro associado a intensidade do pico e  $\sigma(v)$  é o erro associado a intensidade do vale.

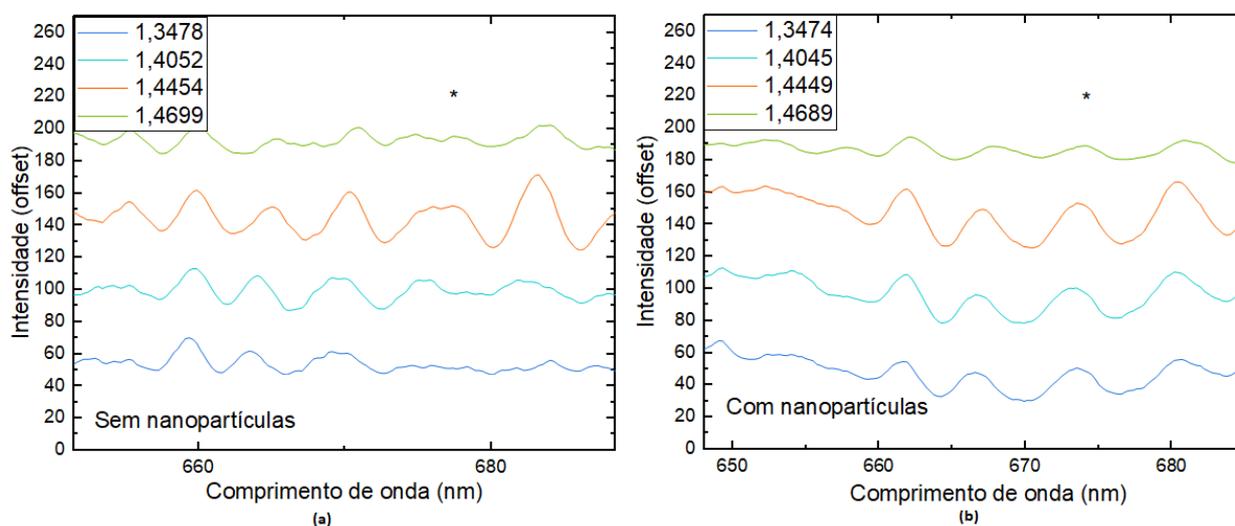


Quanto à produção das nanopartículas de prata, foi utilizada uma rota química adaptada (XU, 2016). Utilizou-se 24,7 mL de água destilada, 75  $\mu\text{L}$  de uma solução de 16,987 g/L de nitrato de prata, 50  $\mu\text{L}$  de uma solução 22,058 g/L de citrato trissódico, 60  $\mu\text{L}$  de peróxido de hidrogênio com concentração de 35% e 200  $\mu\text{L}$  de uma solução de 2,667 g/L de borohidreto de sódio. Primeiramente realizou-se a funcionalização da superfície da fibra ótica, a qual é feita para expor as cargas negativas da sílica (grupos  $\text{OH}^-$ ), para isso é utilizado o hidróxido de sódio, no qual a fibra ficou submersa durante 30 minutos, e em seguida enxaguou-se com água deionizada e colocou-se na estufa a 80 °C, até que toda a água fosse evaporada. Após essa etapa, a fibra ótica foi fixada em uma placa de petri, isolando-se as pontas destinadas à conexão. Em seguida, foi adicionada a água destilada e, com o auxílio da barra magnética, iniciou-se a agitação sob temperatura de 35 °C e com a rotação de 80 rpm em agitador magnético. Na sequência foi adicionada a solução de nitrato de prata e deixou-se agir por 20 minutos. Após esse período adicionou-se a solução de citrato trissódico e o peróxido de hidrogênio. Por fim, foi realizada a titulação da solução de borohidreto até atingir uma mistura de cor avermelhada. A fibra ótica permaneceu submersa durante cinco minutos nessa solução e depois foi retirada e reservada em lugar seguro por 24 h para secagem completa do filme. Após esse processo, repetiu-se a metodologia de interrogação para comparação das respostas do sensor antes e após a deposição do filme nanoestruturado.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Como o sensor desenvolvido é um interferômetro, as medidas espectrais apresentam franjas de interferências. A Figura 2 apresenta essas franjas obtidas com o espectrômetro para a cavidade multimodal no sensor sem e com nanopartículas no comprimento de onda em torno de 675 nm, respectivamente (a) e (b). Na figura são mostrados os espectros obtidos para quatro diferentes índices de refração do meio externo. É possível notar que as franjas apresentam maior definição e visibilidade, bem como um acréscimo na relação sinal/ruído após a deposição do filme.

Figura 2 – Franjas de interferência no sensor sem nanopartículas (a) e com nanopartículas (b) em 675 nm.



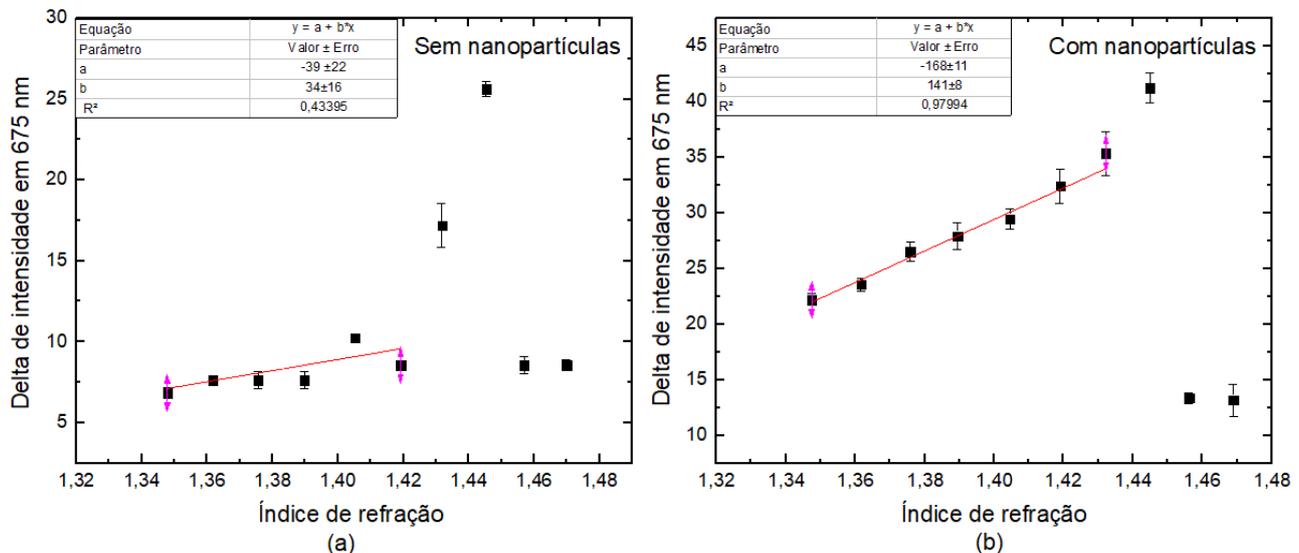
Fonte: Autoria própria, 2023.



A partir dos espectros obtidos para toda a faixa de índices de refração, foi encontrada a diferença de intensidade (delta da intensidade = intensidade máxima - intensidade mínima) para as respectivas franjas em torno de 675 nm. Estas diferenças são mostradas na Figura 3 para a cavidade sem o filme de nanopartículas (a) e com filme de nanopartículas (b). As diferenças de intensidade no sensor sem nanopartículas, Figura 3 (a) são pouco significativas para índices de refração menores (abaixo de 1,420), como também há somente um crescimento abrupto em torno de 1,425 até 1,450, voltando a decair logo após esse índice. Após a deposição das nanopartículas, Figura 3 (b) o sensor mostra franjas de interferência com maior visibilidade devido a maior variação de intensidade entre os picos e vales, como também houve um crescimento aproximadamente linear da variação da intensidade em função do aumento dos índices de refração.

Sem a deposição do filme de nanopartículas metálicas, para índices de refração compreendidos entre 1,347 e 1,419, uma resposta aproximadamente linear foi obtida com uma sensibilidade média de  $34 \text{ (UIR)}^{-1}$  (inverso de Unidades de Índice de Refração). Após a deposição do filme metálico, a resposta aproximadamente linear para índices de refração entre 1,347 e 1,432 apresentou uma sensibilidade média de  $141 \text{ (UIR)}^{-1}$ .

Figura 3 – Comparação da variação de intensidade entre um pico e um vale no comprimento de onda de 675 nm para sensor antes (a) e após (b) a deposição de nanopartículas de prata.



Fonte: Autoria própria, 2023.

## CONCLUSÕES

O sensor interferométrico SMS à fibra ótica apresentado mostrou-se capaz de caracterizar o índice de refração de um meio líquido externo ao dispositivo. A deposição de nanopartículas metálicas de prata sobre a superfície do segmento multimodal (cavidade) da fibra ótica levou a uma melhora na sensibilidade de aproximadamente 415 %. Essa melhora é provavelmente devida ao aumento do parâmetro de visibilidade das franjas de interferência, após a deposição do filme. Também foi obtida uma expansão da região de operação linear do sensor, com o limite superior do índice de refração



deslocado de aproximadamente 1,419 para 1,432, devido a presença do filme.

### **Agradecimentos**

Agradeço aqui ao Conselho Nacional de Pesquisa (CNPq), à Fundação Araucária, agências de fomento, além da UTFPR pela disponibilização das instalações de pesquisa.

### **Conflito de interesse**

Não houve conflito de interesses entre nenhum dos autores e colaboradores.

### **REFERÊNCIAS**

BATHIA B E GRUPTA, B. Surface-plasmon-resonance-based fiber-optic refractive index sensor: sensitivity enhancement. **APPLIED OPTICS**, v. 50, n. 14, maio 2011.

WU, Q. et al. Singlemode-Multimode-Singlemode Fiber Structures for Sensing Applications—A Review. **IEEE Sensors Journal**, v. 21, p. 12734–12751, jun. 2021.

XU, Y. et al. Use of silver triangular nanoparticles for the colorimetric determination of ammonium persulfate concentration in water-borne adhesives for cigarettes. **Analytical Methods**, v. 8, n. 7, p. 1483–1488, jan. 2016.

ZHANG, Y. et al. Refractive Index Sensing Characteristics of Single-Mode Fiber-Based Modal Interferometers. **Journal of Lightwave Technology**, v. 32, n. 9, p. 1734–1740, maio 2014.

ZHAO, Y. et al. High Sensitive Modal Interferometer for Temperature and Refractive Index Measurement. **IEEE PHOTONICS TECHNOLOGY LETTERS**, v. 27, n. 11, p. 1341–1344, jun. 2015.