

4. Resultados Experimentales

4.1 Determinación de aportaciones de fase y absorción de muestra de Bacteriorhodopsina (BR)

Al desconocer las frecuencias y periodos de respuesta óptima, se realizaron barridos con el sistema 1 en un amplio rango de frecuencias.

El primer barrido se hizo con pasos logarítmicos, pero al llegar a 100Hz nos dimos cuenta que la señal decae mucho, por lo que sólo se corroboró que no hubiera señal en frecuencias mayores:

Frecuencia modulación = 10 Hz

Periodo = 27 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

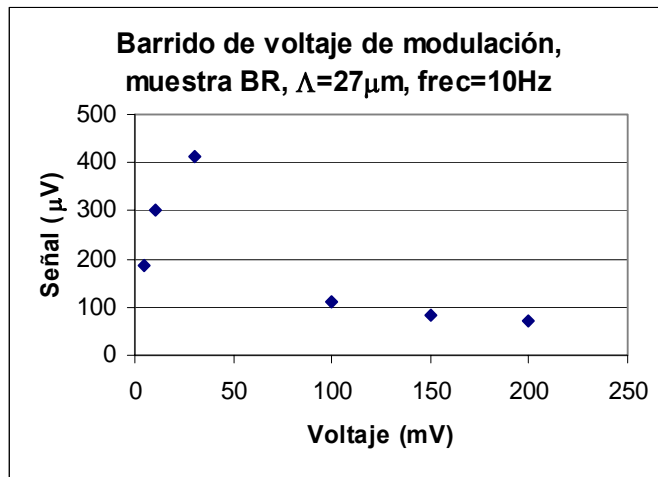


Figura 13 Barrido de Voltaje 0-200mV

Se cambió de frecuencia en busca de optimizar la señal, se intentó con 20, 30 y 40 Hz:

Frecuencia modulación = 20 Hz

Periodo = 24 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

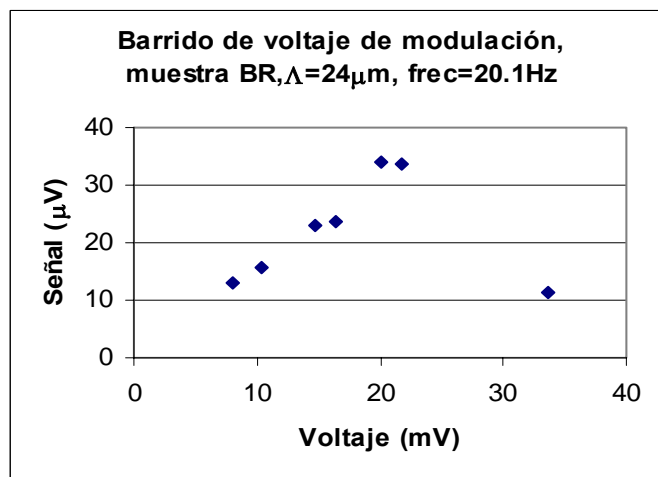


Figura 14 Barrido de Voltaje 0-40mV

Frecuencia modulación = 30 Hz

Periodo = 27 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

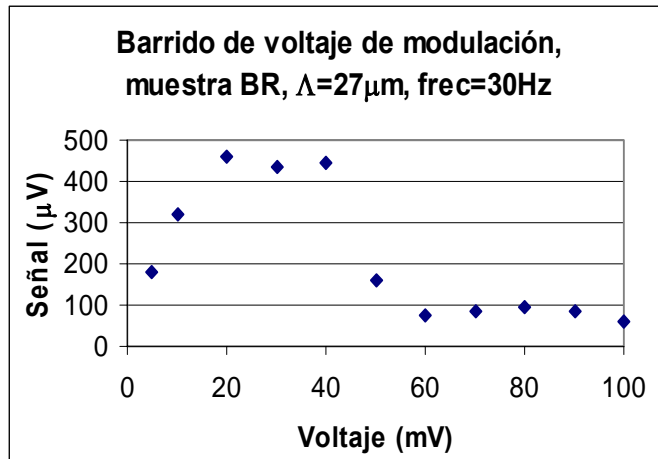


Figura 15 Barrido de Voltaje 0-100mV

Frecuencia modulación = 40 Hz

Periodo = 30 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

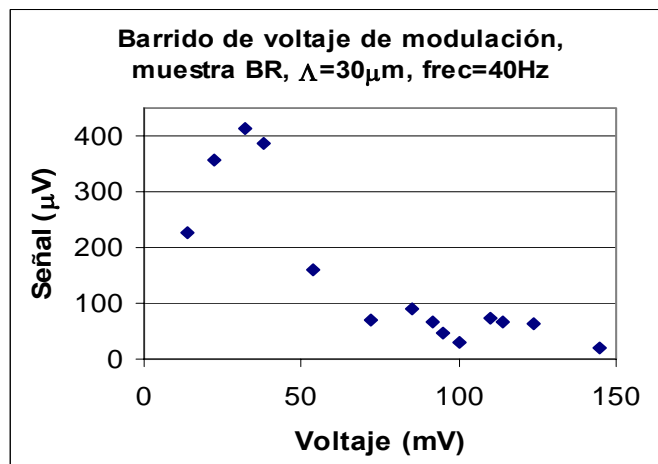


Figura 16 Barrido de Voltaje 0-150mV

De estos datos se concluye que en 10 y 30 Hz se obtienen las señales de mayor magnitud. Se determina usar 30 Hz como frecuencia de modulación ya que nos brinda un mayor numero de medidas por unidad de tiempo para ser promediadas por el Lock-In. Ahora se busca optimizar la señal barriendo el voltaje de modulación.

A continuación se presenta el barrido de voltaje necesario para optimizar la señal, así como 3 barridos de frecuencia realizados para determinar la ubicación de resonancias en el sistema, frecuencias para las cuales el sistema pareciera no detectar señal. Estas resonancias pueden ser removidas si se usara un modulador electro-óptico para la modulación del haz.

Frecuencia modulación = 30 Hz

Periodo = 24 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

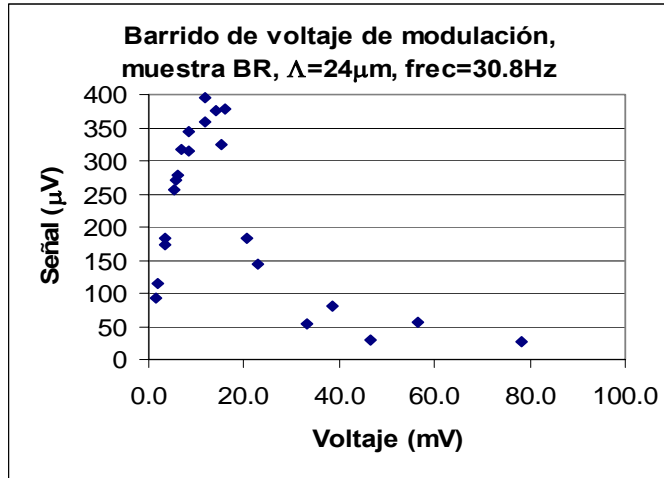


Figura 17 Barrido de Voltaje 0-80mV, mayor detalle

La señal es optimizada usando poco más de 10mV como voltaje de modulación, lo cual corresponde aproximadamente a desfasar la rejilla por medio periodo. Ya con este valor se vuelve a analizar la dependencia a la frecuencia:

Voltaje modulación = 10.6mV

Periodo = 24 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

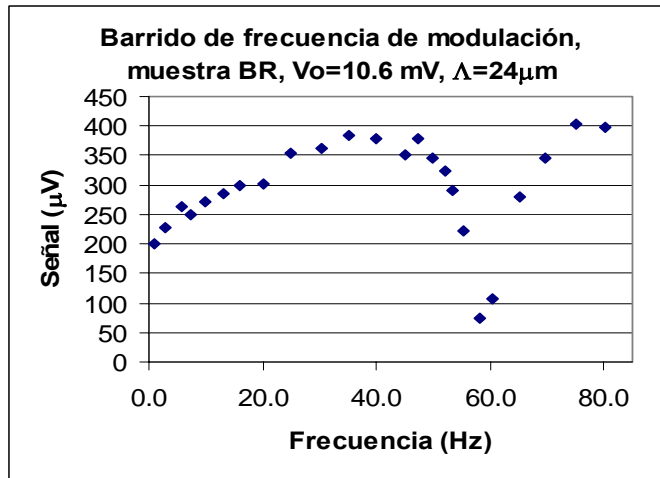


Figura 18 Barrido de Frecuencia 0-80Hz

Se encuadra una resonancia en 60 Hz. La señal pareciera ir en aumento, por lo que se extiende el barrido hasta 200 Hz como se muestra a continuación:

Voltaje modulación = 12.4mV

Periodo = 24 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

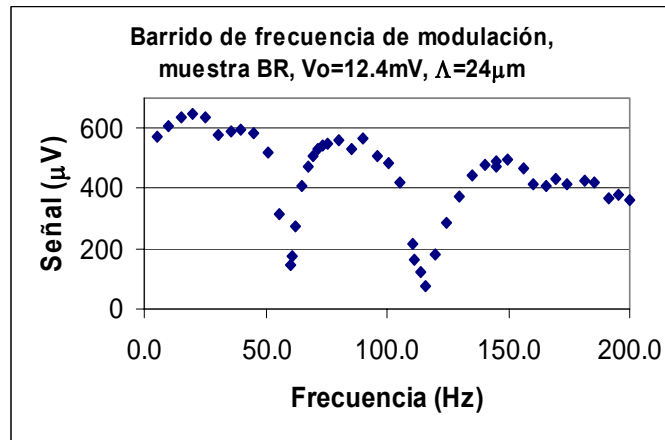


Figura 19 Barrido de Frecuencia 0-200 Hz

Se repite el último barrido ampliando el rango hasta 300 Hz, aumentando la frecuencia de muestreo en pasos de 5 Hz:

Voltaje modulación = 8.2mV

Periodo = 24 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

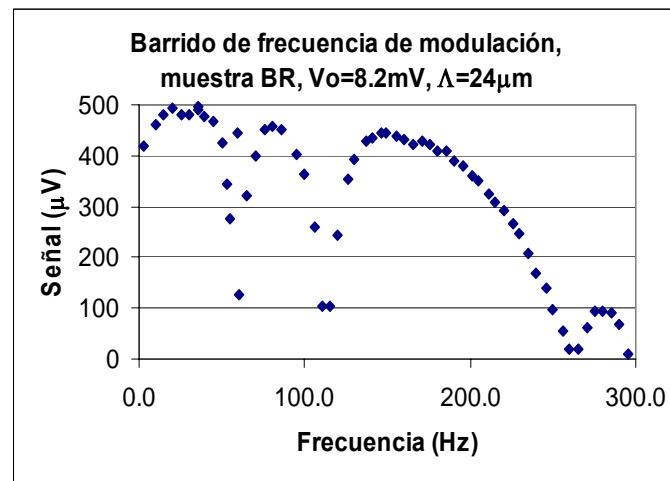


Figura 20 Barrido de Frecuencia 0-300Hz

Una vez obtenidos estos resultados, se realiza un cambio de ángulo para trabajar con rejillas de distinto periodo. En esta ocasión se registran las aportaciones tanto de fase (frecuencia fundamental-rombos), como las aportaciones de absorción (segundo armónico-cuadros) para determinar la naturaleza del efecto no lineal de la muestra de BR. Se presenta primeramente el barrido de voltaje y subsecuentemente el de frecuencia:

Frecuencia modulación = 40 Hz

Periodo = 4.5 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

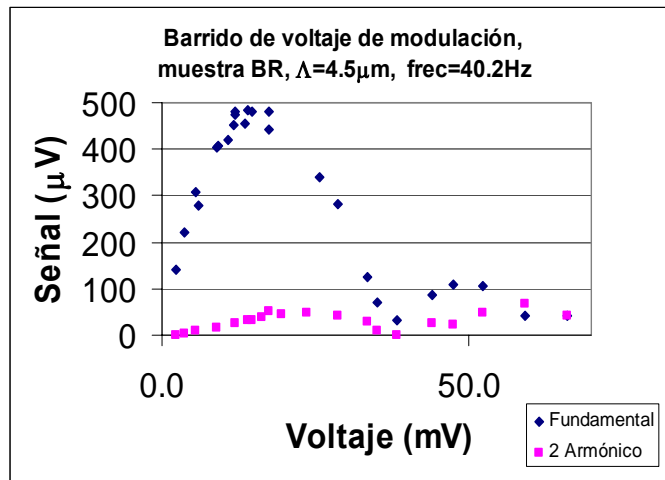


Figura 21 Barrido de Voltaje 0-70mV

El barrido de frecuencia se extiende lo más posible, llegando hasta 700 Hz. Se determina que el sistema se ciega para frecuencias mayores a los 200Hz por lo que solo es útil para modulaciones de baja frecuencia.

Voltaje modulación = 22mV

Periodo = 3.6 μm

$\lambda = 633\text{nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

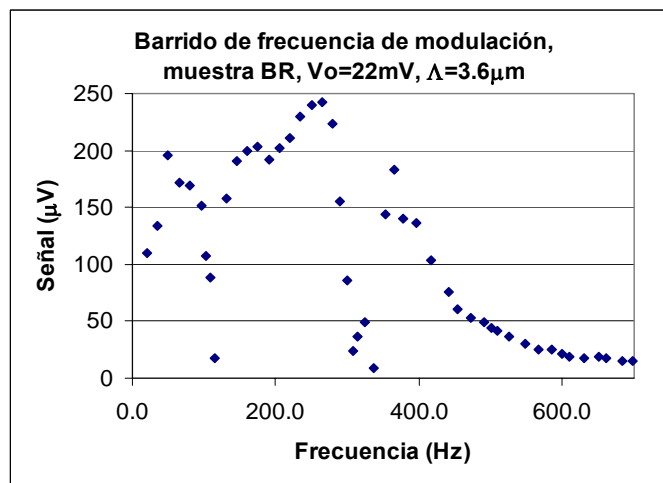


Figura 22 Barrido de Frecuencia 0-700Hz

Este barrido extensivo muestra la existencia de dos puntos de resonancia del sistema al trabajar con una rejilla de 4 μm de periodo. Estas resonancias son frecuencias para las cuales el espejo pareciera no moverse, en este caso son a 115 y 340 Hz. Al trabajar con la rejilla de 24 μm las resonancias se ubican en 60 y en 115 Hz (Figura 20).

En ambos casos los valores a frecuencias bajas de modulación muestran un incremento lento hasta un punto máximo, para después decaer suavemente conforme incrementa la frecuencia de modulación.

4.2 Determinación de aportaciones de fase y absorción de muestra de Derivado de Triazol-Quinona (DTQ)

La muestra "A" es el cristal orgánico disuelto en cloroformo con pureza del 98%, usando una celda de cuarzo de 10mm X 10mm:

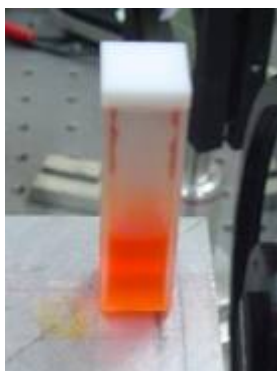


Figura 23 Muestra A, DTQ diluido en cloroformo

La muestra se trabajó en distintas concentraciones pero la señal obtenida era equiparable con el ruido ya que la rejilla inducida es destruida por corrientes de convección y turbulencia en el solvente.

Se trabajó tanto en frecuencia como en voltaje de modulación para registrar la señal de la muestra. De los barridos realizados se muestran dos gráficas representativas realizadas en los intervalos donde el sistema no tiene resonancias, mostrando que la señal tiene una magnitud baja:

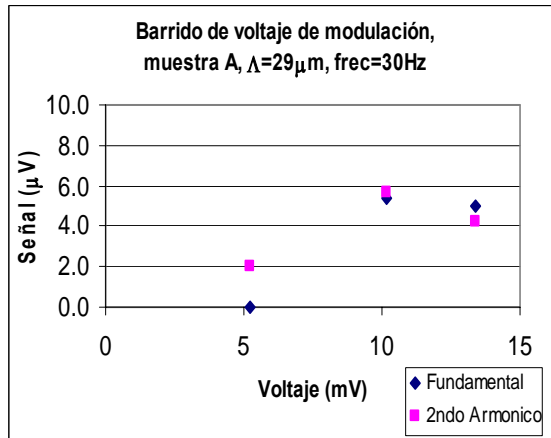


Figura 25 Barrido de Voltaje, 5-15mv

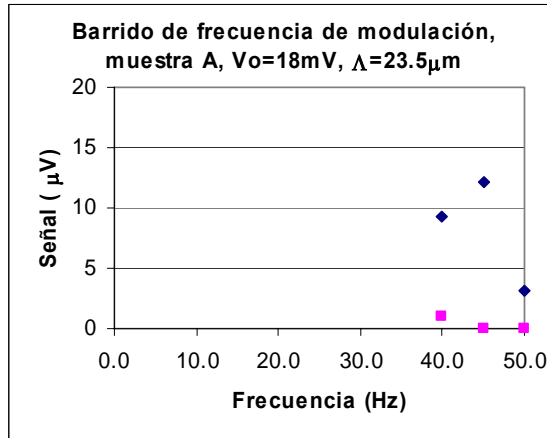


Figura 24 Barrido de Voltaje, 40-50Hz

La señal era demasiado débil, por lo que se analizó el cristal, llegando a la conclusión de que el puente de nitrógenos sufrió hidrogenización al estar disuelto demasiado tiempo en cloroformo. La molécula fue destruida por lo que se sintetizó un segundo cristal DTQ.

Se buscó polimerizar la nueva muestra para evitar el uso de solventes, ya que sufren de corrientes de convección por la absorción del haz láser e inducen un mayor ruido e inestabilidad del sistema. Las nuevas muestras B, C, D mostradas en la Figura 26 se sintetizaron en celdas plásticas. El polímero acrílico utilizado no polimerizó lo suficientemente rápido y no tenía la viscosidad suficiente para evitar que el cloroformo destruyera las celdas.



Figura 26 Muestras B, C, D.

La muestra E se generó usando el mismo proceso, pero esta vez se aprisionó el polímero entre un par de portaobjetos de vidrio, reduciendo la separación entre ambas caras a base de presión:

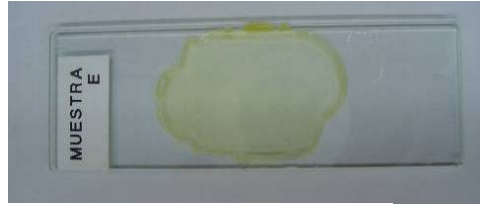


Figura 27 Muestra de DTQ “E”

Evaluando esta muestra con $\lambda = 633 \text{ nm}$ se obtuvieron los siguientes resultados:

Voltaje modulación = 18mV

Periodo = 22.3 μm

$\lambda = 633 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

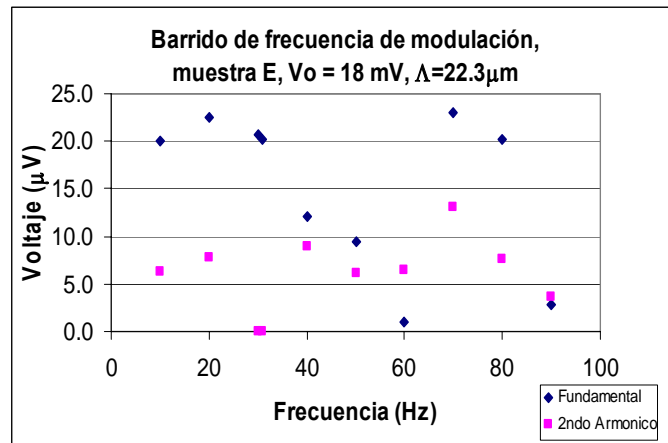


Figura 28 Barrido de Frecuencia, 0-100Hz

Voltaje modulación = 21mV

Periodo = 21 μm

$\lambda = 633 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

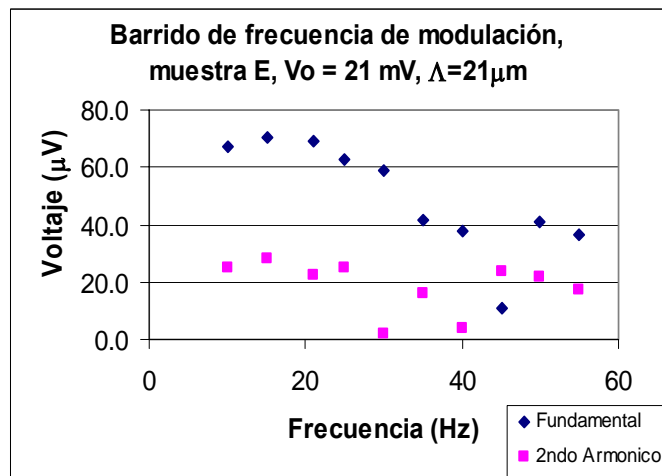


Figura 29 Barrido de Frecuencia 10-60 Hz

Las frecuencias de resonancia se hallan nuevamente en 60 Hz al igual que en la muestra de BR. Las aportaciones debidas a fase son mayores que aquellas debidas a absorción. La magnitud de las primeras es 2 ó 3 veces mayor, por lo que no se puede despreciar la aportación de la absorción.

Voltaje modulación = 21mV

Periodo = 21 μm

$\lambda = 633 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

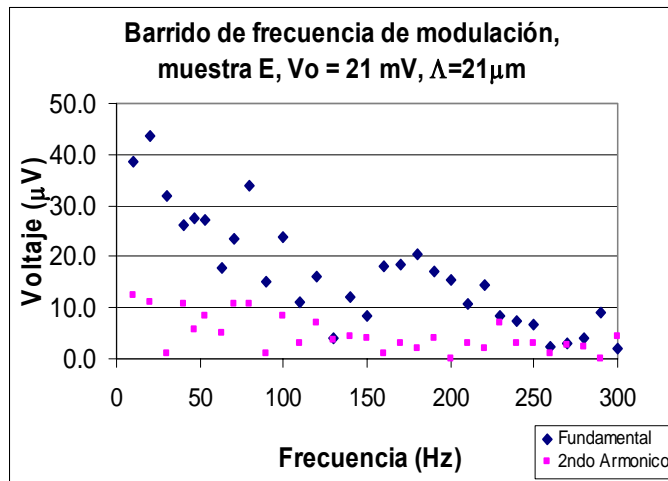


Figura 30 Barrido de Frecuencia 0-300 Hz

Voltaje modulación = 20mV

Periodo = 21 μm

$\lambda = 633 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 70 \text{ mW/cm}^2$

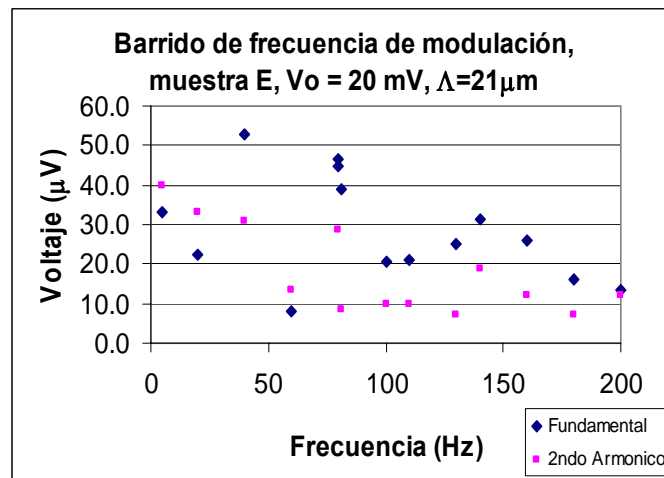


Figura 31 Barrido de Frecuencia 0-200 Hz

De estas gráficas podemos determinar que la naturaleza del medio es primordialmente de fase, y la respuesta obtenida decae suavemente conforme se aumenta la frecuencia de modulación.

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Las curvas obtenidas requieren de un mayor tiempo de integración en el Lock-In, así como un tiempo de muestreo mucho mayor, por lo que no se pudo realizar un barrido detallado de la muestra.

Se cambia de longitud de onda para trabajar ahora en $\lambda=532\text{nm}$ (verde). Se escogió esta banda ya que se conoce por estudios previos que el DTQ tiene mayor grado de absorción en este rango de longitudes de onda. El láser usado solo permite que los caminos ópticos solo difieran en una longitud de pocos centímetros, por lo que se implementó el sistema interferométrico para el láser de estado sólido bombeado por semiconductor.

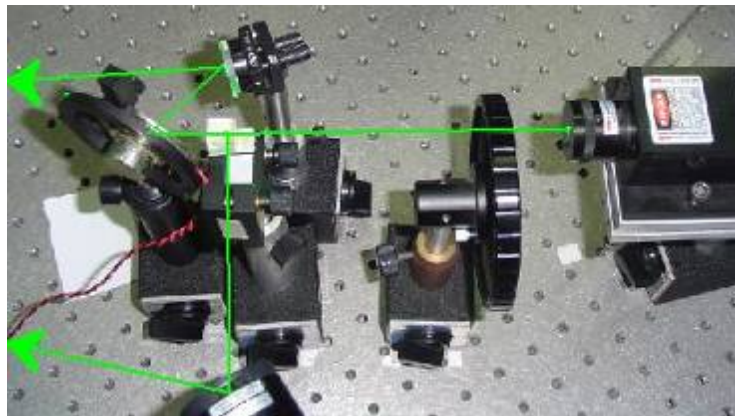


Figura 32 Sistema experimental 2, láser verde

Los primeros barridos muestran nuevamente una señal de respuesta muy baja:

Voltaje modulación = 21mV

Periodo = 18 μm

$\lambda = 532 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 25.5 \text{ mW/cm}^2$

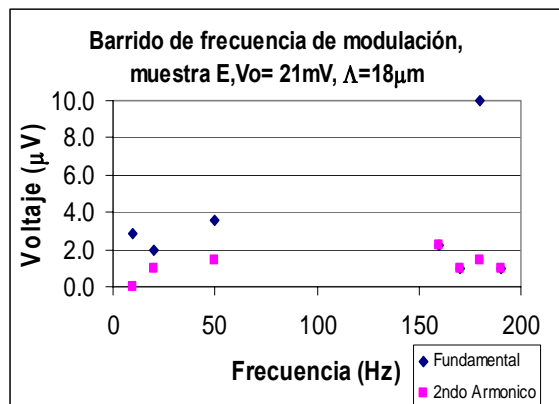


Figura 33 Barrido de Frecuencia, láser verde

Se realineó el sistema para corroborar los datos obtenidos en la figura 32:

Voltaje modulación = 21mV

Periodo = 18 μm

$\lambda = 532 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 25.5 \text{ mW/cm}^2$

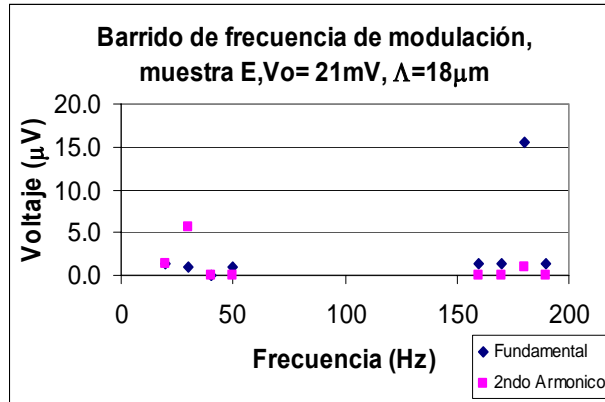


Figura 34 Barrido de Frecuencia 20-50, 160-200 Hz

Al ver la modulación del patrón de interferencia removiendo la muestra E del sistema, se notó que el voltaje de modulación no es suficiente para desfase la rejilla medio periodo como se había trabajado previamente. Se determinó que el voltaje necesario para inducir este desfase es aproximadamente de 45-mV. Usando el nuevo voltaje se obtienen los siguientes resultados:

Voltaje modulación = 45mV

Periodo = 19 μm

$\lambda = 532 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 25.5 \text{ mW/cm}^2$

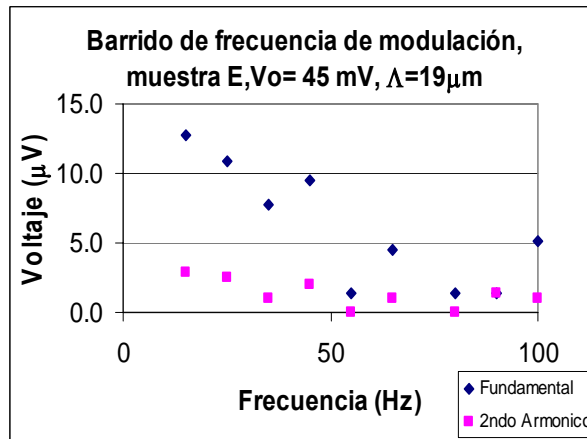


Figura 35 Barrido de Frecuencia 0-100 hz

Se hace incidir el haz de $\lambda = 633\text{nm}$ sobre la muestra con $\theta = 0$ sobre la rejilla generada con el láser verde para registrar la eficiencia difractiva con este haz de prueba.

Los órdenes de difracción no fueron apreciables con estas condiciones, se aumento dos veces la intensidad de los haces generadores ($\lambda = 532\text{nm}$):

$$I_{r2} = 526 \text{ mW/cm}^2, \quad I_{m2} = 500 \text{ mW/cm}^2.$$

$$I_{r3} = 2 \text{ W/cm}^2, \quad I_{m3} = 2 \text{ W/cm}^2$$

Nuevamente los órdenes de difracción no eran apreciables entre la dispersión producida por la muestra, por lo que se realiza un barrido de potencia de los haces generadores usando voltaje y frecuencia óptimos, esto permite determinar la intensidad de saturación del medio:

Voltaje modulación = 45mV

Periodo = 19 μm

$\lambda = 532 \text{ nm}$

$I_r \sim I_m \sim 25.5 \text{ mW/cm}^2$

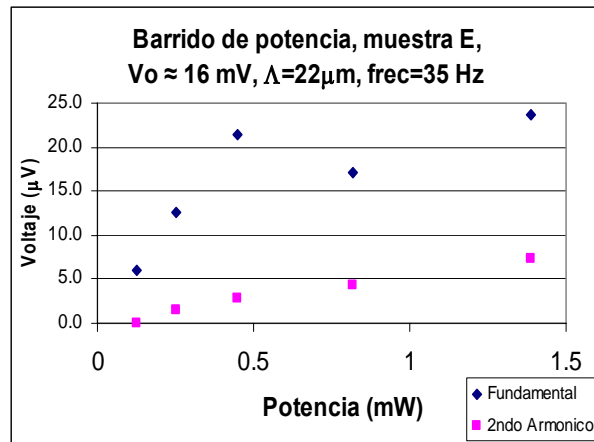


Figura 36 Barrido de Potencia, láser verde

La rejilla fue de baja modulación en las condiciones iniciales, para evitar esto se incremento la potencia de los haces de escritura. Desgraciadamente el haz de prueba no fue difractado aún cuando se aumento la potencia de 15.8 mW/cm^2 hasta 177 mW/cm^2 .

Además de tener un espesor menor que un milímetro, el cristal de DTQ esta demasiado diluido en la muestra E como para poder difractar un haz a simple vista. Sin embargo sus efectos son detectables con el uso de la técnica de “mezcla de 2 ondas”.

Para poder visualizar el efecto inducido por este cristal es necesario usar la misma celda de cuarzo que se uso con la muestra A, ubicada sobre el sistema experimental 3:

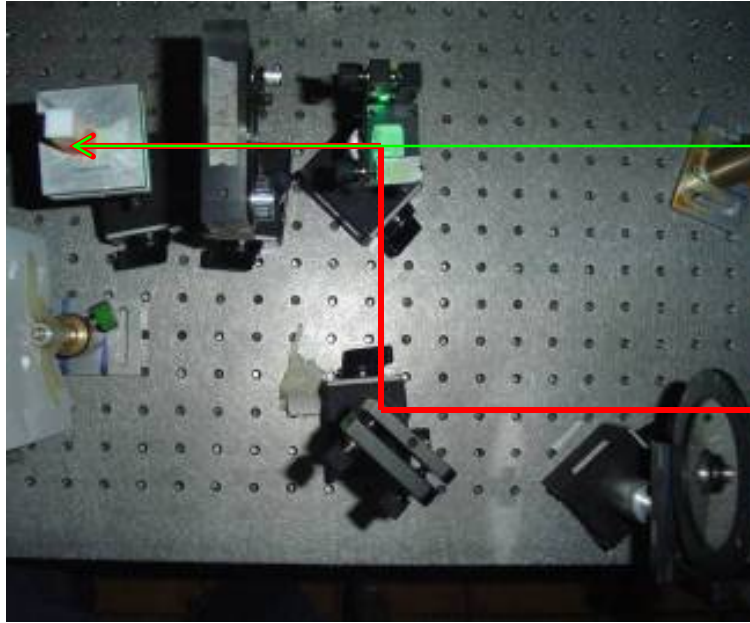


Figura 37 Sistema Experimental 3

Las potencias usadas para este experimento son $I_{\text{verde}} = 1.65 \text{ W/cm}^2$, $I_{\text{rojo}} = 1.65 \text{ mW/cm}^2$. El haz de HeNe es poco absorbido por el medio, en cambio el verde es completamente absorbido, aún cuando la intensidad luminosa del último es 3 órdenes de magnitud mayor.

El diámetro inicial del spot rojo es de 6 mm aproximadamente. Al permitir que el haz verde incida sobre la muestra la excita, por lo que el spot rojo aumenta de diámetro y se estabiliza en un tiempo menor a 1 segundo.

Tomando un registro de video se determinó el diámetro del spot rojo en intervalos de 10 centésimas de segundo, al llegar a 0.9 sg el spot es prácticamente constante.

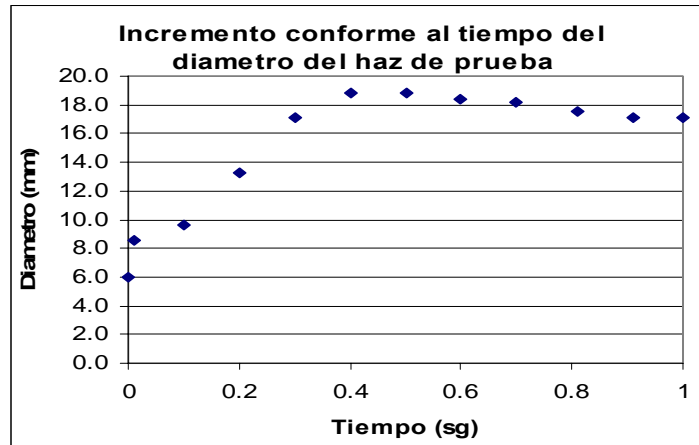


Figura 38 Expansión del diámetro de spot

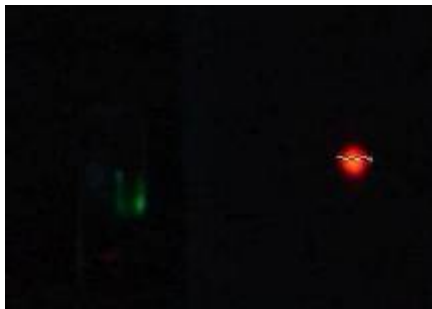


Figura 39 Diámetro spot t = 0 sg

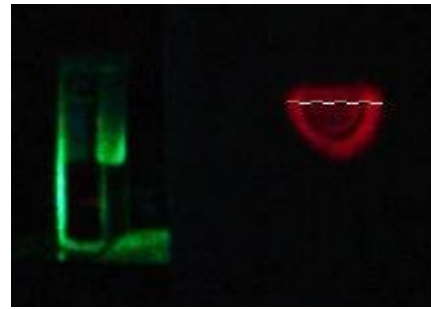


Figura 40 Diámetro spot t = 0.91 sg

Una primera aproximación polinomial usando el método de mínimos cuadrados de tercer orden es $y = 30.7 + 2.27x - 27 \cdot 10^{-3}x^2 + 88 \cdot 10^{-6}x^3$:

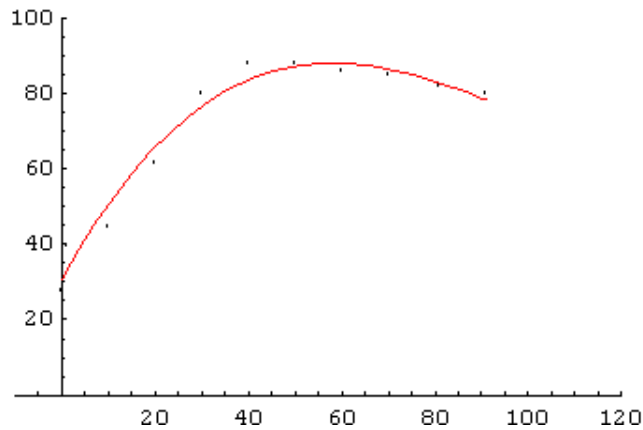


Figura 41 Aproximación polinomial de tercer grado