

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
ENGENHARIA FÍSICA

**ESTUDO DE PROTÓTIPO PARA MEDIDAS DE
ALTA PRESSÃO EM AMBIENTES DE DIFÍCIL
ACESSO**

Cainan Cardoso Amorim

Porto Alegre

Julho/2019

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
ENGENHARIA FÍSICA

**ESTUDO DE PROTÓTIPO PARA MEDIDAS DE
ALTA PRESSÃO EM AMBIENTES DE DIFÍCIL
ACESSO**

Cainan Cardoso Amorim

Trabalho de Diplomação em Engenharia Física II orientado pelo **Prof. Dr. João Alziro Herz da Jornada** e apresentado ao Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Física.

Porto Alegre

Julho/2019

RESUMO

O estudo da matéria sob altas pressões constitui uma importante ferramenta para adquirir conhecimento acerca do comportamento da matéria condensada e a síntese de novos materiais. O objetivo do trabalho é montar um protótipo de dispositivo portátil para medir pressões em câmaras de alta pressão do tipo DAC-Membrana (m-DAC) fixadas dentro de um difratômetro de raios-x. As m-DACs permitem a aplicação de pressão sem a necessidade de serem retiradas de dentro do difratômetro, diferentemente das câmaras acionadas por torques mecânicos. Com isso, não seria necessário mudar o alinhamento da câmara ao longo de diferentes pressões de trabalho durante um conjunto de medidas difratométricas. O protótipo estudado neste trabalho coleta e mede uma pequena quantidade de luz emitida da fluorescência de pedaços micrométricos de rubi, posicionados juntamente com a amostra dentro da m-DAC. O experimento é possível, pois ocorre um deslocamento do pico dubleto no espectro de fluorescência do rubi com a variação da pressão. O foco deste trabalho é montar um sistema para excitar e outro para coletar o sinal luminescente do rubi. Um laser “green pointer” pequeno, compacto e de baixo custo será utilizado para excitar a fluorescência desejada do material, acoplado a uma lente. O sistema de coleta deste sinal é composto por uma lente, seguida de um semi-espelho, e uma segunda lente acoplada a uma fibra óptica. A outra extremidade da fibra está alinhada com um sistema que já está montado e otimizado para medidas de Espectroscopia Raman. Este, por sua vez, é composto por uma lente objetiva de microscópio, que coleta a luz da fibra, e direciona o sinal até uma lente objetiva fotográfica, acoplada a um monocromador com detector CCD muito sensível (refrigerado com nitrogênio líquido). A parte mecânica e óptica do projeto apresenta dificuldades técnicas, visto que são necessários o uso de suportes, posicionadores e ajustes precisos, uma vez que se espera realizar acoplamentos ópticos de alta eficiência. Serão apresentadas as etapas de desenvolvimento instrumental realizadas para a montagem do protótipo, bem como os resultados alcançados utilizando duas lentes objetivas de microscópio, e também duas lentes plano-convexas simples. Para a excitação do rubi, além do laser “green pointer”, utilizou-se um laser de excitação de menor energia. A partir dos resultados, serão discutidas algumas opções de melhorias do protótipo, e possibilidades de trabalhos futuros que permitam aperfeiçoar a estrutura de análise do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da UFRGS.

ABSTRACT

The study of matter under high pressures constitutes an important tool to acquire knowledge about the behavior of condensed matter and the synthesis of new materials. The objective of this work is to develop a prototype of a portable device to measure pressures in DAC-Membrane type high pressure chambers fixed inside the x-ray diffractometer. The m-DAC allow the application of pressure without the need to be withdraw from inside the diffractometer, unlike the chambers driven by mechanical torques. Thus, it would be not necessary to change the alignment of the chamber along different working pressures during a set of diffraction measurements. The prototype studied in this paper collects and measures a small amount of light emitted from the fluorescence of ruby micrometric pieces, positioned together with the sample inside the DAC. The experiment is possible because a shift of the double peak occurs in the fluorescence spectrum of ruby with the change in pressure. The focus of this work is to develop a system to excite and other to collect the luminescent ruby signal. A small, robust and inexpensive green pointer laser will be used to excite the desired fluorescence of the material, coupled to a lens. The system for collecting this signal consists of a lens, followed by a half-mirror, and a second lens coupled to an optical fiber. The other end of the fiber is aligned with a system that is already assembled and optimized for Raman Spectroscopy measurements. This, in turn, consists of an objective microscope lens, which collects the light from the fiber, and directs the signal to a photographic objective lens coupled to a monochromator with a very sensitive CCD detector (cooled with liquid nitrogen). The mechanical and optical part of the design presents technical difficulties, since the use of supports, positioners and precise adjustments is necessary, since it is expected to realize optical couplings of high efficiency. The instrumental development stages will be presented for the assembly of the prototype, as well as the results achieved using two objective microscope lenses, as well as two simple plano-convex lenses. For the excitation of the ruby, in addition to the green pointer laser, a lower energy excitation laser was used. From the results, some options of improvements of the prototype will be discussed, and possibilities of future work that will allow to improve the analysis structure of the Laboratory of High Pressures and Advanced Materials of UFRGS.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	6
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
2.1	GERAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES	9
2.1.1	Câmaras de Pequeno Volume	9
2.1.2	Método da Fluorescência do Rubi	11
2.2	SISTEMA PARA DETECÇÃO DA FLUORESCÊNCIA DO RUBI.....	14
2.2.1	Funcionamento e Vantagens do Laser Pointer Verde	15
2.2.2	Dimensões Mínimas no Foco de Feixes Gaussianos	16
2.2.3	Divisores de Feixe e Filtros Ópticos	17
2.3	SISTEMA DE COLETA DO SINAL E ACOPLAMENTO COM A FIBRA.....	17
2.3.1	Lentes Objetivas de Microscópio	18
2.3.2	Fibras Ópticas	19
2.3.3	Abertura Numérica de Componentes ópticos e Extensão Geométrica	22
2.3.4	Acoplamento m-DAC com fibra óptica	24
2.4	SISTEMA DE DETECÇÃO DO SINAL E ACOPLAMENTO FIBRA- MONOCROMADOR/DETECTOR CCD	26
2.4.1	Monocromador de Rede Tipo Czerny-Turner	27
2.4.2	Acoplamento fibra óptica-monocromador	28
3	RESULTADOS E DISCUSSÕES	29
3.1	DETERMINAÇÃO DO COMPRIMENTO FOCAL DE LENTES DO LAPMA.....	29
3.2	MONTAGEM DE UM SISTEMA DE ACOPLAMENTO FIBRA- MONOCROMADOR.....	31
3.3	MONTAGEM DO PROTÓTIPO UTILIZANDO LENTES OBJETIVAS DE MICROSCÓPIO	32
3.3.1	Resultados Pointer Vermelho 650 nm	34
3.3.2	Resultados Pointer Verde 532 nm	37
3.4	MONTAGEM DO PROTÓTIPO UTILIZANDO LENTES SIMPLES PLANO-CONVEXAS	39
3.4.1	Resultados Finais: Inclusão da Câmara de Alta Pressão	41
4	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS FUTURAS	44
	REFERÊNCIAS	46

1 INTRODUÇÃO

O processamento de materiais em pressões elevadas ocorre em diversas áreas, como na Física, Engenharia, Ciência dos Materiais e Geociências; muitas vezes combinado com a necessidade de aplicação de temperaturas variadas. Convencionalmente, os processamentos em altas pressões são aqueles realizados em pressões da ordem de gigapascal (GPa) ou maiores. Atualmente, a tecnologia disponível para processamento em alta pressão estática permite atingir valores da ordem de centenas de GPa [1]. A maneira usual de submeter uma substância à alta pressão estática e elevada temperatura é confiná-la em uma câmara constituída com um material de alta resistência mecânica, propriedades mecânicas e térmicas adequadas, e que permita acesso óptico à amostra.

Neste contexto, existem as câmaras de pequeno volume do tipo m-DAC (*membrane- Diamond Anvil Cell*), as quais são dispositivos geradores de altas pressões, compostos por duas bigornas de diamante com forma de cone truncado. As bigornas são postas em contato com uma membrana móvel, que quando carregada com gás, se expande e pressiona as bigornas uma em direção a outra, gerando pressões que podem alcançar até centenas de GPa sem que o dispositivo precise ser retirado de sua posição pré-fixada. Tais dispositivos são projetados de forma a permitir acesso óptico à amostra, podendo ser utilizados, por exemplo, para medidas de difração de raio-X sob alta pressão *in situ*. A técnica da difração de raios-X permite verificar como a estrutura do material varia com a pressão (seus parâmetros de rede, seu volume, suas fases – conhecendo a pressão, determina-se as equações de estado) [1]. Portanto, é muito importante o uso dessa técnica para o estudo do comportamento da matéria condensada.

Partindo do ponto que é possível gerar altas pressões, e que o estudo da matéria sob essas condições, principalmente por difração de raios-X, é muito importante para diversas áreas de ciências da natureza, é preciso um método que consiga quantificar a pressão a que se está submetendo a amostra. No entanto, medir a pressão em câmaras do tipo bigornas de diamante é muito complexo, já que a definição da pressão como sendo a razão da força pela área sobre a qual ela é aplicada não pode ser usada diretamente, pois grande parte do esforço realizado pelos diamantes é feito sobre o suporte que contém a amostra, a chamada gaxeta, usualmente feita de um metal bastante resistente [1]. Assim, Piermarini e colaboradores, em 1975, utilizaram a linha R1 de fluorescência do rubi para a calibração da pressão *in situ*, observando que o espectro de fluorescência do rubi se

desloca de forma praticamente linear com a pressão [2]. Um pedaço micrométrico de rubi é posto juntamente com a amostra dentro da câmara; emitindo luz ao ser excitado por radiação de comprimento de onda menor. Esta técnica de medição é bastante adequada para este tipo de problema, onde o espaço disponível para as amostras é limitado e de dimensões muito pequenas. O sinal luminescente, então, atravessa as bigornas de diamante e é medido fora da câmara de alta pressão.

O método de fluorescência do rubi, no entanto, necessita de um bom sistema de detecção e coleta da luz, pois o sinal é muito fraco, visto que o pedaço de rubi é muito pequeno. Para tanto, no Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da UFRGS, a câmara de alta pressão precisa ser levada até um equipamento maior (Espectrômetro Raman), capaz de detectar os tênues sinais luminosos de fluorescência, determinar seu comprimento de onda, e assim medir o valor da pressão em seu interior. O problema disto é que, durante uma medida de difração de raios-X, o alinhamento do tubo do feixe de raios-X com o dispositivo é muito preciso (pois as dimensões da câmara são pequenas, e as amostras ocupam espaço de diâmetro em torno de 200 μm em seu interior), sendo inapropriado ter que retirar a câmara de dentro do difratômetro a cada vez que a pressão é alterada. Portanto, seria vantajoso que houvesse uma maneira de medir a pressão dentro da m-DAC sem que o dispositivo precisasse ser retirado do difratômetro.

Como forma de tentar resolver este problema e facilitar o uso da técnica de difração para materiais submetidos à condições extremas, o presente trabalho propõe criar um protótipo de um medidor óptico de pressão, que ao ser fixado dentro do difratômetro de raios-X, permita obter valores de pressão sem que seja necessário retirar o dispositivo do difratômetro ao longo de diferentes pressões, utilizando uma fibra óptica muito barata para levar o sinal até o espectrômetro óptico onde ele será medido. Para tanto, será utilizado um laser 'green pointer' pequeno, compacto e de baixo custo que, quando incidido na amostra, excite a fluorescência do rubi (diâmetro de aproximadamente 10 μm). A coleta do sinal de luminescência do rubi, primeiramente, será feita através de um sistema óptico que contenha lentes objetivas de microscópio, as quais por seu design de múltiplas lentes, minimizam aberrações. Caso os resultados obtidos com as objetivas de microscópio sejam expressivos, será testada a possibilidade de utilização de lentes plano-convexas simples, as quais apresentam um custo muito menor e maior facilidade de montagem e alinhamento.

O sinal será, em sequência, acoplado em uma fibra óptica, a qual apresenta sua outra extremidade alinhada a um sistema de lentes que realiza o acoplamento do sinal a

um monocromador com detector CCD de alta sensibilidade; através de um computador, é possível medir o espectro. Esta última etapa é parte de um espectrômetro Raman já existente no LAPMA, o qual é otimizado para detectar sinais muito fracos. Portanto, esta configuração não será alterada, e o presente trabalho consiste apenas em excitar o rubi e direcionar o sinal no interior da fibra óptica. O presente projeto também objetiva ganhar experiência sobre a eficiência, sensibilidade e praticidade do sistema, visando o possível emprego de detectores menos sensíveis e mais baratos, como CCD e CMOS sem refrigeração, usados em câmaras fotográficas. Também visa ganhar experiência para uma possível construção futura de um espectrômetro Raman portátil de baixo custo.

A grande dificuldade do projeto consiste em realizar todos os acoplamentos ópticos da maneira mais eficiente possível, para que a maior parte do sinal seja aproveitado e utilizado na formação do espectro. Neste contexto, o direcionamento do laser de excitação deve ser bastante preciso, pois quando este se encontra fora de alinhamento, a posição da imagem do rubi também se desviará do eixo óptico do sistema, fazendo com que haja redução na eficiência de coleção de luz pelas lentes. Compreender o funcionamento de cada um dos dispositivos envolvidos, e como eles se acoplam, é fundamental no desenvolvimento deste trabalho. Além do mais, o projeto exige o uso de um sistema mecânico fino, que envolva posicionadores, suportes e ajustes muito precisos.

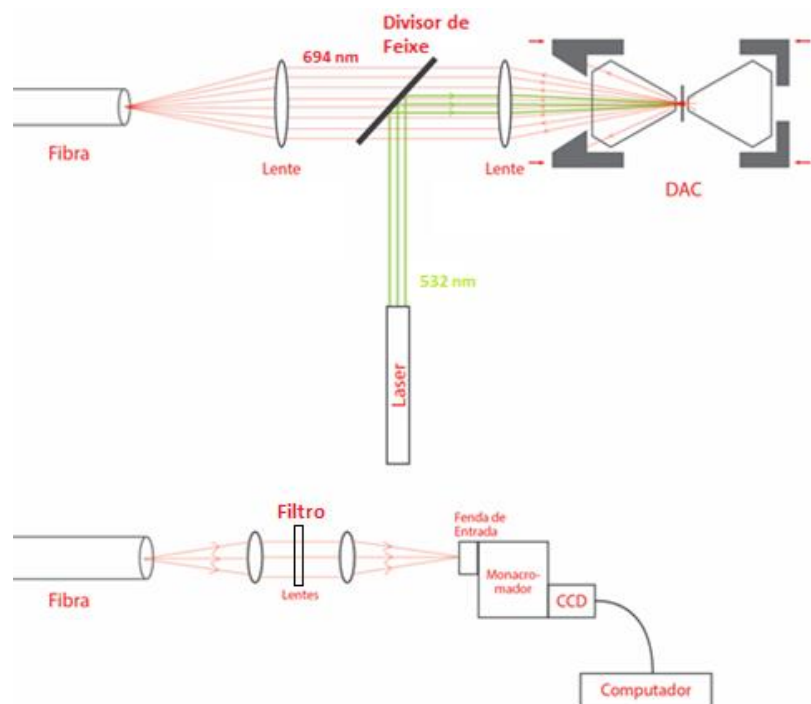


Figura 1 – Diagrama esquemático do projeto para determinação da pressão in situ no interior de uma célula de bigornas de diamante do tipo m-DAC. O diagrama da parte inferior da figura refere-se a parte de um espectrômetro Raman já existente no LAPMA, o qual não será alterado.

Diagrama similar ao apresentado na Figura 1 foi usado em um projeto realizado na Universidade de Princeton pelo Laboratório de Física Mineral de Altas Pressões e Ciência dos Materiais. Mais informações podem ser encontradas na referência [3]. Para realizar esse trabalho será utilizada e aperfeiçoada a infraestrutura de análise existente no Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados (LAPMA), do Instituto de Física (IF) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Por questões didáticas, o presente trabalho foi dividido em 4 capítulos: uma revisão bibliográfica, no capítulo 2, abordando os assuntos mais importantes para o desenvolvimento do protótipo; a apresentação e discussão dos resultados, no capítulo 3; e, por fim, as conclusões e perspectivas de trabalhos futuros, no capítulo 4.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo é destinado a uma revisão bibliográfica acerca de cada uma das principais partes envolvidas no projeto. Serão apresentados estudos sobre a geração de altas pressões em câmaras de pequeno volume e o método mais usado de medida dessa pressão; bem como sistemas e configurações de lentes para acoplamentos de luz e uma discussão geral sobre conceitos envolvendo fibras ópticas.

2.1 GERAÇÃO DE ALTAS PRESSÕES

A necessidade da geração de altas pressões levou ao desenvolvimento das chamadas Câmaras de Bigornas de Diamante (DAC), que são os dispositivos que conseguem atingir as maiores pressões estáticas obtidas em laboratório. O Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados (LAPMA) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul foi criado na década de 80 com o intuito de estudar o comportamento de materiais submetidos a altas pressões. A capacidade de explorar materiais submetidos a altas pressões levou ao desenvolvimento de uma grande infraestrutura de análise e caracterização no LAPMA, que abrangem técnicas como Espectroscopia Raman e Difração de Raios-X usando DACs.

2.1.1 Câmaras de Pequeno Volume

Dispositivos capazes de processar amostras de pequeno volume em pressões da magnitude de até centenas de GPa, são conhecidos por DAC, abreviatura, em inglês, para Diamond Anvil Cell. As DACs são constituídas de duas bigornas opostas, feitas de diamantes lapidados, pressionadas entre si mediante acionamento mecânico [3],

conforme a Figura 2. O sistema de acionamento é, em geral, composto por alavancas ou parafusos, mas existem também as DACs pressionadas por carregamento de gás, onde uma membrana móvel é a responsável por transferir a força para as bigornas de diamante. A montagem desta configuração evita a geração de torques sobre o dispositivo, sendo muito útil em sistemas que exigem alinhamento fino, como neste trabalho. Entre as faces dos diamantes, a amostra é localizada dentro de um pequeno furo ($\sim 200 \mu\text{m}$) na gaxeta metálica (lâmina metálica), juntamente com um pequeno pedaço de rubi. O furo é preenchido com um material capaz de transferir pressão para a amostra mantendo o meio sob condições hidrostáticas [1], até certo limite. Os diamantes são assentados em suportes feitos de metal duro.

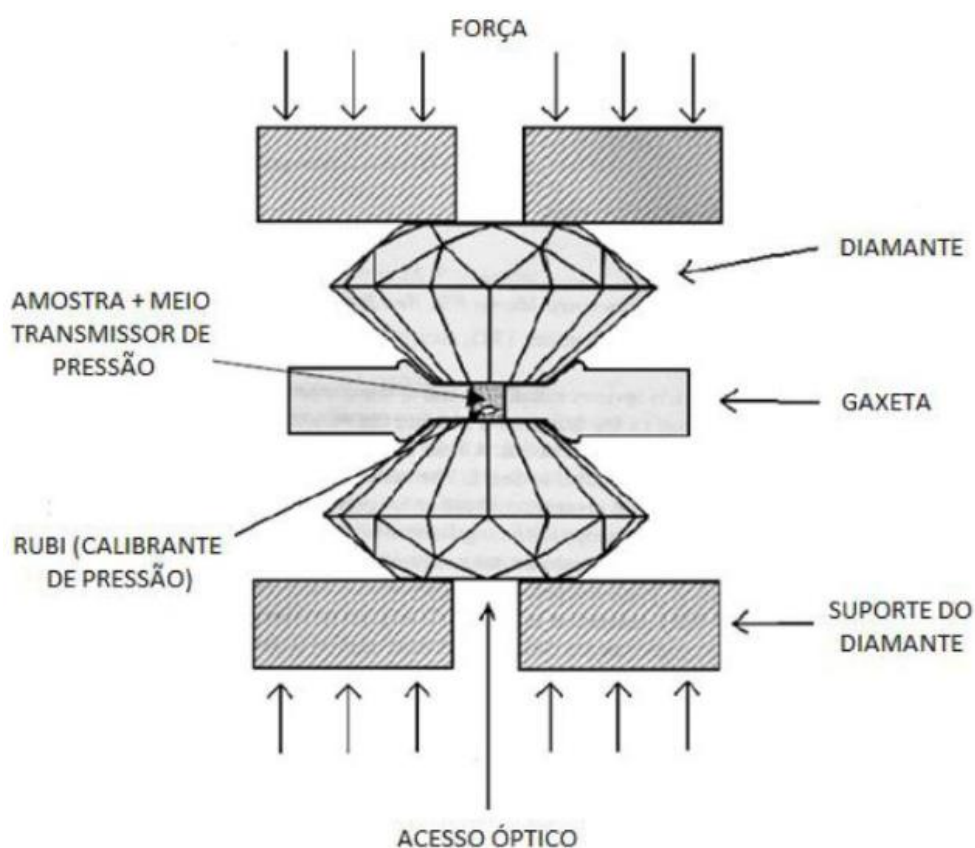


Figura 2- Diagrama esquemático de uma câmara de bigornas de diamante [4].

Por tratar-se do material mais duro conhecido, o diamante é uma excelente escolha para as bigornas que compõem a célula, em substituição ao aço, ou mesmo metal duro, utilizados nos sistemas geradores de altas pressões de grande volume [1]. Os diamantes, além de servir como bigornas para a geração de altas pressões, fornecem acesso óptico à amostra, permitindo a realização de diversas medidas espectroscópicas, no intervalo de comprimento de onda entre o infravermelho e o ultravioleta próximo ($E \leq 5 \text{ eV}$), assim

como medidas que utilizem raios-x de energia superior a cerca de 10 keV [2]. Perottoni e Jornada [1] mostraram que com a introdução das DAC's, surgiram também desenvolvimentos capazes de auxiliar na sua utilização, e ainda medir a pressão que está sendo aplicada nas amostras: Utilização de gaxetas metálicas entre as bigornas de diamante, introdução de meios transmissores de pressão e a técnica de fluorescência do rubi.

A gaxeta metálica é onde a amostra é posta, em um furo de cerca de 200 μm ; o meio transmissor de pressão é composto por materiais que permitem gerar altas pressões mantendo a amostra sob condições hidrostáticas, até um certo limite, que pode alcançar até cerca de centenas de GPa com a utilização de gases nobres. Juntamente com a amostra, é colocada uma pequena lasca de cristal de rubi (Al_2O_3 dopado com Cr^{+3}), o qual servirá para medir a pressão no interior da DAC [1], conforme já foi discutido.

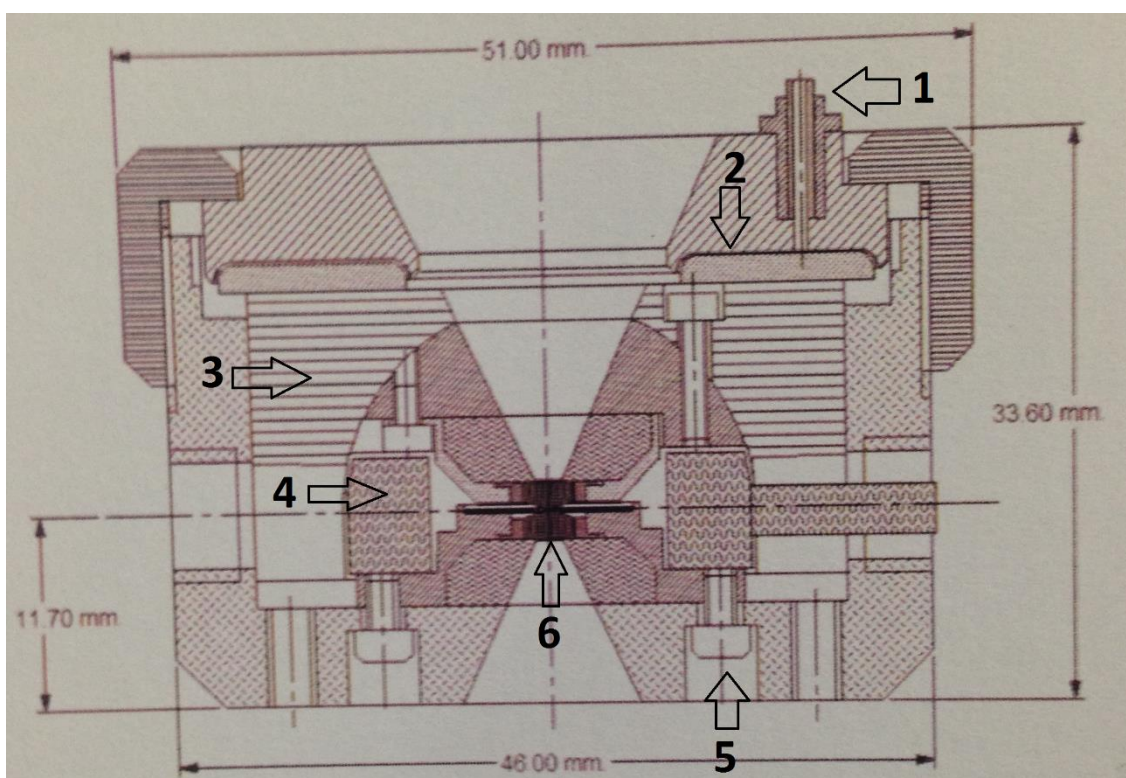


Figura 3 – Imagem do corte transversal da célula de alta pressão de bigornas de diamante por acionamento de gás utilizada no projeto[5]. 1- Ponto de injeção de gás, 2- Membrana móvel, 3- Aço, 4- Assentos de carboneto de tungstênio (metal duro), 5- Parafusos de alinhamento, 6- Diamantes e Amostra.

2.1.2 Método da Fluorescência do Rubi

Conforme mencionado na introdução, medir a pressão em experimentos utilizando uma célula DAC é uma tarefa complicada, tendo em vista que a maior parte da força é

aplicada sobre o suporte que contém a amostra (gaxeta metálica); ou seja, não é possível determinar o valor da pressão como sendo simplesmente a razão da força total aplicada pela área sobre a qual ela é aplicada. Com a necessidade de submeter materiais a pressões bastante altas para o estudo de suas propriedades e comportamentos, foi preciso desenvolver um método que permitisse determinar com razoável facilidade o valor da pressão a que se está submetendo as amostras de maneira indireta, colocando um material calibrante juntamente com a amostra, dentro do furo da gaxeta.

Em 1975, **Piermarini** e colaboradores utilizaram a linha R1 de fluorescência de um pequeno pedaço de rubi colocado junto à amostra para a calibração da pressão *in situ* [2]; observando que esta linha, que em pressão ambiente tem comprimento de onda de aproximadamente 694,2 nm, varia de forma quase linear com a pressão, conforme a Figura 4. Utilizando como padrão primário de pressão a equação de estado do NaCl, calculada por Decker a partir de potenciais interiônicos semi-empíricos [2], e observando conjuntamente o espectro de difração de raios- X do NaCl e o deslocamento da posição do pico R1 de fluorescência do rubi em função da pressão, foi possível criar uma escala de pressão baseada na medida do espectro de fluorescência do rubi [1].

$$P(\text{GPa}) = 0,274 \cdot (\lambda - \lambda_0)$$

Onde λ é dado em Å e representa o comprimento de onda da linha R1 do espectro de fluorescência do rubi à pressão P; e λ_0 o valor equivalente à pressão ambiente.

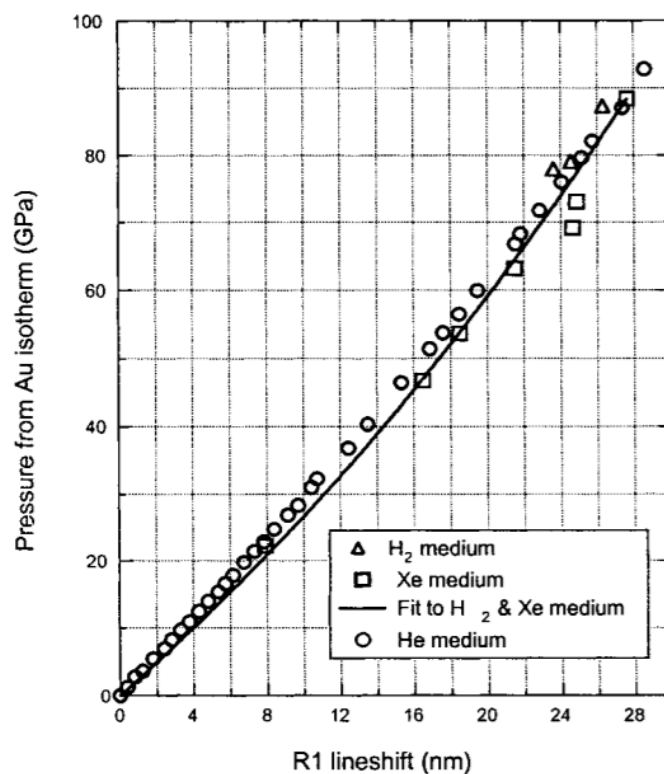


Figura 4-Exemplo de dados da calibração do rubi utilizando um calibrante de ouro em meios transmissores de pressão de hidrogênio e xenônio, em comparação com dados em um meio de hélio [6].

Mao e colaboradores conseguiram estender o limite da técnica do rubi até cerca de 150 GPa [2], notando que a partir de 30 GPa observa-se um desvio da linearidade da pressão. Mais recentemente **Silvera et al** [10] mostraram ser viável o uso da técnica de fluorescência do rubi para determinação de pressões de até centenas de GPa.

A técnica de fluorescência do rubi, permite, ainda, verificar condições de hidrostaticidade do meio, uma vez que as larguras dos picos do dubleto aumentam quando o rubi é submetido à tensões não homogêneas, como pode ser observado na figura abaixo [2].

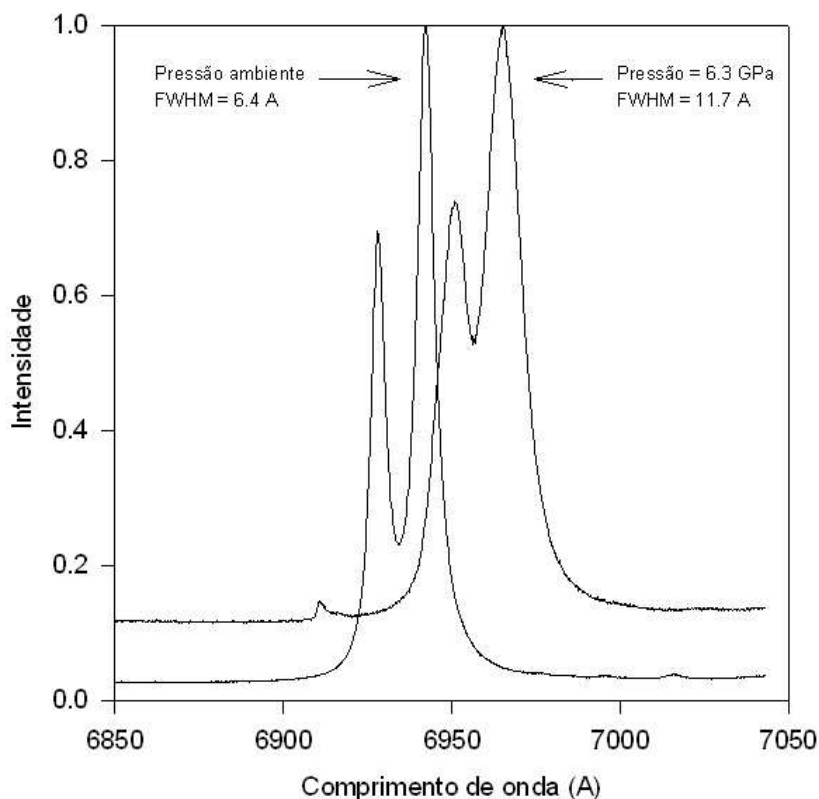


Figura 5 - Dublete de fluorescência do rubi (R2, R1, da esquerda para a direita) com a pressão. O meio de transmissão neste caso é NaCl. FWHM é a largura a meia altura do pico R1. O pico menor é o pico Raman do modo totalmente simétrico do diamante da bigorna[2].

O método de luminescência do rubi, portanto, é muito bom para determinar a pressão dentro das células de pequeno volume; mas como dito anteriormente, a dificuldade consiste em conseguir coletar um sinal muito baixo, transmiti-lo através de uma fibra óptica e ainda possuir um sistema de detecção sensível o suficiente para ser possível medir o espectro do rubi e então determinar pressão.

2.2 SISTEMA PARA EXCITAÇÃO DA FLUORESCÊNCIA DO RUBI

Neste trabalho, o sistema de excitação do pedaço micrométrico de rubi é composto por um laser pointer verde (classe 3ª, potência: 5 mW) acoplado a uma lente. A escolha de um laser deste tipo se deu por dois motivos: seu comprimento de onda é de aproximadamente 532 nm, sendo bastante eficiente para a excitação da fluorescência do rubi; ser uma fonte pequena e muito compacta, facilitando sua instalação no sistema de focalização e alinhamento; e, além disso, por ser um laser de baixo custo (encontra-se por menos de 50 reais) e que apresenta grande disponibilidade no mercado de consumo [7].

Mesmo apresentando uma alta capacidade para a excitação do rubi, a incidência direta do feixe do laser no acesso óptico da m-DAC não é a forma mais eficiente para estimular a luminescência no sistema, pois o diâmetro do feixe do laser é da ordem de milímetros, enquanto que o pedaço de rubi possui diâmetro de aproximadamente 10 micrometros. Ou seja, se for usada uma incidência direta, a maior parte da energia do laser estará sendo perdida. O objetivo da lente no sistema de excitação é justamente concentrar a energia luminosa do laser em uma região de diâmetro menor, que seja da ordem do tamanho da amostra de rubi, proporcionando que a fluorescência do material seja mais intensa.

Abaixo, é explicado o funcionamento do laser pointer verde. Logo em sequência é feita uma discussão sobre a focalização de feixes gaussianos, citando a importância de compreender a geometria da câmara de alta pressão utilizada, e mostrando como é possível reduzir e estimar o valor mínimo do diâmetro do laser na região de foco da lente. Além disso, serão revisados os conceitos de divisores de feixe (“beam splitters”) e filtros ópticos, fundamentais para a realização deste trabalho.

2.2.1 Funcionamento e Vantagens do Laser Pointer Verde

O funcionamento deste tipo de laser consiste em três elementos principais de operação: um laser de diodo semiconductor que opera em um comprimento de onda de 808 nm, excitando um oscilador de íon de neodímio em um cristal de ortovanadato de ítrio (Nd: YVO₄), gerando laser a um comprimento de onda de 1064 nm; no final, é colocado um cristal dobrador de frequência que gera o feixe de 532 nm característico. Para a máxima eficiência do processo de conversão entre os comprimentos de onda, os espelhos da cavidade tem sua refletividade maximizada para os comprimentos de onda no infravermelho e otimizada para a geração do verde. Assim, uma intensidade bem menor da radiação infravermelha é observada na saída do laser, evitando problemas de saúde para a visão causados pela radiação de infravermelho que está envolvida no processo [7-9].

Como já discutido, este dispositivo é muito adequado para o problema descrito neste trabalho, pois, além de ser muito barato, suas dimensões são pequenas, permitindo acomodá-lo junto aos demais componentes do sistema em uma região limitada. O tamanho do pointer verde está em torno de 12 cm de comprimento e 2 cm de largura, sendo possível ainda reduzir o comprimento para aproximadamente 5 cm, substituindo as

pilhas por uma fonte externa. Além disso, é uma fonte de luz compacta e muito leve, a qual não necessita de suportes e posicionadores grandes.

2.2.2 Dimensões Mínimas no Foco de Feixes Gaussianos

O perfil das intensidades de saída do laser utilizado no projeto segue uma distribuição que para efeito de análise será considerada gaussiana. Contudo, em função de seu baixo custo, podem ocorrer variações espaciais apreciáveis neste perfil de intensidades. Os perfis podem ser Gaussianos, porém não circulares, isto é, astigmáticos e elípticos, onde as cinturas e as regiões focais não coincidem nos dois eixos espaciais, fazendo com que a análise feita a seguir não apresente a mesma confiança quando comparada a lasers com perfis gaussianos circulares bem definidos.

Ao focalizar um feixe gaussiano, é possível estimar uma região onde o perfil de intensidades se distribui em uma região mais concentrada [10]; essa região é chamada de cintura do feixe e é representada por um círculo de raio w_0 , sendo w o raio deste círculo fora da cintura do feixe.

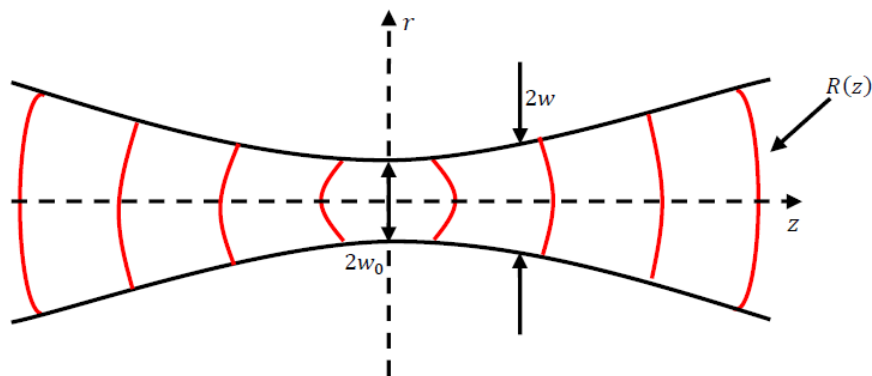


Figura 6- Representação da cintura de um feixe laser focalizado por uma lente [10].

Sendo assim, conhecendo o raio inicial do laser (w), seu comprimento de onda (λ), e considerando que o raio do feixe no foco da lente (w_0) deva ser da ordem do raio do rubi, é possível estimar o comprimento focal da lente:

$$2w_0 = \left(\frac{4 \cdot \lambda \cdot f}{2w \cdot \pi} \right)$$

Além disso, nota-se que determinar somente o comprimento focal da lente não é suficiente, é preciso também conhecer a geometria da m-DAC, pois ela define a abertura numérica (conceito que será visto posteriormente) máxima que a lente objetiva pode assumir para que todo o cone de luz que a atravessa penetre na câmara, garantindo que

não seja perdida energia para a excitação do rubi [11-13], conforme a Figura 7. Portanto, como dito anteriormente, o sistema de excitação do rubi necessita de uma lente capaz de convergir a luz do laser em uma região de diâmetro próximo ao do rubi, de forma que toda essa luz acople na m-DAC, excitando o material.

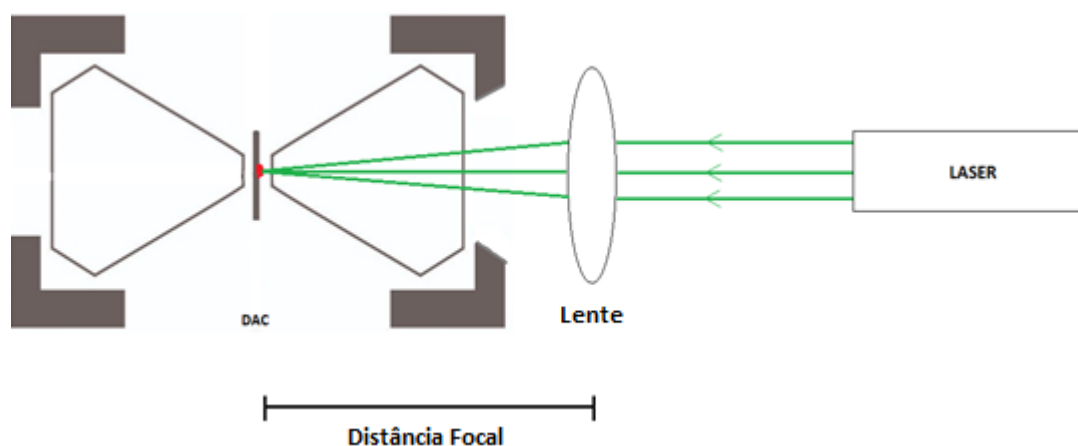


Figura 7- Diagrama esquemático representando o cone de luz que atravessa a lente penetrando completamente no interior da m-DAC.

2.2.3 Divisores de Feixe e Filtros Ópticos

Em decorrência da geometria da m-DAC, é necessário excitar o rubi e coletar o sinal fluorescente pelo mesmo acesso óptico. Assim, torna-se necessário o uso de um dispositivo que seja capaz de separar o feixe de excitação do sinal fotoluminescente. Para esta finalidade, existem os divisores de feixe (“beam splitters”). No caso deste trabalho, mais especificamente, será utilizado um semi-espelho que reflete aproximadamente 50% da energia do laser de excitação em direção ao rubi, e atenua o sinal fluorescente também em 50% quando em transmissão. A Figura 1 mostra esquematicamente a função do divisor de feixe.

Além disso, é vantajoso que somente o sinal luminescente do rubi seja medido, eliminando a luz de excitação do pointer verde. Assim, será utilizado um filtro “longpass”, o qual está ajustado para eliminar radiação com comprimento de onda abaixo de aproximadamente 634 nm, impedindo que luz espúria chegue no detector.

2.3 SISTEMA DE COLETA DO SINAL E ACOPLAMENTO COM A FIBRA

Após ser feita a excitação do rubi, é preciso coletar o sinal e acoplá-lo numa fibra óptica. Para tanto, serão realizadas medidas utilizando lentes objetivas de microscópio e também lentes plano-convexas simples. Em decorrência do sinal ser emitido de um objeto

muito pequeno, é imprescindível que o alinhamento entre as lentes e a fibra óptica durante o acoplamento seja muito preciso, para que parte do sinal não seja perdida e o sistema se mantenha o mais intenso possível. Abaixo será discutido o motivo da escolha inicial por lentes objetivas de microscópio; considerações sobre fibras ópticas e a transmissão do sinal; o conceito de abertura numérica de sistemas ópticos e extensão geométrica; e por fim serão apresentados os valores estimados ideais para os parâmetros durante o acoplamento entre a m-DAC e a fibra.

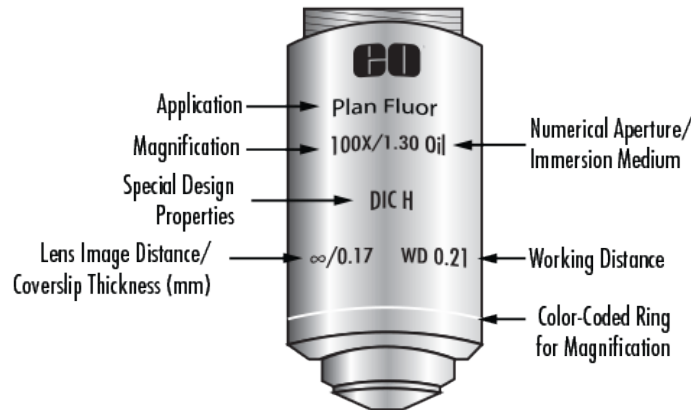
2.3.1 Lentes Objetivas de Microscópio

Mesmo os sistemas ópticos perfeitamente projetados contêm **aberrações ópticas** (quando nem todos os raios de um objeto puntiforme convergem para apenas um ponto em sua imagem). Neste projeto, as lentes utilizadas irão estar sujeitas apenas a aberrações geométricas; devido ao fato de que serão utilizados filtros para coletar somente o comprimento de onda correspondente à luminescência do rubi, que irá mudar apenas um pouco como função da pressão. As aberrações geométricas provocam mudanças relacionadas à forma da imagem, podendo citar alguns exemplos como [14]:

- Aberração esférica: raios de luz focalizando na frente ou atrás do foco paraxial.
- Coma : ocorre quando o ponto luminoso encontra-se fora do eixo da lente, formando uma imagem circular com uma cauda que se alarga, semelhante a um cometa.
- Astigmatismo: ocorre quando existe um ponto de foco para raios horizontais e outro para raios verticais.

Portanto, nota-se ser necessário reduzir ao máximo qualquer forma de aberração presente no sistema, pelo fato de se estar lidando com um sinal muito fraco, onde qualquer tipo de aberração fará com que parte da energia esteja sendo perdida. Por este motivo, optou-se, inicialmente, pelas **lentes objetivas de microscópio**. Este tipo de dispositivo é formado pela associação de várias lentes, dispostas em sequência e no mesmo eixo óptico, de forma que a combinação desses elementos diminui substancialmente as aberrações, pois as aberrações de cada elemento são canceladas pelos demais [15-16], sendo otimizadas para condições de geometria e foco bastante compatíveis com o problema deste trabalho.

A maioria das especificações relevantes das objetivas de microscópios geralmente estão listada no corpo da objetiva em si, como: ampliação, abertura numérica, distância de trabalho, distância entre a lente e a imagem. A figura abaixo ilustra as especificações de uma objetiva de microscópio.



Magnification	1X	2X	3X	4X	10X	20X	40X	60X	100X
Color Code	Black	Gray	Red	Yellow	Green	Light Blue	Light Blue	Dark Blue	White

Figura 8- Especificações de uma lente objetiva [14].

A escolha inicial pelas lentes objetivas de microscópio teve o intuito de garantir que a maior parte da luz do rubi fosse coletada pelo sistema. Contudo, os resultados apresentados ao final deste trabalho mostraram ser possível e economicamente vantajoso substituir as objetivas por lentes simples, não implicando em grandes perdas de sinal e obtendo espectros bastante intensos das amostras de rubi.

2.3.2 Fibras Ópticas

As fibras ópticas são fios finos feitas de vidro ou plástico (em alguns casos), compostas de um núcleo, uma casca, e camadas de material amortecedor de impacto e resistente à tensão mecânica, que são materiais dielétricos que protegem fisicamente a fibra. Essencialmente, as fibras ópticas são guias de onda do tipo cilíndrico, com diâmetro de alguns micrometros, onde a luz viaja através do fenômeno de reflexão interna total através de um núcleo de índice de refração superior ao da casca. Nas áreas de comunicações, as fibras ópticas ocupam um centro de atenção no Brasil e em outros países, pelo fato de apresentarem uma série de vantagens quando comparadas com os meios convencionais para transmitir informações como cabos de cobre e cabos coaxiais.

Dentre estas vantagens [17] se pode citar: alta capacidade de transmissão de informação, baixo peso, insensibilidade a campos eletromagnéticos externos, flexibilidade.

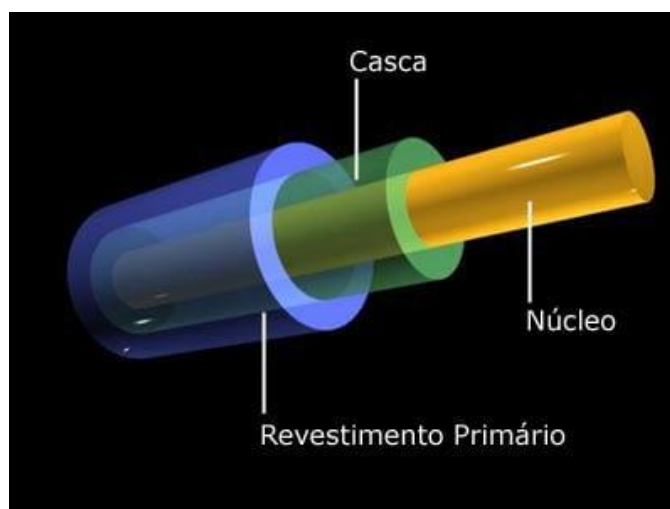


Figura 9-Composição básica de uma fibra óptica [18].

A função da fibra óptica para o projeto é levar a luz emitida pelo rubi até o sistema de detecção contendo o monocromador e o CCD, sem que o dispositivo de alta pressão (m-DAC) precise ser retirado de dentro do difratômetro de raios-X.

Existem dois regimes de propagação de fibras ópticas, que apresentam diferenças no modo como guiam a luz em seu interior; são elas as fibras monomodo e multimodo. Para compreender como a luz se propaga no interior destes tipos de fibras, é necessário entender o que são os modos de propagação.

De uma forma simplificada, pode-se dizer que os **modos de propagação** são todas as trajetórias que os raios luminosos podem percorrer dentro da fibra óptica. A diferença entre uma fibra monomodo para uma multimodo, basicamente, é a quantidade de modos que podem se propagar no interior da fibra; uma fibra monomodo apresenta um diâmetro de núcleo tão pequeno (poucos micrometros) que suporta apenas um modo guiado, diferentemente de uma multimodo que pode propagar vários modos e normalmente apresenta diâmetro do núcleo de dezenas de micrometros. Neste trabalho, será utilizada uma fibra multimodo, pois como será visto posteriormente, o tamanho da imagem do rubi precisa ser menor que o diâmetro do núcleo da fibra, considerando ainda questões de abertura numérica.

Qualquer distribuição de campo guiada pode ser considerada como uma superposição dos modos guiados, ou seja, a distribuição total do campo elétrico em

qualquer lugar de uma fibra é uma superposição de contribuições dos diferentes modos. O perfil de intensidade depende não apenas das potências ópticas em todos os modos, mas também das fases relativas, e pode haver interferência construtiva ou destrutiva de diferentes modos em locais específicos da fibra [19]. Ainda, as fases relativas mudam com quaisquer modificações nas condições de lançamento, flexão ou alongamento da fibra, mudanças no comprimento de onda ou temperatura, etc. A imagem abaixo ilustra os perfis de alguns modos na saída de uma fibra óptica multimodo.

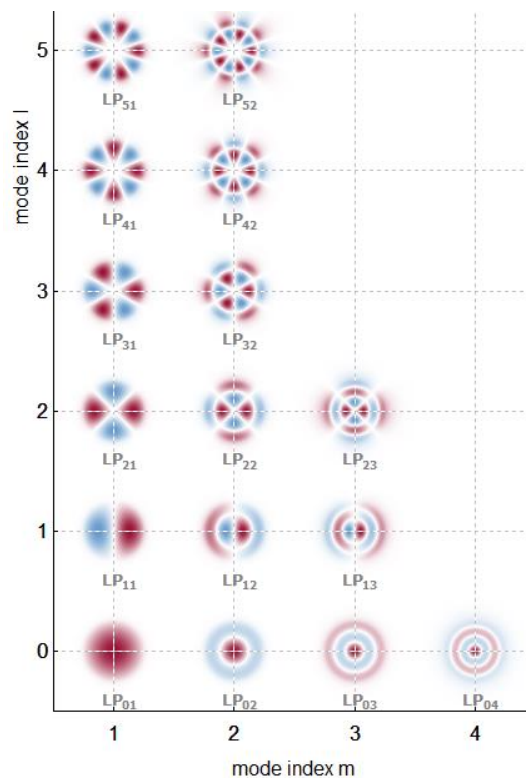


Figura 10- Perfil de alguns modos linearmente polarizados na saída de uma fibra óptica [19].

Cada modo guiado pela fibra óptica, além de se diferenciar dos demais por suas características de distribuição espacial, viaja a uma velocidade diferente no interior da fibra. Este fato é responsável por um fenômeno chamado Dispersão Intermodal, ocasionando o alargamento temporal dos pulsos de luz propagados pela fibra [19], que pode ser relevante para pulsos de duração muito pequena e percursos longo.

Como será visto mais adiante, na seção do acoplamento da fibra com o monocromador, é importante que o perfil de saída da fibra óptica apresente uma distribuição aproximadamente uniforme em intensidade. Para que isso seja possível, é preciso que haja uma mistura dos vários modos de propagação dentro fibra; que pode ser

obtido através de tensionamentos mecânicos na fibra, fazendo as fases relativas se alterarem e o perfil de saída ser próximo ao de um feixe razoavelmente uniforme, capaz de iluminar uma grande área da rede de difração do monocromador.

2.3.3 Abertura Numérica de Componentes ópticos e Extensão Geométrica:

A **abertura Numérica (AN)** representa o cone de aceitação de luz do sistema óptico, impactando a quantidade de luz que consegue ser acoplada ao dispositivo [15], seja ele uma lente, uma fibra óptica ou a fenda de um monocromador. Matematicamente, é definida como sendo o seno do ângulo θ entre o eixo do cone de luz e sua fronteira, multiplicado pelo índice de refração do meio onde o dispositivo se encontra:

$$AN = n_{meio} \cdot \sin \theta$$

A análise geométrica da imagem abaixo permite fazer uma aproximação para a abertura numérica de lentes; relacionando seu comprimento focal f com seu diâmetro D . Para baixos ângulos, $\tan \theta \approx \sin \theta$ e $n_{meio}=1$, a AN de uma lente pode ser expressa por:

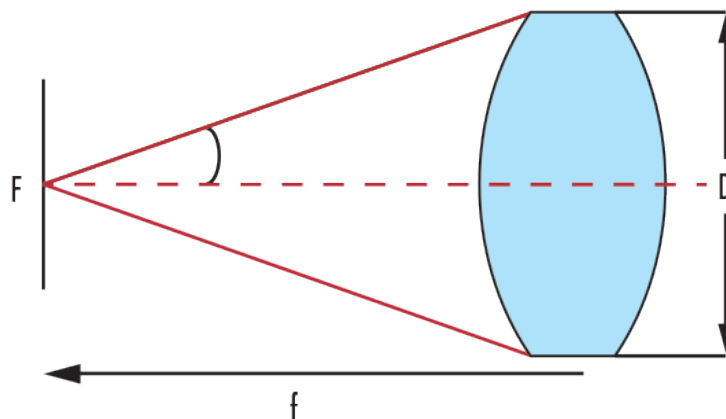


Figura 11- lustração das dimensões de uma lente [20].

$$AN \approx \frac{1}{2 \cdot (f/D)}$$

Um dos principais problemas no presente trabalho é combinar o cone de luz do dispositivo emissor (essencialmente dado pela janela disponível na m-DAC) ao cone de aceitação de luz do dispositivo receptor (fibra óptica) da maneira mais eficiente possível, transmitindo a maior quantidade de sinal; pois como já foi visto, o sinal de fluorescência do rubi é muito baixo. A utilização de lentes implica no aumento ou redução da abertura numérica de sistemas ópticos e a consequência disto são efeitos de demagnificação ou magnificação na imagem dos objetos. Antes de ser feita uma análise dos acoplamentos

que serão necessários para a realização do projeto, será necessário compreender o conceito de Extensão Geométrica, também chamado “étendue”, muito útil em análises deste tipo de problema.

A **Extensão Geométrica** é uma invariante óptica e pode ser entendida como o poder de captação de luz pelo sistema. Pode ser definida como o produto entre a área A de um objeto luminoso e o ângulo sólido Ω de luz que este objeto emite na direção de interesse. A extensão geométrica é uma constante, então se pode escrever a relação abaixo para estimar parâmetros em acoplamentos ópticos [21]:

$$A_i \cdot \Omega_i = A_f \cdot \Omega_f$$

No caso de simetria circular, como no presente problema, pode-se escrever:

$$h_1 \cdot \theta_1 = h_2 \cdot \theta_2$$

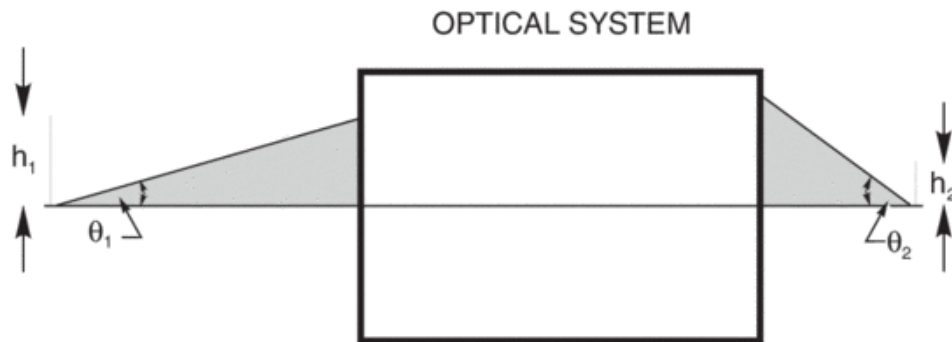


Figura 12-Exemplo de acoplamento unidimensional [21].

Assim, percebe-se que, conhecendo o tamanho do rubi que será utilizado ($\sim 10 \mu\text{m}$), a abertura numérica da m-DAC, da fibra óptica e o tamanho da fenda do monocromador, é possível estimar os parâmetros necessários em cada um dos acoplamentos. Utilizando um sistema óptico composto por duas lentes (uma para colimar o sinal e a outra para focá-lo; configuração boa para reduzir aberrações em geometrias como no presente trabalho) obtém-se, de forma geométrica, uma relação entre suas distâncias focais e os tamanhos do objeto e imagem:

$$h_2 = \frac{h_1 \cdot f_2}{f_1}$$

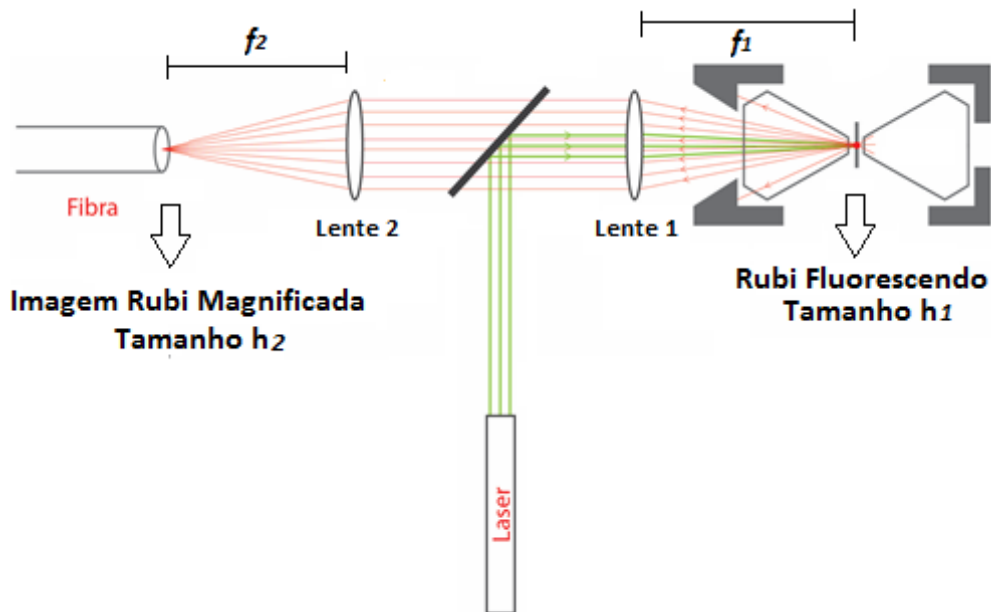


Figura 13- Exemplo ilustrativo da configuração que será utilizada neste trabalho, com duas lentes para fazer o acoplamento entre dois dispositivos ópticos.

Dessa forma, dispondo dos valores obtidos com o cálculo da extensão geométrica, é possível determinar o sistema de lentes que apresenta os parâmetros mais próximos dos estimados para realizar o acoplamento. Tais aproximações serão discutidas na seção 2.3.4 a seguir. A configuração apresentada na Figura 13 ilustra, tanto para o acoplamento entre a m-DAC e a fibra, quanto para o acoplamento da fibra com o monocromador, como serão posicionadas as lentes.

2.3.4 Acoplamento m-DAC com fibra óptica:

A partir da Figura 14, foi possível estimar as dimensões da m-DAC, e se pôde obter o valor de sua abertura numérica, conhecendo assim o seu ângulo de acesso óptico às amostras alocadas em seu interior:

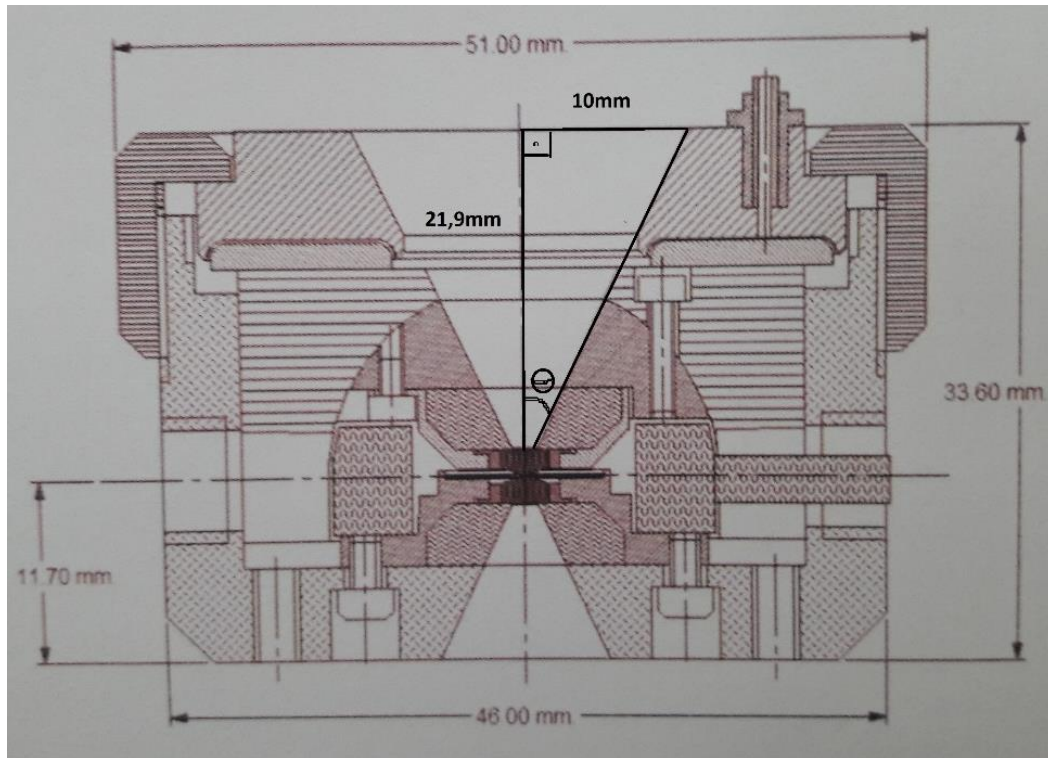


Figura 14- Imagem do manual da m-DAC utilizada para obter o valor da abertura numérica do dispositivo.

$$AN_{m-DAC} = \sin \theta_{m-DAC} = \frac{10}{\sqrt{(10^2 + 21,9^2)}} \approx 0,415$$

$$\theta_{m-DAC} = \sin^{-1} 0,415 \approx 24,5^\circ$$

Já para a fibra óptica, disponíveis facilmente, sabe-se que a abertura numérica é de aproximadamente 0,2. Assim:

$$AN_{fibra} = 0,2$$

$$\theta_{fibra} = \sin^{-1} 0,2 \approx 11,5^\circ$$

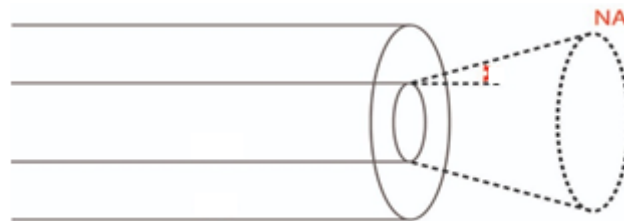


Figura 15-Representação da abertura numérica de uma fibra óptica.

Listando os valores conhecidos, se pode usar a relação unidimensional para a extensão geométrica e obter o valor da magnificação máxima da imagem para acoplar na fibra:

$$\theta_{m-DAC} \approx 24,5^\circ; \theta_{fibra} \approx 11,5^\circ =; d_{rubri} = 10 \mu m; d_{imagem} = ?$$

$$d_{\text{rubi}} \cdot \theta_{m-DAC} = d_{\text{imagem}} \cdot \theta_{\text{fibra}}$$

$$d_{\text{imagem}} = \frac{10 \mu\text{m} \cdot 24,5^\circ}{11,5^\circ} \approx 21,3 \mu\text{m}$$

$$\text{Magnificação} = \frac{21,3}{10} \approx 2,1$$

O resultado obtido significa que o sistema de lentes utilizadas terá que fazer uma redução no cone de luz para acoplar o sinal na fibra; isso terá como consequência um aumento do tamanho da imagem do rubi, que passará a ser de aproximadamente $21,3 \mu\text{m}$.

Por conseguinte, será necessário que o diâmetro da fibra óptica seja ligeiramente maior do que a imagem do rubi, para evitar perda de sinal; dessa forma, será utilizada uma fibra multimodo de baixo custo e facilmente encontrada no mercado de consumo, com diâmetro do núcleo de $50 \mu\text{m}$, já disponível no LAPMA. A magnificação fornece a relação entre as distâncias focais das duas lentes usadas para o acoplamento:

$$\frac{f_2}{f_1} = 2,1$$

Poderia-se, também, usar uma única lente objetiva de microscópio com os parâmetros ópticos equivalentes.

2.4 SISTEMA DE DETECÇÃO DO SINAL E ACOPLAMENTO FIBRA-MONOCROMADOR/DETECTOR CCD

A fluorescência proveniente da amostra, após sair da extremidade da fibra óptica, deve ser detectada para medida de seu espectro. De maneira a realizar uma medida eficiente, será necessário o uso de um monocromador de rede com detector sensível à posição acoplado a sua saída, numa configuração de espectrógrafo. Como já mencionado, é importante que este sinal óptico seja devidamente filtrado para eliminar luz espúria, principalmente o intenso sinal proveniente do laser que causaria muito ruído. Para acoplar a saída da fibra óptica ao monocromador, é necessário novamente usar lentes, levando em consideração os parâmetros ópticos tanto da fibra como do monocromador, como será visto posteriormente.

Na saída do monocromador/espectrógrafo, os diferentes comprimentos de ondas estão dispersos em diferentes posições, incidindo então em um detector CCD, que é um sensor multicanal extremamente sensível à luz, e composto por muitos pixels. Serão utilizadas duas lentes para acoplar o sinal da extremidade da fibra com a fenda do monocromador: uma objetiva de microscópio para colimar o feixe e uma objetiva

fotográfica acoplada com a fenda de entrada do monocromador. Este sistema já está montado no LAPMA, sobre a estrutura de um microscópio óptico, onde existe a possibilidade de escolha de qual objetiva de microscópio coletará o sinal. O sistema possui também em seu caminho óptico um filtro “longpass”, com comprimento de onda de corte ajustado para aproximadamente 634 nm, o qual permite a transmissão de radiação com comprimentos de onda acima deste valor e bloqueia a passagem de luz com energias superiores aos 634 nm. Trata-se de parte de um espectrômetro Raman, o qual apresenta sua configuração apresentada na Figura 33, ao final deste trabalho.

Após ajustar o foco de uma dessas lentes sobre a extremidade da fibra óptica, o feixe colimado passa pelo filtro e é direcionado através de um espelho até a lente objetiva fotográfica, a qual transmite o sinal para a fenda de entrada do monocromador. A fenda é retangular, no entanto, o acoplamento não é feito por uma lente cilíndrica, mas mesmo assim, o sistema está operando de forma muito eficiente. O ajuste da lente que irá coletar o sinal será feito durante as medidas, sendo escolhida aquela que proporcionar um maior número de contagens do espectro de fluorescência do rubi. Através do cálculo da extensão geométrica entre a fibra e o monocromador, serão estimados os parâmetros focais ideais das lentes para que seja realizado um acoplamento de alta eficiência. Posteriormente, será visto um pouco sobre o funcionamento do tipo de monocromador presente no LAPMA, bem como o motivo de ser utilizado um detector CCD bastante sensível.

2.4.1 Monocromador de Rede Tipo Czerny-Turner

O monocromador utilizado no projeto é do desenho Czerny-Turner (Jobyn-Ivon, modelo iHR320) munido de uma grade de difração holográfica selecionável (600, 1200 ou 1800 linhas/mm) que separa espacialmente a luz policromática em uma série de raios monocromáticos. Apresenta uma fenda de entrada retangular, com largura ajustável de 100 ou 150 micrometros.

Incidindo a radiação através de uma fenda de entrada, a rede dispersa os comprimentos de onda dessa radiação. Através de uma fenda de saída, é possível selecionar uma banda de transmissão espectral, que corresponde ao intervalo de comprimentos de onda que atravessa o monocromador. Fazendo um giro na rede, comprimentos de onda diferentes conseguem atingir a fenda de saída. Alguns monocromadores são equipados com fendas ajustáveis de larguras de banda espectral, sendo capaz de se trabalhar com bandas específicas para cada situação [22].

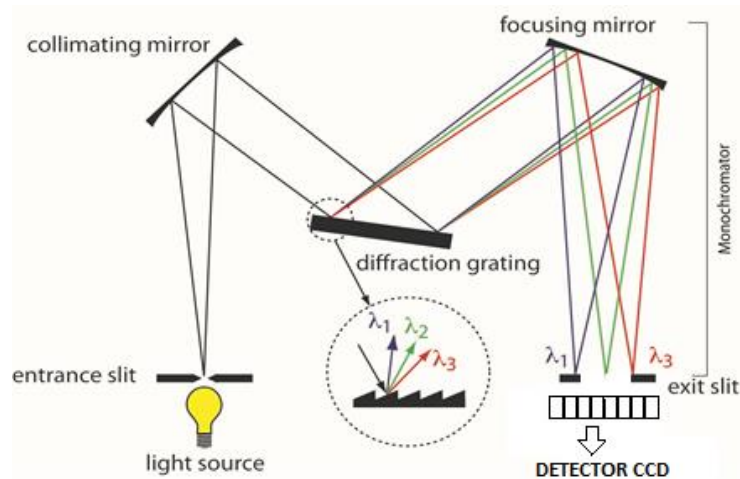


Figura 16- Representação de um monocromador de rede do tipo Czerny-Turner [22].

Pode-se mostrar que uma alta resolução de comprimento de onda requer um grande ponto iluminado na rede, ou seja, iluminando um maior número de fendas sobre a rede de difração, uma resolução mais fina é alcançada ($R = \Delta\lambda/\lambda = m \cdot N$) [23]. Caso a área iluminada fosse muito pequena, talvez não fosse possível distinguir os picos R1 e R2 do rubi, pois não haveria resolução para tanto. Outra questão importante é o tamanho da fenda: se a abertura numérica da objetiva fotográfica for muito pequena, a imagem do rubi na fenda será muito grande, e neste caso se tem que aumentar a fenda, o que também causa redução na resolução.

Ao invés da fenda de saída, associado ao monocromador, encontra-se um detector CCD (Jobin-Ivon, modelo Symphony) refrigerado com nitrogênio líquido, com 1024x128 pixels [2], configurando assim um espectrógrafo. O detector CCD apresenta uma alta sensibilidade, sendo muito útil para este trabalho, onde o sinal luminescente é baixo.

2.4.2 Acoplamento fibra óptica- monocromador

A extremidade da fibra conecta-se a entrada de um microscópio óptico, o qual faz parte do Espectrômetro Raman (Figura 33), como já discutido. Assim, o sinal vindo da fibra é acoplado a um monocromador Jobin-Ivon, tipo Czerny-Turner, o qual está ajustado para um tamanho de fenda de 0,1 mm. Novamente é possível obter valores para os parâmetros do sistema óptico que melhor acople o sinal de saída da fibra com a entrada do monocromador; porém, nota-se que apenas conhecer o tamanho da fenda e a abertura numérica não é suficiente, pois a luz pode irradiar na fenda do monocromador e não entrar completamente no seu ângulo de aceitação, iluminando uma região maior do que a rede de difração, e causando perda de sinal. Como forma de ajustar isto, pode-se diminuir o

ângulo de lançamento de luz na fenda, cuidando para que a imagem magnificada não seja superior ao tamanho da fenda, e também garantindo que o cone de luz não seja tão fino a ponto de iluminar uma região muito pequena da rede de difração e causar perda de resolução. Pelo cálculo unidimensional da extensão geométrica:

$$d_{fibra} \cdot \theta_{fibra} = d_{monocromador} \cdot \theta_{monocromador}$$

$$50 \mu m \cdot 11,5^\circ = 100 \mu m \cdot \theta_{monocromador}$$

$$\theta_{monocromador} \approx 5,8^\circ$$

Considerou-se neste caso que o sinal possui tamanho igual ao diâmetro do núcleo da fibra óptica. O tamanho da fenda do monocromador possui o dobro do tamanho da imagem, então o ângulo sólido de aceitação do monocromador será menor que o da fibra e as lentes utilizadas terão a função de diminuir o ângulo do cone de luz no sistema; mas o tamanho da imagem na fenda do monocromador deve possuir no máximo 100 μm . A relação dos focos das lentes para esse acoplamento é $f_2/f_1 = 2$, lembrando também que deve-se levar em conta a abertura numérica destas lentes para que não seja perdida energia luminosa.

Porém, a abertura numérica equivalente do monocromador é aproximadamente 0,12, correspondente a um ângulo de $\sim 6,9^\circ$, logo, haverá uma rejeição de luz na fenda, porém, como a fenda é retangular e as linhas não são muito estreitas, pode-se aumentar a fenda para 0,15 mm, sem grandes impactos na resolução, o que viabilizará um excelente acoplamento.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Esta seção tem o objetivo de apresentar todas as etapas desenvolvidas até a montagem final do protótipo proposto neste trabalho. De forma resumida, serão detalhadas algumas técnicas utilizadas, bem como dificuldades e resultados alcançados.

3.1 DETERMINAÇÃO DO COMPRIMENTO FOCAL DAS LENTES DO LAPMA

O início do desenvolvimento do projeto se deu com a medida da distância focal de uma série de lentes do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados, desde lentes simples, até objetivas de microscópio com distâncias focais bem curtas (~ 2 mm). O objetivo desta tarefa foi conhecer e saber manusear as lentes, posicionadores de ajuste

fino e suportes. Saber utilizar técnicas para medir o foco das lentes é fundamental, visto que o projeto em si depende da habilidade de se posicionar lentes e imagens.

O primeiro passo foi criar um expensor de feixe, pois o laser que havia no laboratório apresentava um diâmetro muito pequeno; dessa forma, ao atravessar a lente, a distância focal era duvidosa, pois o spot do laser na região de foco não variava muito de tamanho no anteparo em função da distância até a lente. Assim, dispondo de um feixe colimado de diâmetro maior, é fácil deslocar o anteparo em frente a lente e encontrar a região onde o diâmetro do spot é menor. Utilizando um sistema composto por uma objetiva de microscópio e uma lente plano-convexa, numa configuração semelhante a de um telescópio (Figura 17), foi possível expandir o diâmetro do laser.

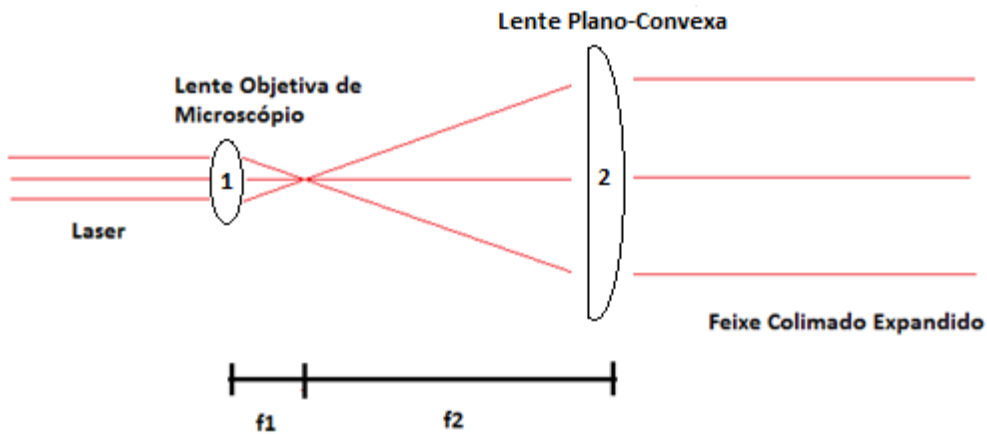


Figura 17- Expensor de feixe montado para auxiliar na determinação de distâncias focais das lentes do LAPMA.

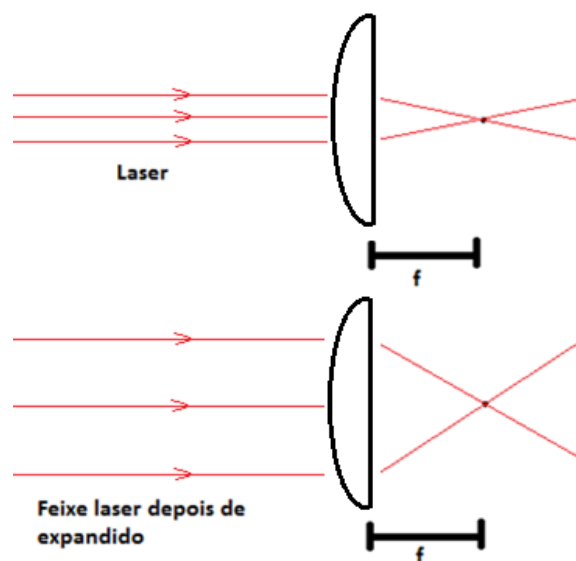


Figura 18- O uso de um feixe de maior diâmetro permite determinar o foco com mais precisão, pois os raios luminosos se espalham mais rapidamente próximos a região focal.

Para garantir que esse feixe expandido continuasse colimado, foram feitos dois pequenos furos em uma superfície plana de uma folha, de modo que conhecendo a distância entre eles, se pode usar uma técnica para colimação. A técnica consiste em fazer o feixe atravessar os dois furos e projetar essa imagem em uma parede distante [24]; assim, pode-se ir medindo com um paquímetro a distância entre as imagens dos centros dos dois furos projetadas na parede, e quando essa distância for igual à distância medida entre eles na superfície da folha, considera-se o feixe razoavelmente colimado. Com isso, foram medidas as distâncias focais de várias lentes; sendo possível ter uma ideia acerca de quais lentes poderão ser usadas na montagem do projeto.

3.2 MONTAGEM DE UM SISTEMA DE ACOPLAMENTO FIBRA-MONOCROMADOR

Na sequência do projeto, como forma de trabalhar os conceitos sobre acoplamento de luz, utilizou-se um acoplador da SPEX (munido de hastes metálicas, duas lentes e um suporte) para realizar o acoplamento da saída de luz de uma fibra óptica à fenda de entrada de um monocromador da SPEX, também do sistema Czerny-Turner, que está sendo remontado no LAPMA (não é o mesmo monocromador utilizado no projeto). Para tanto foi utilizada uma fibra multimodo, com diâmetro do núcleo de 9 micrometros, uma lâmpada de Neônio acoplada à fibra simulando a luz que virá da luminescência do rubi, duas lentes plano-convexas (distâncias focais de 40 mm e 60 mm) e um suporte para fixar as lentes. Foram também requisitadas duas flanges adaptadoras, uma delas para fixar a saída da fibra no mesmo eixo das lentes e a outra para fixar todo o sistema dentro do espaço disponível do monocromador.

Na configuração de montagem, a lente de menor foco é usada para colimar o feixe que sai da fibra óptica (foi utilizada a mesma técnica de colimação descrita anteriormente, na referência [25]; já a lente de foco maior tem a função de focar a luz em um pequeno spot na fenda do monocromador. Movendo a lente de $f = 60$ mm no eixo das hastes metálicas, foi possível acoplar corretamente o sistema com o monocromador, detectar a luz com um CCD e observar dois picos bem definidos correspondentes ao espectro da lâmpada utilizada.

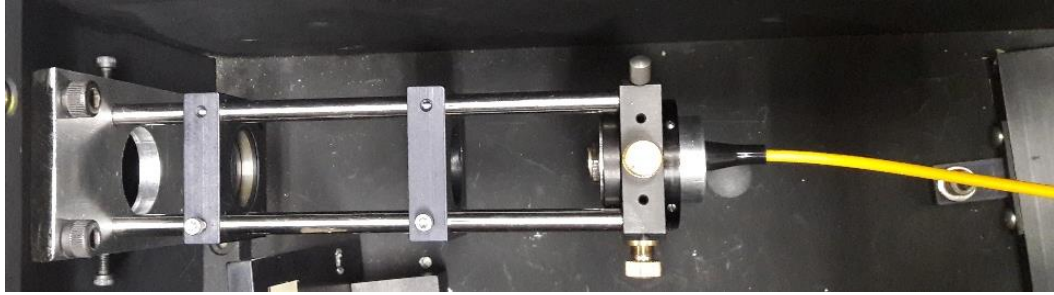


Figura 21 - Sistema de acoplamento luz-monocromador, já instalado com as flanges e ajustes das duas lentes.

Esta etapa do projeto foi bastante útil, pois como dito anteriormente, o sistema de lentes que coleta o sinal proveniente fibra e o transmite para o espectrógrafo já está instalado no LAPMA. Assim, houve a oportunidade de, além do protótipo, montar um sistema de lentes que se acopla a este outro monocromador, aperfeiçoando as técnicas aprendidas até então.

3.3 MONTAGEM DO PROTÓTIPO UTILIZANDO LENTES OBJETIVAS DE MICROSCÓPIO

Esta etapa foi realizada com o objetivo de, utilizando lentes objetivas de microscópio com alta performance, verificar a capacidade de desenvolvimento do sistema pensado para este trabalho. Os cálculos apresentados anteriormente na seção 2.3, utilizando o conceito de extensão geométrica, servem para auxiliar na escolha dos elementos ópticos. Naquela situação, teoricamente, a eficiência dos acoplamentos seria máxima. O que ocorre na prática é que nem sempre existe uma quantidade ilimitada de lentes e fibras ópticas disponíveis; assim, é preciso encontrar lentes que, mesmo possuindo parâmetros um pouco diferentes da situação ideal, realizem o acoplamento óptico com eficiência.

De acordo com o que foi estimado na seção 2.3, o sistema de coleta de fluorescência do rubi deveria ser composto por duas lentes que apresentassem uma relação entre suas distâncias focais de $f_2/f_1 = 2$. Porém, a montagem do protótipo não foi feita com a m-DAC em si, visto que o dispositivo é bastante sensível e requer cuidados de manuseio. Foram medidas, portanto, amostras de pequenos pedaços de rubi coladas em um anteparo e também amostras com lascas de rubi ainda menores dispostas no interior de gaxetas metálicas, simulando mais a realidade da medida. Os resultados destas medidas serão apresentados na próxima seção.

O problema de não utilizar propriamente a m-DAC é que a configuração das lentes utilizadas pode mudar, pois o corpo do dispositivo apresenta um tamanho físico limitado, dificultando o acesso com a lente responsável por coletar e colimar o sinal. Além disso, não é trivial acertar o feixe do laser na amostra de rubi no interior da câmara de bigornas de diamante. No entanto, a dificuldade técnica maior consiste saber posicionar, alinhar e acoplar todos os dispositivos ópticos do sistema, portanto, a maneira como foi desenvolvido o protótipo se assemelha bastante do caso em que a m-DAC seria utilizada.

As lentes objetivas de microscópio utilizadas nesta etapa, seguindo a configuração apresentada na Figura 13, apresentam:

- **Lente 1:** $f = 8 \text{ mm}$; $AN = 0,25$.
- **Lente 2:** $f = 23 \text{ mm}$; $AN = 0,12$.

Dessa forma, a ampliação da imagem será de $f_2/f_1 \approx 3$.

A abertura numérica da lente 2, como esperado, é menor do que a da fibra óptica. A lente 1 possui uma abertura numérica suficiente para o modo como foram feitas as medidas, porém, no caso em que se usasse realmente a m-DAC, seria mais eficiente que essa abertura fosse um pouco maior, já que a AN da m-DAC está em torno de 0,4. No entanto, o foco da lente 1 também deveria ser de aproximadamente 22 mm para o caso real onde fosse utilizada a câmara de alta pressão. O problema é que lentes objetivas de microscópio com altas aberturas numéricas e grandes distâncias de trabalho apresentam um custo muito alto, sendo utilizadas para situações em que é realmente preciso uma distância maior até a amostra e uma grande coleta de luz. Neste trabalho, contudo, é necessário apenas conseguir medir o espectro, não sendo um grande problema deixar de utilizar uma objetiva de microscópio que se encaixe perfeitamente aos parâmetros do sistema. Após a escolha destas lentes, seguindo a ilustração apresentada na Figura 13, foi possível montar o sistema que foi utilizado para realizar as medidas.

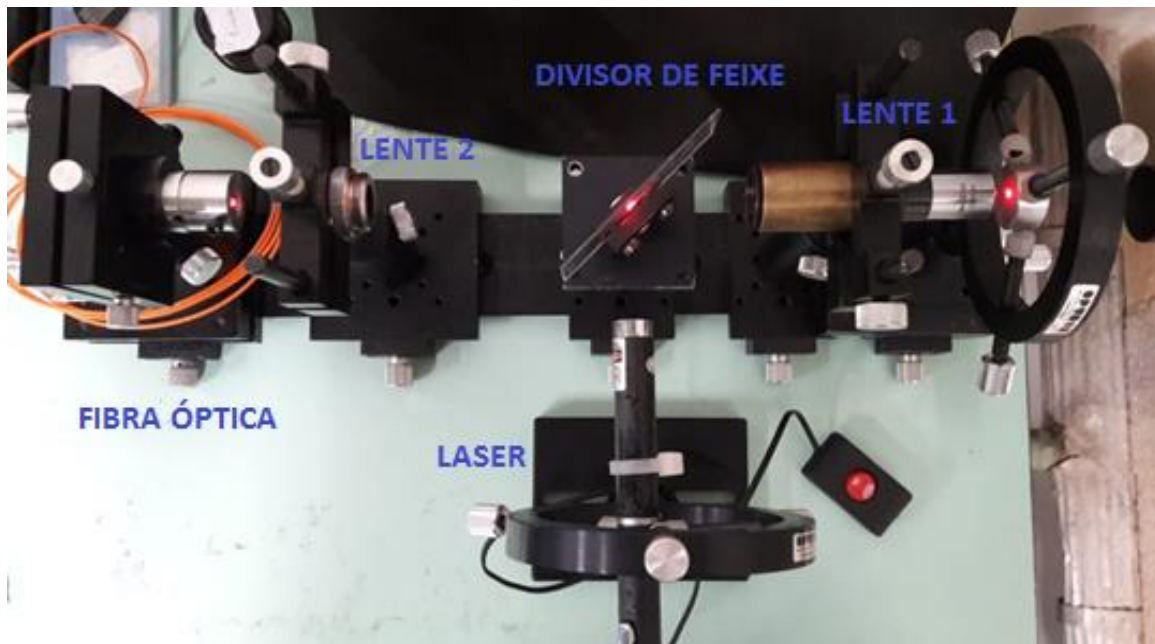


Figura 22- Protótipo desenvolvido para coleta do sinal de luminescência de amostras micrométricas de rubi, utilizando lentes objetivas de microscópio.

A fibra óptica foi fixada sobre um sistema mecânico que permite deslocamento fino nos três eixos cartesianos, assim como o anteparo onde foram coladas as amostras. Os demais componentes ópticos estão dispostos sobre fixadores que permitem variar apenas sua altura, sendo isto suficiente, pois todas as partes mecânicas estão acopladas sobre um mesmo trilho (base). Além disso, na Figura 22, na realidade não está sendo utilizado um semi-espelho como descrito anteriormente, e sim uma lâmina de microscópio (vidro comum), a qual reflete apenas uma quantidade pequena da luz laser para as amostras (cerca de 20%), porém, em transmissão, cerca de 80% do sinal do rubi atravessa a lâmina. Não optou-se por utilizar inicialmente um semi-espelho pois é um componente delicado, sendo necessário mais tempo de experiência e manuseio destes tipos de componentes. Os resultados obtidos com o sistema formado por duas lentes objetivas de microscópio são apresentados nas seções 3.3.1 e 3.3.2 a seguir, onde foram feitas medidas utilizando, tanto o laser verde de 532 nm, quanto um laser de excitação de menor energia.

3.3.1 Resultados Pointer Vermelho 650 nm

Com o auxílio de um microscópio do LAPMA, foram preparadas uma série de amostras contendo pedaços de rubi de diâmetros variados (aproximadamente 5 mm, 1 mm, 200 μm e 70 μm). Foi utilizado, primeiramente, um laser de excitação com comprimento de onda em torno de 650 nanômetros, pois ainda não havia sido adquirido

o laser pointer verde descrito no trabalho. Cada uma das amostras eram coladas num anteparo como mostrado na Figura 22. O diâmetro do laser na região de foco da **Lente 1**, utilizando a equação descrita na seção 2.2.2, onde o raio do laser w medido foi de 1,5 mm, apresentou aproximadamente:

$$2w_0 = \left(\frac{4 \cdot \lambda \cdot f}{2w \cdot \pi} \right) = \left(\frac{4 \cdot 650 \text{ nm} \cdot 8 \text{ mm}}{2 \cdot 3 \text{ mm} \cdot \pi} \right) \approx 1,1 \mu\text{m}$$

Lembrando que este é um valor aproximado, uma vez que a saída destes lasers não é perfeitamente Gaussiana e as lentes não são perfeitas, gerando algum tipo de aberração. Nota-se que o diâmetro do laser na região de foco é bem pequeno quando comparado com as amostras, por este motivo não foi complicado posicionar esta região sobre as lascas de rubi de 5 mm e 1 mm. No entanto, para as amostras de 200 μm e 70 μm , foi mais complicado acertar o laser sobre o rubi.

Na prática, ao ligar o laser, através de um posicionador de precisão micrométrica, o anteparo era deslocado com respeito a x, y ou z, até que fosse medido o espectro do rubi com o maior número de contagens possível. Obviamente, quanto menor o pedaço de rubi, menor o número de contagens e mais difícil acertar o feixe laser sobre a amostra. É importante notar que mesmo o spot do laser sendo o mesmo ao excitar todas as amostras, a diferença no número de contagens se deve à diferença de volume excitado em cada lasca de rubi, pois à medida que o tamanho do rubi aumenta, o laser estimula a excitação de uma região maior da amostra, inclusive por serem as amostras maiores proporcionalmente mais espessas.

Todas as amostras medidas, nesta etapa, foram maiores do que a situação real onde a lasca de rubi possui diâmetro de aproximadamente 10 μm , porém, como o spot do laser de excitação foi bastante pequeno, apenas um pequeno volume das amostras emitiu fluorescência, variando com o tamanho do rubi medido, conforme discutido anteriormente. Assim, acredita-se que grande parte do sinal do rubi emitido na direção do ângulo sólido de coleção da Lente 1 foi acoplado na fibra óptica e medido pelo espectrômetro. Não foi feito um estudo detalhado da espessura das amostras, mas como se tratavam de lascas, suas espessuras eram sempre menores que as suas dimensões laterais típicas. Mesmo para um tempo de exposição curto de luz no monocromador (1 segundo), foi possível medir os espectros apresentados nas imagens abaixo.

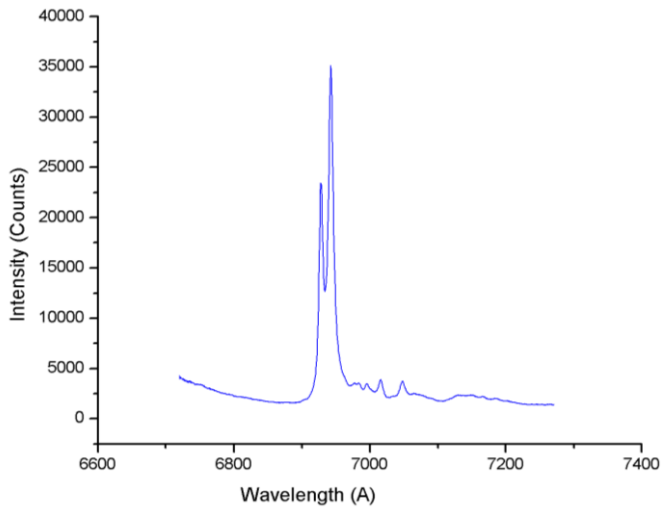


Figura 23- Rubi 5 mm

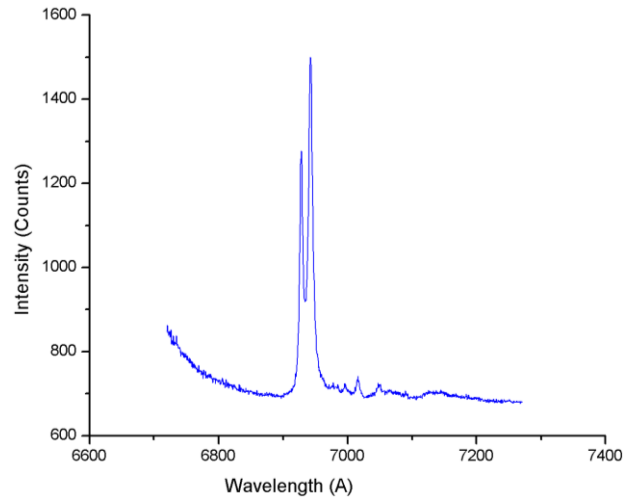


Figura 24- Rubi 1 mm.

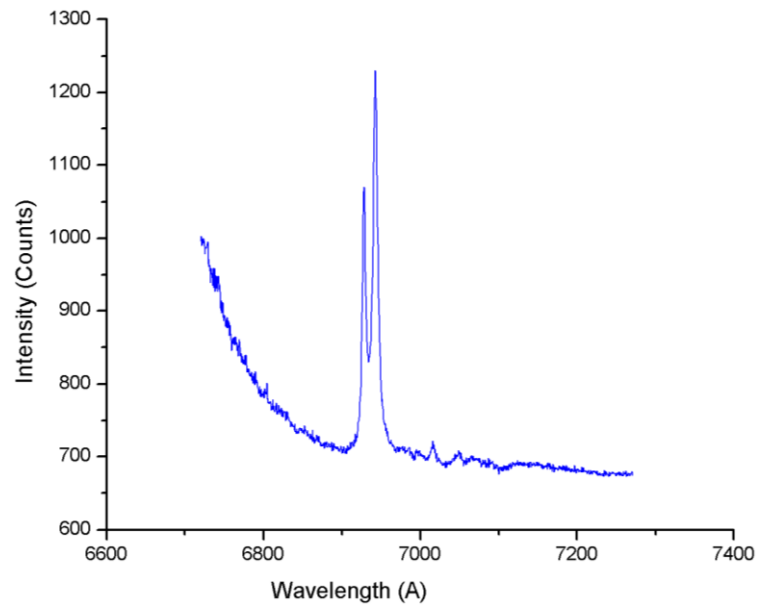


Figura 25- Rubi 200 micrometros.

A amostra de diâmetro aproximado de $70 \mu m$, a qual foi posta dentro de uma gaxeta (simulando mais a realidade), apresentou dificuldades para ser medida, em função de ser menor e mais difícil de posicionar o laser sobre ela. Após serem medidos os picos do rubi, percebeu-se ser necessário, para este caso, aumentar o tempo de exposição de luz no CCD, pois o ruído não era muito menor que os picos do dubleto. Dessa forma, com um tempo de exposição de 10 segundos, os picos ficaram bem definidos.

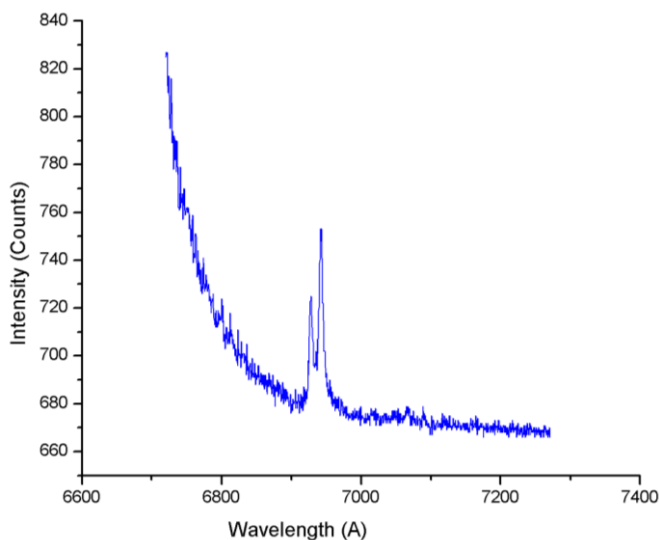


Figura 26- Rubi 70 micrometros. Tempo de exposição do CCD: 1 segundo.

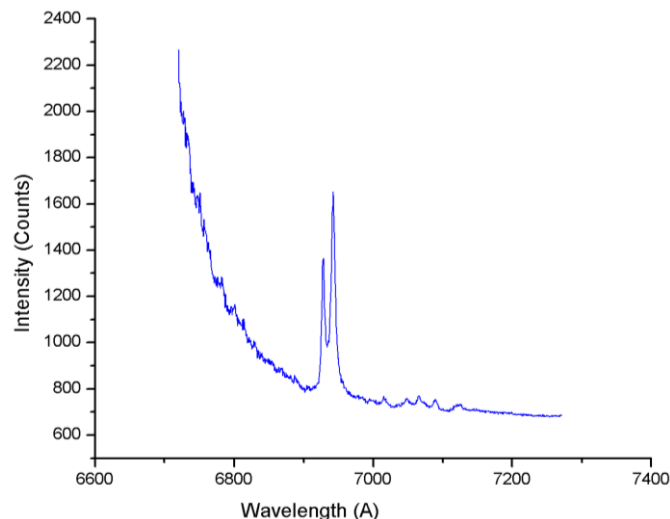


Figura 27- Rubi 70 micrometros. Tempo de exposição do CCD: 10 segundos.

O número de contagens alto próximo aos picos do rubi (“cauda” no espectro, observada à esquerda dos picos) foi devido ao laser utilizado ter um comprimento de onda em torno de 650 nanômetros, sendo muito próximo ao da fluorescência do rubi (694,2 nm). O feixe de excitação pode ter estimulado a fluorescência de materiais dentro do monocromador, e assim o filtro “longpass” com comprimento de onda de corte de 634 nm (descrito anteriormente) não foi suficiente para eliminar a luz indesejada, ocasionando a “cauda” ao lado dos picos.

Contudo, mesmo as amostras sendo maiores do que o tamanho real utilizado nas m-DACs, os resultados obtidos mostraram ser possível desenvolver um sistema para a medida de pressão no interior de câmaras do tipo m-DAC utilizando até mesmo um feixe de excitação de menor energia. Pois, ao invés do semi-espelho, foi utilizada uma lâmina de vidro simples, ou seja, apenas cerca de 20% da energia do laser foi refletida e usada para excitar o rubi; as lentes não estavam em um bom estado de limpeza e o laser utilizado não foi o pointer verde de maior energia. Ou seja, mesmo com estas alterações, os picos foram obtidos, mostrando que o sistema foi eficiente na coleta do sinal.

3.3.2 Resultados Pointer Verde 532 nm

Após ter disponível o pointer verde de maior energia e maior intensidade, o objetivo era realizar as medidas com as mesmas quatro amostras anteriores e fazer uma comparação entre os resultados. O diâmetro (estimativa teórica) do pointer verde na região de foco da Lente 1 foi de aproximadamente:

$$2w_0 = \left(\frac{4 \cdot \lambda \cdot f}{2W \cdot \pi} \right) = \left(\frac{4 \cdot 532 \text{ nm} \cdot 8 \text{ mm}}{2 \cdot 3 \text{ mm} \cdot \pi} \right) \approx 0,9 \mu\text{m}$$

Novamente, este valor é uma aproximação e o volume de rubi excitado é maior que isso, já que as amostras possuem diâmetros bem maiores que o spot do laser no foco da Lente 1. Com o uso do pointer verde, até mesmo a amostra de $70 \mu\text{m}$, que apresentou o menor número de contagens anteriormente, saturou o detector para um tempo de exposição de 0,01 segundos. Por este motivo, optou-se por não colocar aqui os espectros medidos de todas as amostras, uma vez que todas saturaram o detector. Na Figura 28 abaixo, não é possível visualizar os picos R1 e R2 de fluorescência do rubi, pois os dois atingiram o número máximo de contagens do detector. Os picos mais à direita são picos de segunda ordem oriundos de transições menos prováveis de menor energia no rubi.

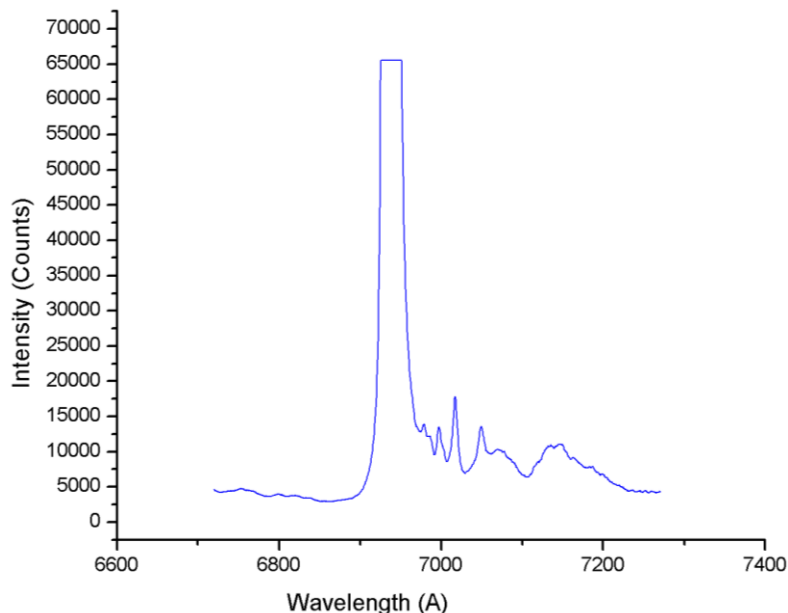


Figura 28- Rubi 70 micrometros. Tempo de exposição do CCD: 0,01 segundos.

Em função do número de contagens alcançado ser muito alto, posicionou-se dentro de uma gaxeta um pedaço de rubi muito pequeno, agora com diâmetro de aproximadamente $10 \mu\text{m}$, simulando a situação real quando o rubi é alocado no interior da m-DAC. A Figura 29 abaixo apresenta o resultado obtido na medida dessa nova amostra, mostrando a grande eficiência do laser verde para excitar a fluorescência do material. Além disso, aquele “ombro” ao lado dos picos do dubleto do rubi desapareceu, concluindo-se então que era proveniente do laser pointer vermelho.

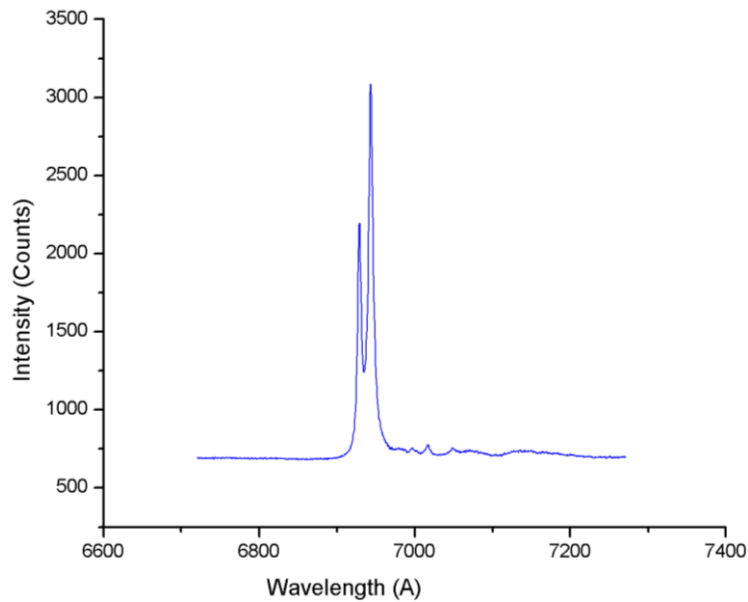


Figura 29- Rubi 10 micrometros. Tempo de exposição do CCD: 1 segundo.

Os resultados alcançados com o laser de maior energia foram bem mais expressivos do que os obtidos com o uso do pointer vermelho. Pois, mesmo sem utilizar um semi-espelho e não havendo uma boa limpeza dos componentes ópticos, os resultados foram bem melhores. Através da Figura 29, é possível perceber um alto número de contagens do sinal, indicando que o protótipo foi eficiente na coleta de luz. Além disso, confirmou a possibilidade de se medir um tamanho de rubi condizente com a realidade da técnica.

3.4 MONTAGEM DO PROTÓTIPO UTILIZANDO LENTES SIMPLES PLANO-CONVEXAS

A partir dos resultados obtidos com as lentes objetivas de microscópio, optou-se por utilizar lentes plano-convexas simples, na mesma configuração apresentada na Figura 13, neste caso com as lentes posicionadas com suas faces curvas uma em direção a outra. Estas lentes facilitam o alinhamento de luz no sistema, uma vez que não possuem tubos longos como as objetivas de microscópio. Além disso, são lentes bem mais baratas, viabilizando mais a ideia deste projeto. Em função do desempenho das lentes plano-convexas ser menor quando comparado às objetivas, o divisor de feixes utilizado anteriormente foi substituído por um semi-espelho, como proposto inicialmente.

Nesta etapa, as câmaras m-DAC ainda não haviam sido alocadas no sistema, e as medidas foram feitas como as anteriores, colando as amostras em um anteparo. Foi necessário novamente medir a distância focal e a abertura numérica de uma série de lentes

plano-convexas do LAPMA. Dentre as opções, o par de lentes que melhor se aproximou dos parâmetros focais e de abertura numérica do sistema, seguindo ainda a configuração apresentada na Figura 13, foi:

- **Lente 1:** $f = 34 \text{ mm}$; $AN = 0,28$.
- **Lente 2:** $f = 50 \text{ mm}$; $AN = 0,26$.

Dessa forma, a ampliação da imagem será de $f_2/f_1 \approx 1,5$.

Os parâmetros da Lente 1 foram bastante adequados ao sistema, tanto em questão de abertura numérica quanto em distância focal, e esta lente seria adequada inclusive no caso em que fosse utilizada a câmara de alta pressão. Já a Lente 2, apresenta uma abertura numérica um pouco superior à da fibra óptica, porém, caso o sinal colimado do rubi que atinge a Lente 2 não ocupe toda a superfície útil da lente, é possível admitir que praticamente todo o sinal será acoplado na fibra, garantindo um acoplamento razoável.

A amostra medida nesta etapa tinha um diâmetro de aproximadamente 30 micrometros, ou seja, um tamanho considerado também adequado para o caso real onde o rubi é colocado junto com amostras em medidas de difração de raio-x. O laser de excitação utilizado foi o de 650 nm, visto que o pointer verde parou de funcionar, provavelmente pelo fato do cristal gerador do sinal laser ter saído de sua posição, fazendo com que grande parte do laser não consiga sair de dentro da cavidade do dispositivo.

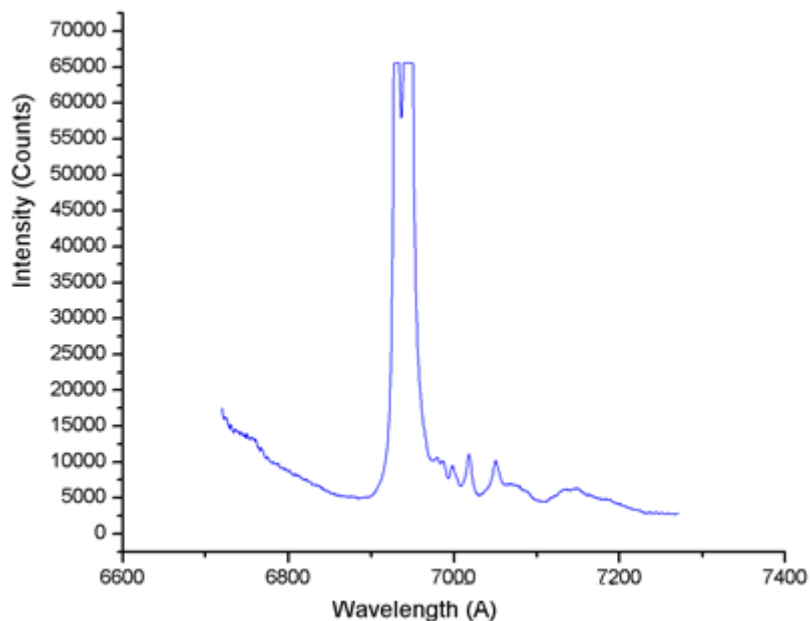


Figura 30- Rubi 30 micrometros. Tempo de exposição do CCD: 1 segundo.

Nota-se que os picos do dubleto saturaram o detector para um tempo de coleção de luz de 1 segundo. Para que os dois picos apareçam bem resolvidos, basta diminuir o tempo de integração no detector. O resultado obtido, mesmo com lentes plano-convexas simples, pode ser explicado por dois motivos. Primeiramente, a maior facilidade de alinhamento do sistema com lentes menores e, principalmente, o uso do semi-espelho, direcionando uma maior quantidade de energia sobre o rubi. Além disso, utilizando a aproximação para estimar o spot do laser no foco da Lente 1, tem-se agora um diâmetro superior ao caso da lente objetiva de microscópio, ou seja, isto também pode ter facilitado na hora de acertar o rubi com o feixe de excitação, e ainda pode ter excitado um volume maior da amostra.

$$2w_0 = \left(\frac{4 \cdot \lambda \cdot f}{2w \cdot \pi} \right) = \left(\frac{4 \cdot 650 \text{ nm} \cdot 34 \text{ mm}}{2 \cdot 3 \text{ mm} \cdot \pi} \right) \approx 4,7 \mu\text{m}$$

3.4.1 Resultados Finais: Inclusão da Câmara de Alta Pressão

O resultado obtido com as lentes plano-convexas na secção 3.4 garantiu a possibilidade do uso de lentes simples. Este par de lentes foi muito adequado para o caso do protótipo em estudo, pois os parâmetros das lentes estão bem adequados às condições de espaço e geometria do sistema. No entanto, para garantir a viabilidade de se construir um dispositivo baseado nos estudos realizados durante este trabalho, é preciso testar o desempenho do sistema medindo uma amostra de rubi alocada dentro de uma câmara de bigornas de diamante.

Esta etapa final é necessária, pois simula verdadeiramente a realidade da medida. Outra questão importante e que não foi abordada anteriormente é o fato de que, com o uso de uma DAC, existirá uma bigorna de diamante no caminho óptico do sistema. A luz, ao atravessar o diamante, tanto do laser de excitação, quanto da fluorescência do rubi, irá mudar sua direção de propagação, pois sofrerá refração. O diamante apresenta um índice de refração muito alto, e a luz sofre um grande desvio ao atravessá-lo. Em função deste grande desvio do sinal do rubi ao atravessar o diamante, espera-se que o espectro medido talvez não apresente um número muito alto de contagens. Para efeito de análise, espera-se que toda luz emitida no ângulo sólido da DAC seja coletada pelo sistema.

Para que fosse possível posicionar um rubi atrás de uma bigorna de diamante, uma DAC comum (diferente da m-DAC) foi desmontada, e uma pequena parte cilíndrica (o “miolo” da DAC) foi desacoplada do dispositivo e instalada no eixo do protótipo, sobre

um posicionador micrométrico x, y, z. A abertura numérica desta peça é bem menor do que a da m-DAC, ou seja, medindo-se algum sinal com esta peça, pode-se afirmar que com a m-DAC também se obterá os picos de fluorescência do rubi. Uma gaxeta metálica foi colada na peça, e o rubi colocado dentro do furo da gaxeta. A abertura numérica calculada para a peça foi de 0,17 (menos da metade da abertura da m-DAC).

O laser vermelho utilizado não perderá energia ao acoplar no dispositivo, visto que possui um diâmetro de 3 mm e a Lente 1 possui foco de 34 mm, ou seja, o ângulo de entrada do feixe é bem menor que o ângulo máximo de aceitação de luz da peça.

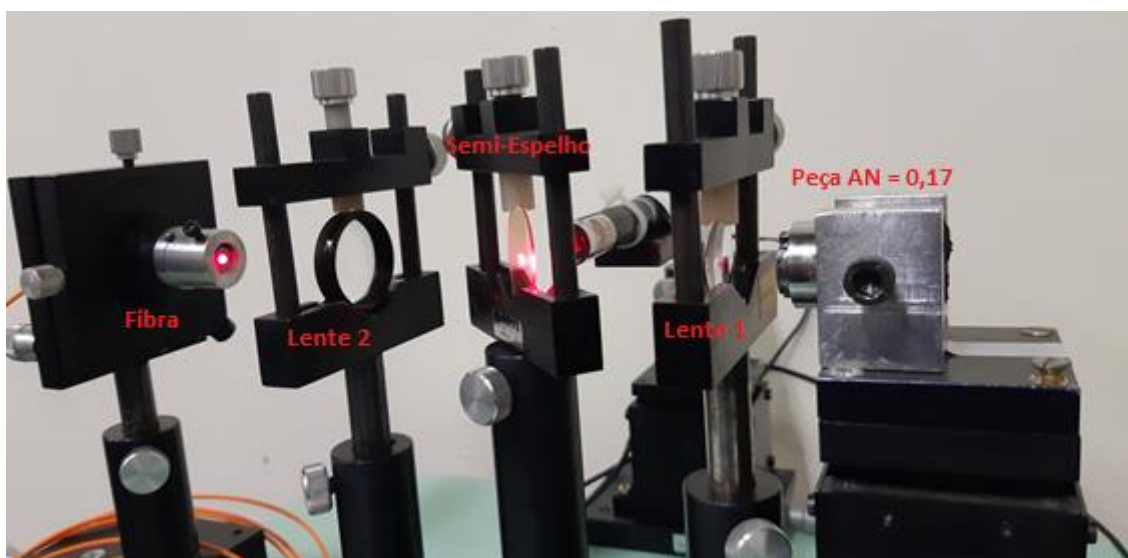


Figura 31- Protótipo desenvolvido para coleta do sinal de luminescência de amostras micrométricas de rubi, utilizando lentes plano-convexas simples.

A posição focal da Lente 1 foi ajustada inicialmente a 34 mm da amostra de rubi, no entanto, pelo fato do diamante alterar o caminho do feixe de excitação, o foco do feixe foi ajustado indiretamente através do espectrômetro, otimizando a posição do rubi em relação a Lente 1 quando o sinal apresentou o maior número de contagens.

Conseguiu-se alcançar um elevado número de contagens durante a medida, como mostra a Figura 32 abaixo. Novamente, como esperado, apareceu a “cauda” à esquerda dos picos, decorrente do uso do pointer vermelho. O tempo de exposição de luz no detector foi de apenas 0,5 segundos. O resultado obtido conclui, portanto, que as lentes plano-convexas utilizadas nesta etapa poderão, no futuro, ser utilizadas na construção do instrumento almejado por este trabalho, sendo capaz de medir a pressão dentro das m-DACs.

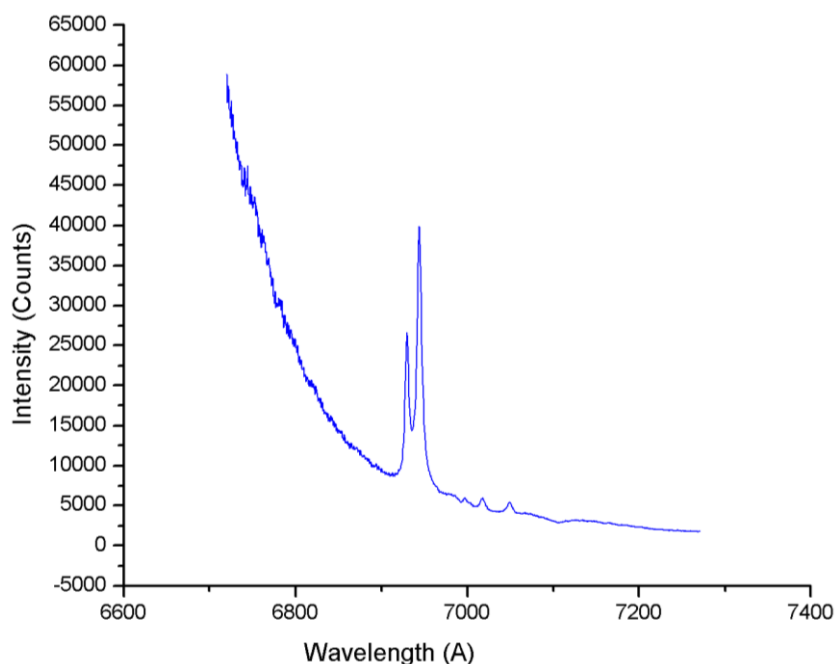


Figura 32- Rubi 30 μm + Diamante. Tempo de exposição do CCD: 0,5 segundo.

Além disso, foram feitos alguns testes para verificar se haveria alguma forma mais simples de obter o sinal do rubi, em que não fosse necessário preocupar-se com o uso do feixe de excitação do pointer. A ideia foi utilizar o Laser He-Ne (com comprimento de onda de 632,8 nm e potência de 10 mW) existente no espectrômetro Raman, de forma que o laser fosse levado até o protótipo pela fibra e o sinal luminescente do rubi fosse coletado pela mesma fibra óptica. A Figura 33 abaixo ilustra a configuração do Raman do LAPMA. Posicionando a fibra no porta amostras, a luz do laser He-Ne é levada até o protótipo apresentado na Figura 31, excitando o pedaço de rubi.

Isso tornaria muito mais fácil o posicionamento dos componentes, pois retiraria do sistema o pointer, uma parte bastante complicada de alinhamento. O problema deste laser é que gerou luminescência da própria fibra óptica, inclusive na posição dos picos do rubi, sendo assim inviável para medida da pressão. Provavelmente, o núcleo da fibra ou a cerâmica do receptáculo (“ferrule”) contenha uma pequena quantidade de Cromo, que quando excitado por um laser de alta potência, emitiu fluorescência característica do rubi. A Figura 34 abaixo mostra o sinal gerado pela luminescência da fibra óptica, que foi medido tapando uma das extremidades da fibra e acoplando o laser em seu interior.

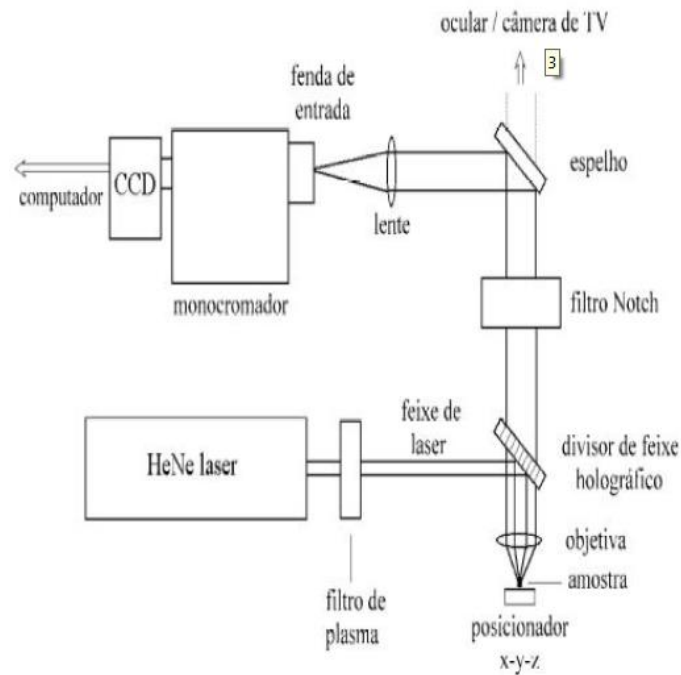


Figura 33- Diagrama Espectrômetro Raman do LAPMA [2].

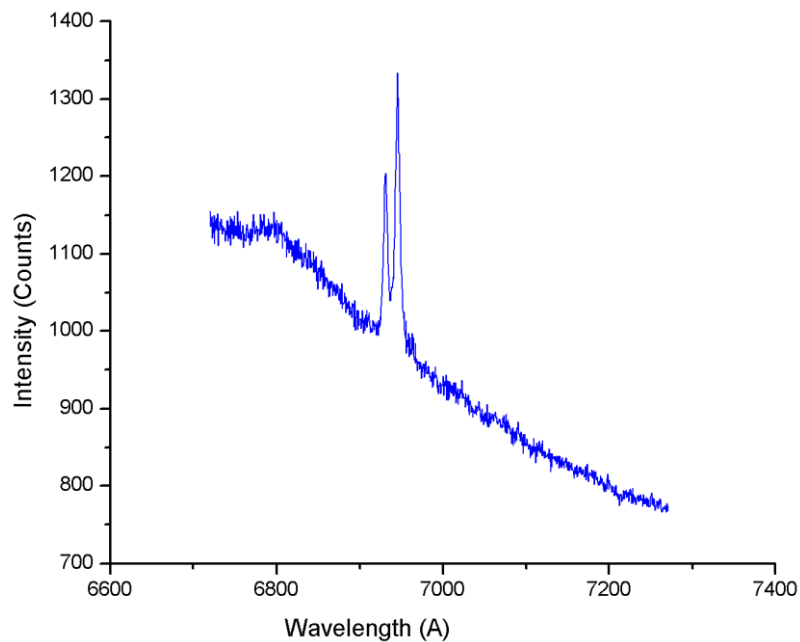


Figura 34- Fluorescência gerada pela fibra óptica com o uso do laser He-Ne.

4 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS FUTURAS

A partir da infraestrutura presente no LAPMA e da grande variedade de componentes ópticos e de mecânica fina disponíveis, foi possível desenvolver o protótipo pensado para este trabalho. No entanto, percebe-se, na seção dos resultados, que poderiam haver algumas melhorias de construção, as quais possibilitariam obter sinais mais intensos das amostras. Dentre estas melhorias, se pode citar o uso de um espelho dicróico

(divisor de feixe muito apropriado para o caso deste trabalho, que reflete uma pequena faixa de comprimentos de onda e transmite o restante da luz), filtros, e além disso, de componentes mecânicos mais robustos, evitando hastes muito longas e sistemas de fixação de componentes imprecisos, os quais dificultam o alinhamento de objetos e imagens.

Mesmo com estes problemas, os resultados discutidos anteriormente mostraram ser perfeitamente viável utilizar este tipo de configuração para medir o valor da pressão. Em realidade, a intensidade conseguida com as lentes objetivas e o laser verde em pedaços de rubi de 10 micrometros é mais de 100 vezes maior do que o mínimo necessário para medir a pressão confortavelmente, de acordo com as práticas usuais. O desempenho das lentes plano-convexas, ainda, garantiu ao sistema uma maior facilidade de alinhamento, tornando-o mais robusto e com um custo bem mais baixo. O uso da bigorna de diamante nas medidas finais mostrou que o desempenho do protótipo foi muito adequado para resolver o problema descrito no trabalho.

Dessa forma, pode-se pensar sobre como montar, no futuro, um instrumento compacto, leve, barato e otimizado para ser realmente fixado diretamente na m-DAC dentro do difratômetro de raios-X do LAPMA. Neste caso, será preciso desenvolver um projeto em parceria com a oficina mecânica da UFRGS, pois o espaço disponível no interior do difratômetro é pequeno, sendo necessário criar peças e flanges para a acomodação de todos os componentes. O alinhamento do sistema dentro do difratômetro não é uma tarefa trivial, e uma possibilidade seria otimizar o sinal (que já é suficientemente grande) variando todo o sistema em relação a m-DAC, até que o espectro obtido apresentasse o maior número de contagens. Na prática, isso significa manter todo o sistema fixado e alinhado sobre um posicionador micrométrico x, y, z muito pequeno, permitindo que todos os componentes do sistema transladem simultaneamente em relação a câmara de alta pressão, até que o sinal seja medido.

Portanto, o objetivo seguinte é criar um projeto para desenvolver o instrumento compacto final. Todos os conhecimentos e técnicas gerados poderão ser úteis para, se possível no futuro, realizar novos trabalhos que permitam aperfeiçoar a estrutura do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da UFRGS. Adicionalmente, os conhecimentos adquiridos no presente trabalho de diplomação permitem que no futuro seja desenvolvido um projeto mais ambicioso, como por exemplo, de um espectrômetro Raman portátil, compacto e de baixo custo

REFERÊNCIAS

- [1] PEROTTONI, CLÁUDIO A., JORNADA, JOÃO ALZIRO H. “*Física de Altas Pressões e a Câmara de Bigornas de diamante*”. Artigo de revisão: Física Aplicada e Instrumentação, Porto Alegre, v. 17, no. 2, p. 39-50, junho, 2004.
- [2] ROVANI, PABLO ROBERTO. *Correlação entre processos de amorfização induzida por pressão e decomposição cinematicamente limitada em estruturas poliedrais abertas*. 2015. 113f. Defesa de Tese de Doutorado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- [3] PRINCETON UNIVERSITY. “*Ruby Fluorescence Measurement*”. Disponível em: <<https://duffy.princeton.edu/laboratory/ruby-fluorescence>> Acesso em: 15 de janeiro de 2019.
- [4] STEFANI, VICENTE FIORINI. *Estabilidade estrutural da esmectita dopada com lantânio sob altas pressões e altas temperaturas*. 2012. 104f. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.
- [5] “*What the heck is a diamond cell?*” Disponível em: <<https://dcoecs15.wordpress.com/2016/03/23/what-the-heck-is-a-diamond-anvil-cell/>> Acesso em: 27 de novembro de 2018.
- [6] I. F. SILVEIRA et al. “*Calibration of the ruby pressure scale to 150 GPa*”. Phys. Stat. Sol., v. 244, p. 460-467, 2007.
- [7] GALANG J, RESTELLI A, HAGLEY EW., CLARK C W. “*A green laser pointer hazard*”. Natl Inst Stand Tech 2010;1668: 1-9.
- [8] EDMUND OPTICS. “*Fundamentals of Lasers*”. Disponível em: <<https://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/lasers/fundamentals-of-lasers/>> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [9] EDMUND OPTICS. “*Fluorescence Imaging with Laser Illumination*”. Disponível em: <<https://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/lasers/fluorescence-imaging-with-laser-illumination/>> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [10] ESTRADA, DUARTE MANUEL ESTEVES. “*Propagação de Feixes Ópticos em Meios Não-Lineares*”. 2008. 174f. Dissertação de Mestrado – Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2008.
- [11] PASCHOTTA, RUDIGER. “*Gaussian Beams*”. Disponível em: <https://www.rp-photonics.com/gaussian_beams.html> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [12] PASCHOTTA, RUDIGER. “*Beam Waist*”. Disponível em: <https://www.rp-photonics.com/beam_waist.html> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [13] PASCHOTTA, RUDIGER. “*Beam Divergence*”. Disponível em: <https://www.rp-photonics.com/beam_divergence.html> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [14] EDMUND OPTICS. “*Understanding Microscopes and Objectives*”. Disponível em: <<https://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/microscopy/understanding-microscopes-and-objectives/>> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [15] HECHT, E. Óptica. 2.ed. Lisboa: Calouste Gulbenkian, 2002.
- [16] EDMUND OPTICS. “*Chromatic and monochromatic optical aberrations*”. Disponível em: <<https://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/optics/chromatic-and-monochromatic-optical-aberrations/>> Acesso em: 12 de julho de 2018.
- [17] S.E. Miller and A.G. Chynoweth (Eds.), “*Optical Fiber Telecommunication*”, Academic Press, 9(1979).
- [18] Photton. Disponível em: <http://www.photton.com.br/cabos-opticos-geleados-secos-ou-totalmente-secos/>. Acesso em: jun. 2018.
- [19] PASCHOTTA, RUDIGER. “*Lp Modes*”. Disponível em: <https://www.rp-photonics.com/lp_modes.html>

photonics.com/lp_modes.html > Acesso em: 12 de julho de 2018.

[20] EDMUND OPTICS. “*Óptics Application Examples*”. Disponível em: <<https://www.edmundoptics.com/resources/application-notes/optics/optics-application-examples/>> Acesso em: 12 de julho de 2018.

[21] NEWPORT. “*Light Collection and Systems Throughput*”. Disponível em: <https://www.newport.com/t/light-collection-and-systems-throughput>. Acesso em: Dezembro de 2018.

[22] MARYVILLE. “*Wavelength Selection*”. Disponível em: <<https://blogs.maryville.edu/aas/wavelength-selection/>>. Acesso em: 29 de junho de 2018.

[23] PASCHOTTA, RUDIGER. “*Diffraction Gratings*”. Disponível em: <https://www.rp-photonics.com/diffraction_gratings.html > Acesso em: 20 de julho de 2018.

[24] HEINTZMANN, RAINER. “*Practical Guide to Optical Alignment*”. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/9783527671595.app1>> Acesso em: 30 de outubro de 2018.