



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **MU 8400967-5 U**



(22) Data de Depósito: 24/05/2004
(43) Data de Publicação: 10/01/2006
(RPI 1827)

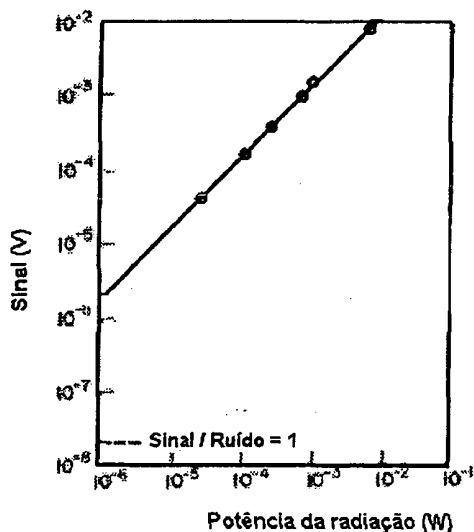
(51) Int. Cl.⁷.:
G01N 29/02

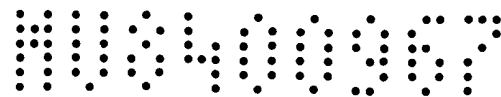
(54) Título: **DISPOSIÇÃO CONSTRUTIVA APLICADA EM CÂMARA FOTOACÚSTICA ABERTA COM DETECTOR DE TANTALATO DE LÍTIO**

(71) Depositante(s): Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (BR/SP)

(72) Inventor(es): Aparecido Augusto de Carvalho, Mauro Henrique de Paula

(57) Resumo: "DISPOSIÇÃO CONSTRUTIVA APLICADA EM CÂMARA FOTOACÚSTICA ABERTA COM DETECTOR DE TANTALATO DE LÍTIO". Compreendida por um dispositivo para determinação do espectro de substâncias sólidas e líquidas, com possibilidades de medições in vivo, e exibindo diversas vantagens sobre os dispositivos precedentes, que apresenta uma relação sinal/ruído excelente e comparável a uma câmara fotoacústica com microfone convencional com a grande vantagem de ser aberta. O dispositivo é composto por um detector transparente de radiação de Tantalato de Lítio, ao qual é acoplada, por contato físico, a amostra a ser analisada. Os eletrodos do detector são em formato de anel, sendo recobertos por uma camada de óxido de índio-estanho (ITO). Ao detector deve ser acoplado um amplificador eletrônico com elevada impedância de entrada. A nova câmara pode ser montada em uma bancada para estudos in vivo ou in vitro para estudos de pequenas amostras ou conectada a um cabo de fibra óptica. Apresenta resposta linear com a potência da radiação incidente, podendo medir potência de até $2 \cdot 10^{-8}$ W, na frequência de modulação da radiação incidente de 6,5 Hz e comprimento de onda de 915 nm. O protótipo foi capaz de realizar os espectros fotoacústicos de uma folha verde da planta Polypodium Adiantum, inicialmente fazendo parte da planta e depois removida da mesma.





**“DISPOSIÇÃO CONSTRUTIVA APLICADA EM CÂMARA
FOTOACÚSTICA ABERTA COM DETECTOR DE TANTALATO DE
LÍTIO”**

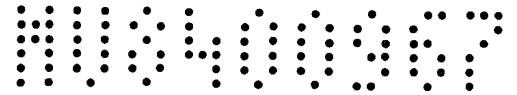
Trata a presente patente de modelo de
utilidade de uma nova disposição construtiva aplicada em câmara
fotoacústica aberta com detector de tantalato de lítio, sendo
notadamente um dispositivo para medições espectroscópicas “*in vivo*”,
de concepção inovadora e dotada de importantes
melhoramentos tecnológicos e funcionais, segundo os mais modernos
conceitos de engenharia e de acordo com as normas e especificações
exigidas, revestindo-se de características próprias e beneficiadas com
os requisitos fundamentais de novidade e ato inventivo, fazendo
resultar uma série de reais e extraordinárias vantagens técnicas,
práticas e econômicas.

CAMPO DE APLICAÇÃO

O presente dispositivo apresenta-se como uma
câmara fotoacústica aberta, capaz de realizar, quando associado a
outros dispositivos ópticos e eletrônicos, o espectro de substâncias
sólidas e líquidas, sendo muito útil em pesquisas de materiais, tendo
aplicação nas áreas de Engenharia de Materiais, Ciências de
Materiais, Biologia e Química.

ESTADO DA TÉCNICA

O renascimento da espectroscopia fotoacústica
na década de setenta estimulou o desenvolvimento de vários
equipamentos fototérmicos de detecção. Estes incluem a
espectroscopia de fotodeslocamento, a espectroscopia de deflexão de
feixe e a radiometria fototérmica. A característica comum de todos
estes equipamentos é a detecção de oscilações de temperatura, em
uma amostra, resultante de sua exposição a um feixe de luz



modulado. Os equipamentos fototérmicos foram originalmente desenvolvidos para estudos espectroscópicos. Todavia, logo se constatou que eles também poderiam ser utilizados como uma alternativa para detectores de radiação simples e baratos. Exemplos típicos de detectores fototérmicos são o detector de gás fotoacústico, o detector piezoelétrico e o detector fotopiroelétrico. Surgiram na década de oitenta vários sensores fototérmicos abertos. As características dos equipamentos de detecção fototérmicos têm sido explorados por diversos autores em áreas que vão da Ciência dos

10 Materiais à Biologia.

Uma característica importante dos equipamentos fotoacústicos tem sido o uso de um sistema de detecção com microfone. A detecção com microfone consiste em se utilizar uma câmara com gás (geralmente o ar) na qual um microfone é instalado em uma de suas paredes. O material absorvedor é colocado no interior da câmara e exposto à radiação de luz modulada. Como resultado da conversão de luz em calor, no material absorvedor, uma flutuação de pressão é produzida na câmara, que é detectada pelo microfone. Equipamentos de detecção ópticos tem sido utilizados para substituir o microfone convencional.

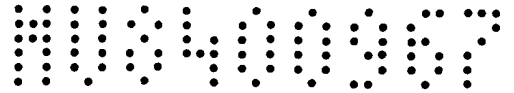
15

20

Na fotoacústica pulsada detectores piezoelétricos tais como o PZT, LiNbO_3 , quartzo cristalino, filmes de PVF_2 , etc, em contacto direto com amostras, mostram sensibilidades extremamente elevadas para detectar absorções fracas em líquidos e sólidos.

25

A. Rosencwaig mencionou a possibilidade de se realizar medidas *in vivo* de parâmetros da pele humana utilizando uma câmara fotoacústica aberta, na qual o lado aberto é selado com a amostra a ser estudada. Poucos dispositivos experimentais utilizando



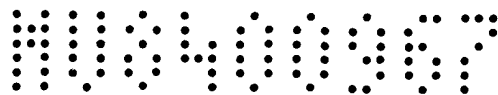
microfone como detector foram testados. A maior dificuldade deve-se ao fato do microfone ser sensível aos movimentos do corpo. Poulet e Chambron resolveram este problema construindo um detector fotoacústico utilizando um microfone diferencial entre duas células idênticas, possibilitando medições cutâneas *in vivo* com reprodutibilidade e relação sinal-ruído relativamente boas, para frequência de modulação do sinal na faixa de 25 a 200 Hz. Helander e Mcqueen propuseram duas configurações utilizando uma placa de safira colada a um transdutor piezoelétrico que é bem conveniente para amostras líquidas e em pó.

Os dispositivos mencionados apresentam um razoável grau de complexidade tornando difícil o estudo fotoacústico *in vivo* de amostras que não podem ser estudadas adequadamente com as câmaras convencionais. M. H. de Paula e autores desenvolveram uma câmara fotoacústica aberta com detector de niobato de lítio para medições espectroscópicas *in vivo*.

No objeto da presente modelo utilizou-se um detector de tantalato de lítio, que resultou em um aumento de sensibilidade de cinco vezes em relação à câmara fotoacústica construída com niobato de lítio.

OBJETIVOS DA PATENTE

Dessa maneira, o objetivo da referida patente é implementar uma câmara fotoacústica aberta, de construção simples, utilizando um detector piezolétrico transparente à radiação. Ela possibilita estudos *in vivo* e medições fotoacústicas de amostras que não podem ser convenientemente adaptadas às células convencionais. Sua alta sensibilidade torna-a muito atraente para estudos de materiais sólidos. Sua faixa espectral é definida pela faixa espectral de transmitância do detector.



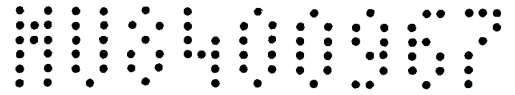
Para complementar a presente descrição, de modo a obter uma melhor compreensão das características da presente patente, e de acordo com uma preferencial realização prática da mesma, acompanha a descrição, em anexo, um conjunto de desenhos, onde de maneira exemplificada embora não limitativa, se representa o seguinte:

Figura 1. Representação esquemática da câmara fotoacústica aberta conectada a um cabo de fibra óptica.

Figura 2. Representação esquemática do espectrômetro de duplo feixe que foi utilizado para testar e avaliar a câmara fototérmica aberta.

De acordo com as figuras acima mencionadas, e em seus pormenores, a Fig. 1 mostra esquematicamente a câmara aberta, de maneira que o elemento fundamental é um detector (1) de Tantalato de Lítio (LiTaO_3) transparente à radiação que incide na amostra a ser analisada; dito detector (1) utilizado no protótipo, possui diâmetro de 12,5 mm e espessura de 1,5 mm, sendo suas faces cortadas e opticamente polidas perpendicular ao eixo cristalográfico X; os eletrodos (2) apresentam a forma de anel sendo feitos com tinta prata à qual se adicionou uma camada de óxido de índio e titânio (ITO) sobre toda a superfície do eletrodo, de forma que, como a tinta é particularmente frágil e facilmente removível, foram protegidas com uma cola isolante, sendo que a radiação pode alcançar a amostra via um cabo de fibra óptica (3), fixado no suporte (4) por meio do parafuso (5), de forma que entre o suporte (4) e os eletrodos (2) são providos os fios (6) e a isolação elétrica (7).

Para avaliar o novo dispositivo foi montado um espectrômetro de duplo feixe, cujo esquema é mostrado na Figura 2. Este espectrômetro foi montado em duas mesas separadas. Uma



delas é bem isolada acusticamente e pode abrigar vários tipos de detectores optoacústicos. O feixe de referência foi monitorado com um detector piezoelétrico, montado numa câmara de construção simples, cujo eletrodo frontal foi coberto com uma camada de carbono negro.

- 5 Este detector possui resposta espectralmente plana e responsividade de 345 mV/W, na frequência de modulação da luz de 6,5 Hz, na faixa espectral de 250 a 3200 nm.

A Figura 2 é uma representação esquemática do espectrômetro de duplo feixe que foi utilizado para testar e avaliar a câmara fototérmica aberta, e é composta por uma lâmpada de xenônio de 150 W (8), monocromador de alta intensidade (9), modulador (10) (chopper) modificado com faces frontais das pás espelhadas, cabo de fibra óptica (11), pré-amplificador (12); amplificador lock-in (13); amplificador lock-in (14), com circuito que faz a divisão de dois sinais (15), registrador (16), lentes de quartzo (L_1 a L_4), espelho (M_1), Câmara fotoacústica (D_1) aberta com detector de tantalato de lítio transparente à radiação, Detector (D_2) de PZT (para o feixe de referência).

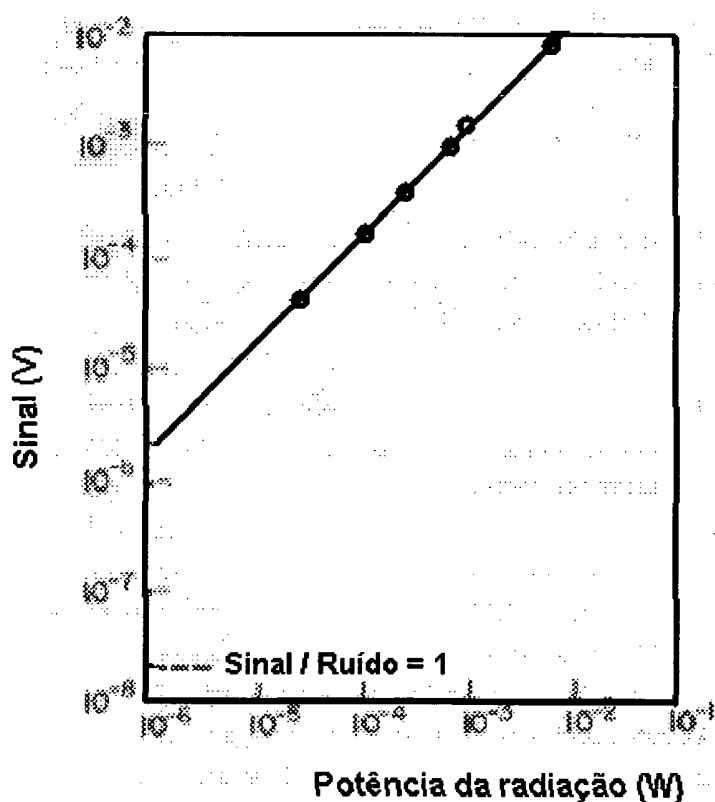
A inédita câmara fotoacústica pode ser montada em uma mesa para medições *in vitro* ou *in vivo* ou pode ser conectada a um cabo de fibra óptica. Isto torna o dispositivo muito atraente para realizar medições de amostras que são de difícil acesso dentro ou mesmo fora do laboratório (por exemplo, para experimentos com plantas vivas, testes não destrutivos, etc).

25 Como o detector transparente à radiação possui alta impedância de saída foi necessário conectar a ele um pré-amplificador eletrônico de elevada impedância de entrada, situado-o o mais próximo possível do detector visando reduzir os ruídos elétricos captados pelo sistema. No experimento que foi realizado, para avaliar



o novo dispositivo, utilizou-se um pré-amplificador EGG da Princeton Applied Research (empresa americana), modelo 185, de um equipamento de condicionamento de sinais, modelo 114, da mesma empresa.

5 A figura 3 mostra a resposta da câmara aberta com a potência da radiação incidente, no comprimento de onda de 915 nm e frequência de modulação de 6,5 Hz. O detector utilizado como referência para medir a potência da radiação foi um detector de PZT previamente calibrado, tendo uma responsividade de 345 mV/W. Pode-se observar que a resposta da câmara aberta é linear e proporcional à potência da radiação para uma faixa de, pelo menos, três ordens de magnitude. A relação sinal-ruído é excelente, possibilitando medições de potência de radiação de $2 \cdot 10^{-8}$ W.



De acordo com a figura 3, a linha tracejada horizontal fornece o nível de sinal para uma relação sinal-ruído igual a

1, utilizando uma largura de faixa de 1 Hz.

A figura 4 mostra os resultados de uma medida *in vivo*, utilizando o espectrômetro de duplo feixe, feita em uma folha verde da planta *Polypodium Adiantum*, na frequência de 27,5 Hz e resolução espectral de 9,6 nm. A folha foi conectada à câmara aberta quando ainda fazia parte da planta. A mesma figura apresenta um outro espectro da folha após ter sido removida da planta, para fins de comparação. Os dois espectros são similares e possuem um comportamento análogo a aquele observado por Rosecwaig, Merle e Das, que apresentam as características ópticas de cloroplastos como a clorofila na banda entre 600 e 720 nm. Observou-se uma excelente relação sinal-ruído para ambos os espectros.

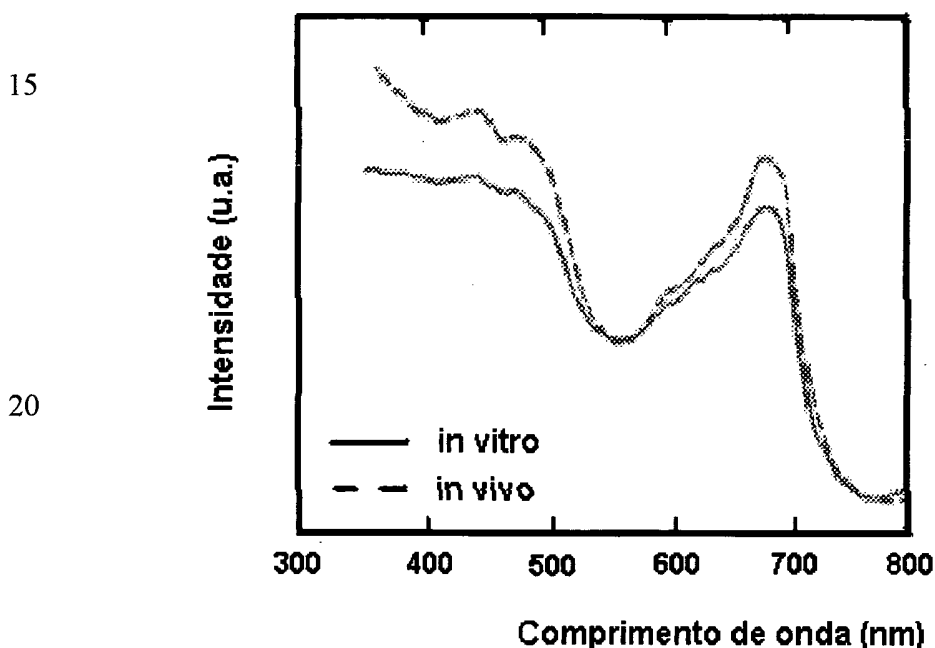
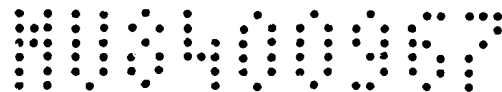
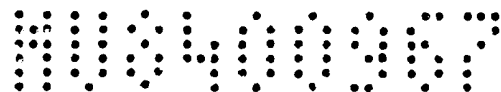


FIGURA 4

Não se tem conhecimento de nenhum modelo de câmara fotoacústica aberta com detector de tantalato de lítio que reúna conjuntamente, todas as características construtivas e funcionais acima relatadas, e que diretamente ou indiretamente, é ou foi tão efetivo quanto a câmara acústica objeto da presente patente.



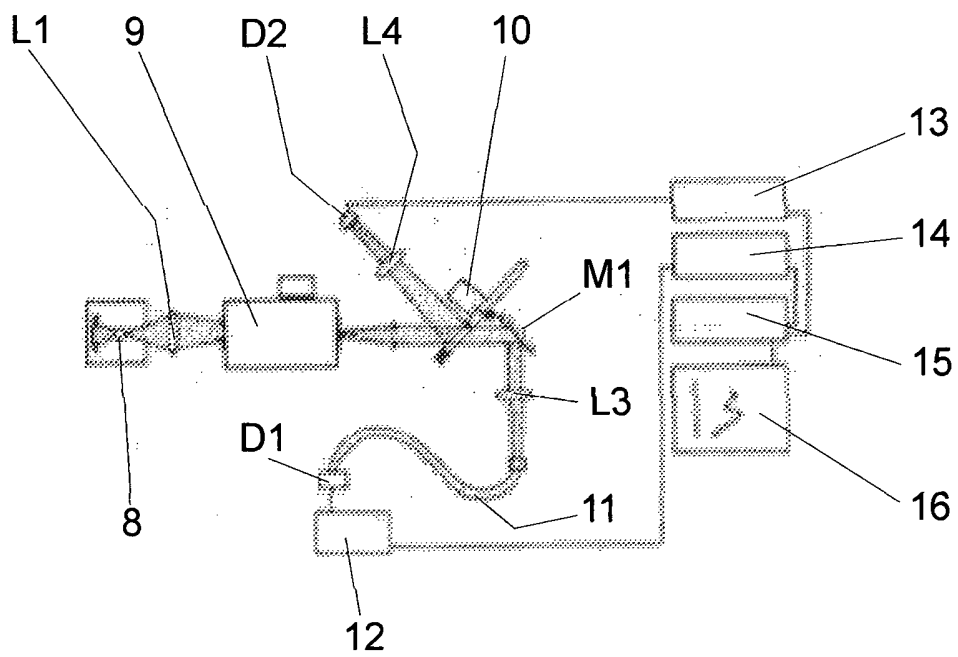
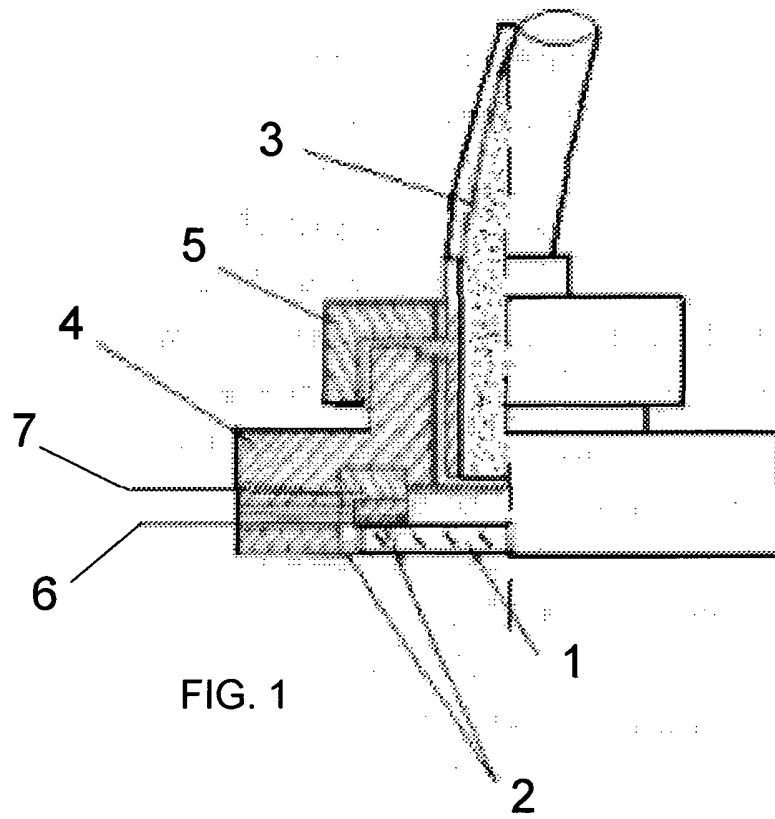
- Será evidente para os conhecedores da matéria que enquanto se descreve a realização preferida da disposição construtiva introduzida neste objeto, quaisquer modificações e/ou alterações devem ser compreendidas como dentro
- 5 do escopo de patente de modelo de utilidade, enquadrando-se perfeitamente nos critérios que a definem, ou seja, a combinação e modificação de elementos já conhecidos em nova forma ou disposição, envolvendo ato inventivo, resultando em melhoria funcional no seu uso ou em sua fabricação.



REIVINDICAÇÃO

1 – “DISPOSIÇÃO CONSTRUTIVA APLICADA EM CÂMARA FOTOACÚSTICA ABERTA COM DETECTOR DE TANTALATO DE LÍTIO”, caracterizada pelo fato de ser constituída

- 5 por um detector (1) de Tantalato de Lítio (LiTaO_3) transparente à radiação que incide na amostra a ser analisada; dito detector (1) possui diâmetro de 12,5 mm e espessura de 1,5 mm, sendo suas faces cortadas e opticamente polidas perpendicular ao eixo cristalográfico X; os eletrodos (2) apresentam a forma de anel sendo
- 10 feitos com tinta prata à qual se adicionou uma camada de óxido de índio e titânio (ITO) sobre toda a superfície do eletrodo, protegidas com uma cola isolante, sendo que a radiação pode alcançar a amostra via um cabo de fibra óptica (3), fixado no suporte (4) por meio do parafuso (5), de forma que entre o suporte (4) e os eletrodos (2)
- 15 são providos os fios (6) e a isolamento elétrica (7).



RESUMO**“DISPOSIÇÃO CONSTRUTIVA APLICADA EM CÂMARA FOTOACÚSTICA ABERTA COM DETECTOR DE TANTALATO DE LÍTIO”**, compreendida por um dispositivo para

5 determinação do espectro de substâncias sólidas e líquidas, com possibilidades de medições *in vivo*, e exibindo diversas vantagens sobre os dispositivos precedentes, que apresenta uma relação sinal-ruído excelente e comparável a uma câmara fotoacústica com microfone convencional com a grande vantagem de ser aberta. O

10 dispositivo é composto por um detector transparente de radiação de Tantalato de Lítio, ao qual é acoplada, por contato físico, a amostra a ser analisada. Os eletrodos do detector são em formato de anel, sendo recobertos por uma camada de óxido de índio-estanho (ITO). Ao detector deve ser acoplado um amplificador eletrônico com

15 elevada impedância de entrada. A nova câmara pode ser montada em uma bancada para estudos *in vivo* ou *in vitro* para estudos de pequenas amostras ou conectada a um cabo de fibra óptica. Apresenta resposta linear com a potência da radiação incidente, podendo medir potência de até $2 \cdot 10^{-8}$ W, na frequência de modulação

20 da radiação incidente de 6,5 Hz e comprimento de onda de 915 nm. O protótipo foi capaz de realizar os espectros fotoacústicos de uma folha verde da planta *Polypodium Adiantum*, inicialmente fazendo parte da planta e depois removida da mesma.