



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica
dopadas pelo método MCVD**

ANDRE CARVALHO

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:
Prof. Dr. Wagner de Rossi

São Paulo
2025

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica
dopadas pelo método MCVD**

Versão Corrigida

ANDRE CARVALHO

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Wagner de Rossi**

**São Paulo
2025**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

CARVALHO, A. ***Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica dopadas pelo método MCVD***. 2025. 80 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN, São Paulo. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Carvalho, Andre

Estudo de metodologia para produção e análise de preformas
de sílica dopadas pelo método MCVD / Andre Carvalho;
orientador Wagner de Rossi. -- São Paulo, 2025.
80 f.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2025.

1. MCVD. 2. Planejamento de experimentos. 3. Fibra óptica.
I. de Rossi, Wagner, orient. II. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: André Carvalho

Título: Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica dopadas pelo método MCVD

Dissertação apresentada como parte dos requisitos
para obtenção do Grau de Mestre em Tecnologia Nuclear – Materiais

Banca Examinadora

Prof. Dr. Wagner de Rossi

Instituição: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN)

Julgamento:

Prof. Dr. Evandro Drigo da Silva

Instituição: Universidade de São Paulo (USP)

Julgamento:

Prof. Dr. Luis Gustavo Ferroni Pereira

Instituição: Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA)

Julgamento:

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a DEUS pelo dom da vida, que me permitiu desenvolver mais essa experiência.

A Nossa Senhora, por me conduzir em cada passo desta caminhada.

Aos meus pais, por toda a base pessoal e valores que me proporcionaram ao longo da vida, em especial, por me despertarem para a busca do crescimento.

A minha esposa e filha por me acompanharem, generosamente, nas mudanças que vieram associadas a esse desafio.

Aos Prof. Dr. Wagner de Rossi e Prof. Dr. Cláudio Costa Motta pela orientação deste trabalho.

À todos os professores do IPEN e à instituição pela oportunidade de obter o grau de mestre em Tecnologia Nuclear.

Aos meus companheiros de equipe Rubens Silva, Paulo Jorge, David Nacaratti, Samuel, Diego e Persio pelo apoio ao longo de todo o processo.

À toda equipe de funcionários do Laboratório de Micro-ondas de Potência e Fotônica, que, direta ou indiretamente auxiliaram na confecção deste projeto.

"Não vos conformeis com o padrão deste mundo, mas transformai-vos pela renovação da sua mente, para que sejam capazes de experimentar e comprovar a boa, agradável e perfeita vontade de Deus"

Romanos 12:2

RESUMO

CARVALHO, Andre., **Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica dopadas pelo método MCVD.** 2024. 81 p. Dissertação em Tecnologia Nuclear - Materiais - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares- IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

O método de deposição química modificada por vapor (MCVD - Modified Chemical Vapor Deposition) é amplamente utilizado para produção de preformas de fibras ópticas devido à sua eficiência e precisão no controle da composição e das propriedades ópticas das fibras resultantes. Este trabalho visa apresentar o estudo para o desenvolvimento de uma metodologia que permita a produção de preformas de sílica dopadas por meio do processo MCVD. Para tanto, foi realizado o levantamento da literatura da metodologia e dos parâmetros de processo mais comuns aplicados ao processamento de fibras germanosilicatos e Fibras ópticas dopadas com Terras raras, especialmente dopadas com Yb e Al. Foi assim proposta uma metodologia com escalonamento de complexidade para a produção dessas preformas e aplicado um modelo numérico de Dinâmica dos Fluidos Computacional (CFD) para testar os dados levantados na literatura quanto a eficiência da reação. As simulações realizadas pelo CFD foram orientadas por um modelo de planejamento de experimentos que gerou um resultado numérico direcionado a reduzir os custos e tempo necessário para realização dos experimentos. As simulações associadas a metodologia de planejamento de experimentos do tipo composto central rotacional permitiu, dentro da faixa de operação analisada, encontrar um ponto ótimo para o processo, ocorrendo em uma temperatura de 2100 K, com fluxo de 1,9 L/min e a velocidade de rotação do tubo substrato podendo ser mantida no nível mais conveniente, uma vez que essa não apresentou alteração com significância estatística na resposta estudada. Adicionalmente, foi detalhada a metodologia de análise do perfil do índice de refração para ser utilizado nas preformas produzidas pelo método MCVD, com resultados experimentais que indicam uma fibra com índice de refração do tipo degrau.

Palavras-chaves: fibra óptica, MCVD, planejamento de experimentos, dopagem por vapor químico modificado, fibra de sílica

ABSTRACT

CARVALHO, Andre., **Estudo de metodologia para produção e análise de preformas de sílica dopadas pelo método MCVD.** 2024. 81 p. Dissertação em Tecnologia Nuclear - Materiais - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares- IPEN-CNEN/SP, São Paulo.

The Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD) method is widely used for the production of optical fiber preforms due to its efficiency and precision in controlling the composition and optical properties of the resulting fibers. This work aims to present a study for the development of a methodology to produce doped silica preforms using the MCVD process. To achieve this, a literature review was conducted on the methodology and the most common process parameters applied in the processing of germanosilicate fibers and rare-earth-doped optical fibers, particularly those doped with Yb and Al. Consequently, a methodology with scaled complexity was proposed for the production of these preforms, and a numerical Computational Fluid Dynamics (CFD) model was applied to test the literature data regarding reaction efficiency. CFD simulations were guided by an experimental design model, resulting in numerical outcomes aimed at reducing the costs and time required for conducting experiments. Simulations combined with the rotatable central composite experimental design methodology allowed, within the analyzed operational range, identifying an optimal point for the process occurring at a temperature of 2100 K, with a gas flow rate of 1.9 L/min. The rotation speed of the substrate tube could be maintained at the most convenient level, as it did not show statistically significant changes in the studied response. Additionally, a detailed methodology for analyzing the refractive index profile was described for use with preforms produced by the MCVD method, with experimental results indicating a step-type refractive index fiber.

Keywords: MCVD, design of experiments, fiber optics, modified chemical vapor doping, silica fibers

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Representação gráfica do corte transversal da fibra óptica com índice de refração do tipo degrau com $n_{co} > n_{cl}$	25
Figura 2 – Exemplos de seções transversais de fibras com duplo revestimento, $n_{co} > n_{cl1} > n_{cl2}$	26
Figura 3 – Dependência da concentração de íons de terras raras na concentração da solução.	33
Figura 4 – Câmera de transporte com a incorporação do dopante no tubo de substrato, mostrando a técnica de secagem para os cloretos de terras-raras.	35
Figura 5 – Estágio de deposição do núcleo para produção de fibras dopadas com terras raras.	36
Figura 6 – Diagrama esquemático do sistema MCVD-VPD.	37
Figura 7 – Diagrama esquemático da CPDT.	40
Figura 8 – Processo de fabricação de preforma tripla camada a partir de uma preforma matriz dupla camada	41
Figura 9 – Detalhe da malha utilizada para construção do modelo numérico de simulação do processo MCVD por meio de fluidodinâmica computacional no software STARCCM+.	44
Figura 10 – Desenho experimental para um planejamento composto central do tipo rotacional. a) Duas variáveis ($\alpha=1,41$) e b) três variáveis ($\alpha=1,68$).	46
Figura 11 – Condições de contorno e geometria do tubo de quartzo utilizado para construção do modelo numérico de simulação do processo MCVD por meio de fluidodinâmica computacional no software STARCCM+.	48
Figura 12 – Valores preditos pelo modelo quadrático representados pela reta vermelha versus valores observados para a eficiência da reação MCVD representados pelos pontos em azul.	51
Figura 13 – Diagrama de pareto do planejamento composto central. As barras em azul indicam o efeito estimado de cada coeficiente no modelo, em valores absolutos. A linha vermelha indica o nível de significância de 95%.	52
Figura 14 – Perfil dos valores preditos para os fatores T, F e R na Eficiência.	53
Figura 15 – Valores preditos pelo modelo ajustado (linear) representados pela reta vermelha versus valores observados para a eficiência da reação MCVD representados pelos pontos.	54

Figura 16 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores Fluxo total de gases e Temperatura para a variável dependente eficiência.	55
Figura 17 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores velocidade de rotação do tubo de substrato e Temperatura para a variável dependente eficiência.	56
Figura 18 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores Fluxo total de gases e Temperatura para a variável dependente eficiência.	57
Figura 19 – Representação esquemática da variação relativa \varnothing	60
Figura 20 – Sensor de detecção do feixe laser	61
Figura 21 – Função deflexão e perfil de índice de refração de uma preforma multimodo.	62
Figura 22 – Ilustração do analisador de preforma marca Photon Kinects modelo 2650.	64
Figura 23 – Perfil inicial da curva do índice de refração dado pelo analisador de preforma PK 2650.	66
Figura 24 – Delimitação das interfaces onde ocorre mudança no índice de refração. .	66
Figura 25 – Indicação em verde das interfaces onde ocorre mudança do índice de refração da amostra	67
Figura 26 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 50 mm da base da preforma.	69
Figura 27 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 50 mm da base da preforma.	69
Figura 28 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 100 mm da base da preforma.	70
Figura 29 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 100 mm da base da preforma.	70
Figura 30 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 200 mm da base da preforma.	71
Figura 31 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 200 mm da base da preforma.	71

Figura 32 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 300 mm da base da preforma.	72
Figura 33 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 300 mm da base da preforma.	72
Figura 34 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 350 mm da base da preforma.	73
Figura 35 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 350 mm da base da preforma.	73
Figura 36 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 400 mm da base da preforma.	74
Figura 37 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 400 mm da base da preforma.	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros do processo MCVD para as simulações computacionais em 5 níveis diferentes, seguindo a metodologia do planejamento de experimentos do tipo composto central.	47
Tabela 2 – Organização dos experimentos pelo planejamento fatorial composto central rotacional, com os dados da simulação por fluidodinâmica computacional para a eficiência da reação MCVD, tendo como parâmetros ajustáveis do processo a Temperatura, o fluxo total de gases e a velocidade de rotação do tubo substrato.	49
Tabela 3 – Teste de análise de variância (ANOVA) para o modelo quadrático proposto para predição da eficiência da reação MCVD com base nas variáveis independentes T, F e R.	53
Tabela 4 – Posições indicadas ao equipamento para análise da preforma	67

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CFD	Dinâmica dos Fluidos Computacional (acrônimo de sua designação em inglês: <i>"Computational Fluid Dynamics"</i>)
CLA	Centro de Lasers e Aplicações
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
LaMP	Laboratório de Micro-ondas de Potência e Fotônica
MCVD	Deposição de vapor químico modificado (acrônimo de sua designação em inglês: <i>"(Modified Chemical Vapour Deposition)"</i>)
USP	Universidade de São Paulo
YDFL	Laser de fibra dopada com itérbio (acrônimo de sua designação em inglês: <i>"Ytterbium-Doped Fiber Laser"</i>)
SBS	Espalhamento estimulado de <i>Brillouin</i>
SRS	Espalhamento estimulado de <i>Raman</i>
sccm	Standard cubic centimeters per minute
TMI	Instabilidade dos modos eletromagnéticos transversais
PD	Fotossensibilidade
PCVD	Plasma Chemical Vapour Deposition
OVD	Outside Vapour Deposition
VAD	Vapour Axial Deposition

LISTA DE SÍMBOLOS

θ	Em coordenadas cilíndricas representa o ângulo
z	Em coordenadas cilíndricas representa a distância ao longo do eixo z
ε_0	Constante de permissividade elétrica no vácuo
μ_0	Constante de permeabilidade magnética no vácuo
c	Velocidade de propagação da luz no vácuo
n_{co}	Índice de refração do <i>core</i>
n_{cl}	Índice de refração do <i>cladding</i>
n_{ef}	Índice de refração efetivo do <i>core</i> da fibra
δn_{ef}	Variação do Índice de refração efetivo do <i>core</i> da fibra
r	Refletividade da rede
t	Transmissividade da rede
R_f	Reflexão de Fresnell
N_A	Abertura numérica
β_k	Constante de propagação do modo k
λ	Comprimento de onda da luz
λ_L	Comprimento de onda UV do laser
λ_p	Comprimento de onda da luz de bombeio
λ_s	Comprimento de onda da luz do sinal laser
θ_i	Ângulo de luz incidente
θ_m	Ângulo de luz difratado
LP	Modo linearmente polarizado
TE	Modo de propagação transversal elétrico
TM	Modo de propagação transversal magnético
ω	Frequência angular
$\vec{\xi}_j$	Modo transversal do campo
κ	Condutividade térmica
N_T	Densidade total de íons de itérbio
$P_p^\pm(z)$	Potência de bombeio
$P_s^\pm(z)$	Potência do sinal
L	Comprimento da fibra
I	Intensidade do laser no foco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
1.1	Contextualização	19
1.2	Objetivos	21
1.2.1	Objetivo Geral	21
1.2.2	Objetivos específicos	21
1.3	Formulação do problema e esboço da solução	21
1.4	Estrutura do Trabalho	22
2	ESTUDO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FIBRAS ÓPTICAS	24
2.1	Introdução ao Capítulo	24
2.2	Revisão Bibliográfica	24
2.2.1	Propriedades das fibras ópticas	24
2.2.2	Processo de produção de fibras ópticas	27
2.2.3	A técnica MCVD para a produção de preformas de fibras ópticas de sílica	30
2.2.4	A técnica da solução dopante (SPD) para a preparação das preformas	31
2.2.5	A técnica da dopagem na fase de vapor utilizando quelatos	36
2.2.6	Comparação entre as técnicas da solução dopante e a de quelatos na fase vapor	41
2.3	Conclusão do capítulo	41
3	ESTUDO NUMÉRICO DE PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS APLICADO A EFICIÊNCIA DA REAÇÃO MCVD	42
3.1	Introdução ao Capítulo	42
3.2	A eficiência da reação MCVD	42
3.3	O modelo de fluidodinâmica computacional	43
3.4	O Planejamento Experimental	44
3.4.1	Planejamento Composto Central	45
3.4.2	O Método da Superfície de Resposta	46
3.5	Materiais e métodos	46
3.5.1	Planejamento experimental	47
3.5.2	Modelagem computacional do processo MCVD	47

3.6	Resultados e Discussão	48
3.6.1	O planejamento experimental	48
3.6.2	Construindo o modelo empírico	50
3.6.3	Superfícies de resposta	54
3.7	Conclusão do Capítulo	57
4	METODOLOGIA DE MEDIÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO EM PREFORMAS	59
4.1	Introdução ao Capítulo	59
4.2	Revisão Bibliográfica	59
4.2.1	Função de deflexão	59
4.3	Materiais e métodos	64
4.4	Resultados e Discussão	67
4.5	Conclusão do Capítulo	75
5	CONCLUSÃO	76
	REFERÊNCIAS	78

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento do laser permitiu um rápido incremento tecnológico desde o seu início, mas foi com o advento da fibra óptica que esta tecnologia obteve sua maior ascensão. No caso do laser de fibra, o meio ativo utilizado é a fibra óptica, comumente dopada com elementos de terras raras como o Érbio (Er), Itérbio (Yb), Neodímio (Nd), entre outros. A dopagem é um processo de introdução de um elemento químico para mudar as propriedades de um material. Esse processo é relevante devido ao fato desses elementos possuírem um ciclo óptico com alta eficiência energética (alta eficiência quântica), permitindo utilizar o laser de fibra como uma fonte geradora de laser mais barata, comparada aos lasers de diodo, e ainda assim produzir uma saída com alta potência (PASCHOTTA et al., 1997; ZERVAS; CODEMARD, 2014)

O laser de fibra óptica dopado com terras raras, particularmente com itérbio (Yb), desempenha um papel fundamental em diversas aplicações tecnológicas, destacando-se por sua alta eficiência, versatilidade e ótima qualidade de feixe. O Yb, como dopante, oferece características espectrais favoráveis que permitem a operação em comprimentos de onda em torno de 1 μm , otimizando a amplificação de sinais em sistemas de telecomunicações e em laser de alta potência. Além disso, a capacidade do Yb de ser excitado por fontes de bombeamento de baixa potência contribui para a miniaturização e a redução de custos em dispositivos laser. As propriedades de emissão de luz do Yb possibilitam também sua utilização em áreas como sensoriamento remoto, medicina a laser e processamento de materiais, evidenciando sua relevância não apenas no contexto acadêmico, mas também em aplicações industriais e comerciais. Dessa forma, o laser de fibra óptica dopado com Yb representa uma inovação significativa na engenharia óptica, promovendo avanços em comunicação e tecnologias emergentes. O processo de fabricação das fibras ópticas é parte fundamental das características do laser de fibra que se pretende produzir a partir deste trabalho. Esse processo consiste basicamente em três etapas: a fabricação da preforma, seu puxamento, permitindo a conformação da fibra e a sua análise. A fabricação da preforma emprega uma ampla gama de possibilidades e desafios, uma vez que as variáveis do processo, os materiais e dopantes utilizados, bem como suas interações, orientam de maneira fundamental as propriedades da fibra óptica que será formada. Em referência ao processo de preparação da preforma, a técnica amplamente utilizada na indústria e em pesquisas é classificada como MCVD (*Modified Chemical Vapour Deposition*), ao qual será

utilizada para o desenvolvimento desse trabalho. Sabendo da complexidade desse processo de produção, especialmente para fibras dopadas com terras raras, que o mesmo é tratado como segredo industrial e um reduzido número de grupos de pesquisa possuem domínio sobre essa tecnologia, conhecer o comportamento das diversas variáveis associadas a esse processo de fabricação é fundamental para o atingimento das propriedades da fibra óptica de interesse. Para mitigar o custo, reduzir o tempo de desenvolvimento e aumentar a assertividade do processo experimental, simulações numéricas se apresentam como uma ferramenta muito interessante nesse aperfeiçoamento. O método da Fluidodinâmica Computacional permite simular, dentro de um domínio, campos de concentração, temperatura e velocidade, além das interações dos parâmetros que serão utilizados no processo, baseado nas leis de conservação de massa e energia. Adicionalmente, a metodologia de planejamento de experimentos visa conhecer a resposta de um processo para uma determinada combinação de variáveis, permitindo a geração de modelos empíricos e superfícies de resposta com um reduzido número de experimentos. Associar essas duas ferramentas computacionais para prever a eficiência da reação de produção de fibras ópticas, permitindo combinar os parâmetros que serão utilizados no processo experimental contribuirá sobremaneira no domínio da tecnologia, com grande economia de recursos financeiros, humanos e ambientais.

1.1 Contextualização

O presente trabalho está inserido dentro de um projeto institucional que tem o objetivo de desenvolver tecnologia fotônica, direcionada para as associações tecnológicas de fibras ópticas, em território nacional. Dentro desse contexto, um grupo de trabalho está sendo formado e diversos projetos acadêmicos vêm sendo desenvolvidos, de maneira complementar, para o atingimento desse objetivo.

De maneira sucinta, seguem os resumos dos trabalhos que são de domínio público e que fazem parte do contexto do presente trabalho.

Para o desenvolvimento do modelo numérico, um dos pesquisadores do grupo utilizou um código de Dinâmica dos Fluidos Computacional (CFD) para resolver um modelo numérico de estado estacionário do processo MCVD, permitindo uma análise das condições operacionais e seus impactos na deposição de partículas. Para isso, determinou-se numericamente a eficiência termoforética no processo de deposição química em fase vapor modificada (MCVD) sob condições específicas de temperatura e campo de velocidade no tubo de deposição de sílica.

Para entender a propagação de feixes laser de alta potência, como o que pretendemos desenvolver, outro pesquisador do grupo desenvolveu uma formulação analítica e uma modelagem computacional para a propagação de feixes de lasers contínuos de alta potência através da atmosfera, abordando fenômenos como o *thermal blooming* e a cintilação, que degradam a propagação. A modelagem utilizou as equações de *Navier-Stokes* acopladas à equação paraxial, além de um modelo de tela de fase para representar a turbulência óptica com base na teoria de *Kolmogorov*. O *thermal blooming* foi modelado pelo acoplamento entre as equações de conservação de massa, momento e energia e a equação paraxial, enquanto a turbulência óptica foi tratada de forma estocástica. Os resultados numéricos foram apresentados variando parâmetros como a potência do laser, o nível de turbulência e o diâmetro do feixe.

Outro pesquisador estabeleceu um processo tecnológico para que seja possível projetar, construir e caracterizar redes de Bragg gravadas em fibra óptica de sílica, com o controle da refletividade, da transmissão e da largura de banda, para ser aplicada em lasers de fibra de itérbio, em regime contínuo, com potências superiores a 1 kW. Para tanto, desenvolveu um modelo teórico da propagação eletromagnética nas redes de Bragg utilizando a Teoria do Acoplamento de Modos, com soluções para casos simples e complexos, utilizando-se modelos computacionais para análise da resposta espectral da refletividade, transmissividade e largura de banda.

Em outro trabalho foi desenvolvido um modelo teórico baseado na formulação da matriz densidade para a susceptibilidade elétrica complexa do problema a dois fótons (absorção e emissão laser). Foi também, a partir da equação geral dos campos eletromagnéticos dos sinais de bombeamento e laser, que interagem com o sistema quântico de três níveis formado por um ensemble de átomos de íons de itérbio (Yb^{+3}), desenvolvido um modelo simplificado que para permitir acoplar as equações de taxa com a dinâmica térmica, que considera a remoção de calor da fibra óptica. Os modelos desenvolvidos foram aplicados ao estudo de lasers de fibra óptica de alta potência dopada com itérbio de revestimento duplo (YDCFL), operando em regime contínuo com potências de quilowatts, no comprimento de onda de $\lambda = 1018nm$.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Dentro desse contexto, de produzir lasers de fibra de alta potência, o objetivo do presente trabalho busca propor uma rota tecnológica que permita produzir preformas de sílica dopadas através do método MCVD, fazendo uso de dados disponíveis na literatura juntamente com simulações numéricas, ferramentas para otimização dos experimentos e desenvolvimento da análise fundamental ao processo. Espera-se que os resultados contribuam para a redução de custos, tempo e impacto ambiental nos processos experimentais, com a metodologia podendo ser aplicada em todo o desenvolvimento tecnológico relacionado.

1.2.2 Objetivos específicos

- Fazer uma revisão da literatura sobre os principais métodos de produção de fibras ópticas, e fibras ópticas dopadas;
- Fazer o levantamento dos parâmetros de processo mais utilizados para produção de fibras ópticas de alta potência dopadas com Yb pelo método MCVD;
- Utilizar os dados levantados em simulações numéricas já desenvolvidos para avaliar a interação e a resposta para eficiência da reação MCVD;
- Fazer a proposição de um modelo matemático direcionado para orientar os primeiros experimentos com base nos parâmetros de processo levantados na literatura e simulados por CFD tendo como resposta a eficiência da reação MCVD;
- Aplicar uma metodologia experimental de análise do índice de refração das preformas que possa ser utilizado nas preformas produzidas pelo método MCVD.

1.3 Formulação do problema e esboço da solução

O processo de produção de fibras ópticas, especialmente as fibras ópticas ativas ainda é tratado como segredo industrial e de domínio tecnológico de poucos grupos de pesquisa ao redor do mundo.

Considerando que nos tempos atuais, especialmente após a pandemia de 2020, vivemos um período de reorganização da geopolítica dos meios de produção mundial, em especial no que tange produtos base da chamada tecnologia crítica, ou seja, aqueles que

são indispensáveis para o desenvolvimento tecnológico de áreas estratégicas das nações, como saúde, defesa, telecomunicações, tecnologia da informação, entre outros.

Dentro desse contexto estão inseridas as fibras ópticas dopadas, pois além de terem uma ampla gama de aplicações em todas as áreas acima citadas, seu rápido incremento tecnológico nos últimos anos demonstra que existe uma corrida mundial pelo domínio tecnológico desse setor, e que os investimentos realizados em um passado recente estão colocando poucos centros de pesquisa na vanguarda desse desenvolvimento.

Atuando nesse cenário, um grupo de pesquisa esta sendo estruturado para desenvolver essa tecnologia a nível nacional, no qual esse projeto esta inserido. Considerando também que a capacidade de produção de fibras ópticas ativas, em especial as dopadas com Yb, tenham na produção da preforma o *core* desse desenvolvimento tecnológico, o presente trabalho visa direcionar os experimentos que serão realizados tão logo os equipamentos e insumos do processo MCVD estejam disponíveis.

Visando reduzir custos e acelerar a curva de aprendizado, este trabalho propõe um modelo matemático, baseado nas simulações em CFD e orientados pelo planejamento de experimentos que possa ser validado experimentalmente e que norteará os parâmetros de processo primeiros experimentos.

Adicionalmente, após as primeiras preformas estarem prontas, é necessário um método de análise que permita comparar as variáveis experimentais utilizadas com vistas ao atingimento do resultado desejado, para isso, foi detalhado o método de análise do perfil do índice de refração.

1.4 Estrutura do Trabalho

Este trabalho está organizado em **quatro** capítulos. O primeiro capítulo introduz o tema proposto, destacando o contexto tecnológico em que está inserido. Assim, oferece uma análise do objetivo principal, juntamente com os objetivos específicos que se pretende atingir nesta pesquisa, além de abordar a literatura relevante, destacando as principais referências que sustentam o escopo deste estudo. Além disso, foi feita a formulação do problema proposto e apresentada uma visão geral da solução que será desenvolvida neste trabalho.

No Capítulo 2 apresenta-se uma Fundamentação Teórica sobre as principais características das Fibras Ópticas bem como os métodos de produção difundidos na literatura, juntamente com os processos de dopagem mais utilizados pelos grupos de pesquisa.

No Capítulo 3, foi realizado um conjunto de simulações numéricas do tipo fluido-dinâmica computacional, orientados por uma metodologia de planejamento de experimentos, visando conhecer o comportamento de algumas variáveis do processo que podem ser ajustadas experimentalmente, tendo como resposta a eficiência do processo MCVD.

No Capítulo 4 foi elucidada a etapa de análise de preformas, onde foi realizada a medição do índice de refração em preforma com a utilização do equipamento Photon Kinects 2650. A medida da distribuição do índice de refração transversal é um parâmetro experimental significativamente importante tanto para o desenvolvimento de novos materiais ópticos, quanto no controle de qualidade de linhas de produção de fibras ópticas. Parte da relevância dessa análise se dá pela avaliação de uma importante propriedade da preforma que está sendo preparada e se está alinhada ao perfil esperado, isso previamente a etapa de puxamento, permitindo economia financeira e um incremento do monitoramento do processo.

No Capítulo 5 foi apresentada uma conclusão do trabalho e a sugestão para trabalhos futuros.

2 ESTUDO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE FIBRAS ÓPTICAS

2.1 Introdução ao Capítulo

O desenvolvimento do processo de produção de fibras ópticas de alta potência dopadas com terras raras é essencial para o avanço das tecnologias de comunicação e laser. Essas fibras são capazes de transmitir sinais de luz com uma eficiência e capacidade de potência significativamente superiores às fibras convencionais, tornando-se fundamentais em aplicações como telecomunicações, laser, sensores e sistemas de imagem. A dopagem com elementos de terras raras, como o érbio e o itérbio, potencializa as propriedades ópticas, permitindo a amplificação do sinal e a miniaturização de dispositivos. À medida que a demanda por dados e conectividade cresce, compreender e otimizar esses processos de produção se torna crucial para o desenvolvimento de soluções mais robustas e eficientes. Além disso, o domínio dessa tecnologia abre caminhos para inovações em diversos setores, incluindo medicina e defesa, ressaltando a importância estratégica do estudo das fibras ópticas dopadas. Com isso, a pesquisa nessa área não apenas impulsiona o progresso tecnológico, mas também contribui para a competitividade no cenário global.

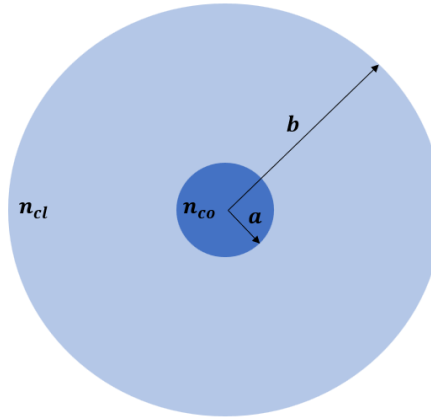
2.2 Revisão Bibliográfica

2.2.1 Propriedades das fibras ópticas

Fibras ópticas são guias de onda dielétricos constituídos por um núcleo central e um revestimento externo, ambos com índices de refração distintos. A propagação da luz ao longo do núcleo ocorre por meio do fenômeno da reflexão interna total, possibilitado pela diferença de índice de refração entre o núcleo e o revestimento.

Um modelo simplificado e amplamente utilizado para descrever a distribuição do índice de refração nessas estruturas é o perfil em degrau. Nesse modelo, o índice de refração varia abruptamente na interface entre o núcleo e o revestimento, sendo caracterizado por um núcleo com índice de refração n_{co} e um revestimento com índice de refração n_{cl} ligeiramente menor. A Eq. [2.1] apresenta a expressão matemática que descreve esse perfil, sendo fundamental para a análise teórica e simulação numérica do comportamento da luz em fibras ópticas.

Figura 1 – Representação gráfica do corte transversal da fibra óptica com índice de refração do tipo degrau com $n_{co} > n_{cl}$



$$n = n(r) = \begin{cases} n_{co}, r \leq a \\ n_{cl}, r > a \end{cases} \quad (2.1)$$

onde a representa o raio do núcleo da fibra óptica, n_{co} e n_{cl} são os índices de refração do *core* e *cladding*, respectivamente, e b o diâmetro total da fibra.

As fibras ópticas, com base em sua capacidade de suportar múltiplos caminhos de propagação da luz, podem ser categorizadas em fibras multimodo e monomodo. Enquanto as fibras multimodo permitem a coexistência de diversos modos de propagação, as fibras monomodo restringem a propagação a um único modo fundamental. A condição essencial para a propagação da luz ao longo do núcleo da fibra é a ocorrência de reflexões internas totais, um fenômeno óptico regido pela Lei de Snell.

A capacidade de uma fibra óptica de suportar múltiplos modos de propagação é inversamente proporcional ao diâmetro do núcleo e ao comprimento de onda da luz incidente. A redução do diâmetro do núcleo ou o aumento do comprimento de onda resulta em um menor número de modos permitidos. A abertura numérica (NA), um parâmetro fundamental das fibras ópticas, representa o seno do maior ângulo de incidência que um raio luminoso pode ter para sofrer reflexão interna total no core da fibra. Conforme ilustrado na Figura 2, raios incidentes com ângulos superiores ao determinado pela abertura numérica não são confinados ao core, propagando-se como radiação e não sendo guiados pela fibra.

$$N_A = \sin \theta_i = \frac{n_{co} \cos \alpha}{n_{ar}} = \frac{\sqrt{n_{co}^2 - n_{cl}^2}}{n_{ar}} \quad (2.2)$$

O índice de refração relativo, um parâmetro intrínseco às fibras ópticas, quantifica a diferença entre os índices de refração do núcleo e do revestimento. Essa propriedade está

intimamente ligada à abertura numérica da fibra, influenciando diretamente sua capacidade de capturar e guiar a luz. Fibras com baixo índice de refração relativo, ou seja, com pequena diferença entre os índices de refração do núcleo e do revestimento, são amplamente empregadas em diversas aplicações. A relação entre o índice de refração relativo e os índices de refração do núcleo (n_{co}) e do revestimento (n_{cl}) pode ser expressa pela Eq.(2.3)

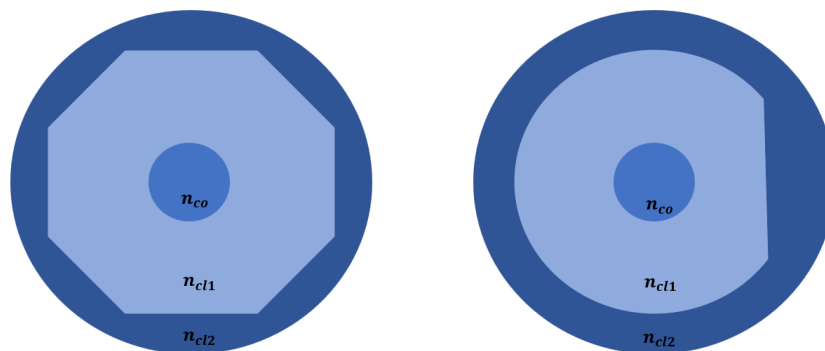
$$\Delta = \frac{n_{co}^2 - n_{cl}^2}{2n_{co}^2} \approx \frac{n_{co} - n_{cl}}{n_{co}} \ll 1. \quad (2.3)$$

A condição de guiagem fraca, descrita pela Eq.(2.3), possibilita a aproximação de modos lineamente polarizados (LP), nos quais os campos elétricos e magnéticos são predominantemente transversais. Essa aproximação simplifica a análise teórica e permite o projeto de fibras ópticas com propriedades específicas.

Fibras padrão, com núcleo de $8 \mu\text{m}$ e *cladding* de $125 \mu\text{m}$, são amplamente utilizadas em telecomunicações devido à sua facilidade de fabricação e baixo custo. No entanto, para aplicações em lasers de fibra de alta potência, o pequeno diâmetro do núcleo pode limitar o desempenho devido a efeitos não lineares intensificados.

Para superar essa limitação, foram desenvolvidas as fibras *double-cladding*, com um núcleo central envolto por dois revestimentos concêntricos. Essa configuração permite que a radiação de bombeamento seja lançada no primeiro revestimento, aumentando a área de interação com o núcleo e reduzindo a densidade de potência, mitigando assim os efeitos não lineares. A utilização de diferentes geometrias para o revestimento interno otimiza a captura da luz de bombeamento, garantindo uma alta abertura numérica sem comprometer a qualidade do modo fundamental no núcleo, como exemplificado na Figura 2

Figura 2 – Exemplos de seções transversais de fibras com duplo revestimento, $n_{co} > n_{cl1} > n_{cl2}$.



Fonte: Nacaratti, D.P., 2023

A tecnologia dos lasers e amplificadores de fibra óptica tem como pilar funda-

mental a dopagem de fibras com íons de terras raras, como neodímio (Nd^{3+}), érbio (Er^{3+}), itérbio (Yb^{3+}) e túlio (Tm^{3+}). A primeira demonstração experimental de um amplificador de fibra óptica, utilizando sílica dopada com Nd^{3+} , ocorreu em 1964, segundo (KOESTER; SNITZER, 1964). Em seguida, a dopagem com Er^{3+} e Yb^{3+} foi explorada. O íon érbio, em particular, tem sido amplamente utilizado em sistemas de comunicação óptica, devido à sua capacidade de amplificar sinais nas bandas de 1330 nm e 1550 nm. Por outro lado, o íon itérbio se destaca pela alta potência de saída que proporciona, além de uma ampla faixa de amplificação, compreendida entre 975 nm e 1200 nm. Essas características tornam a dopagem com itérbio particularmente atrativa para diversas aplicações, superando algumas limitações encontradas em outros tipos de dopagem.

2.2.2 Processo de produção de fibras ópticas

O processo de fabricação das fibras ópticas é parte fundamental das características do laser de fibra que será produzido, após o puxamento. A seguir, faremos uma revisão dos métodos mais utilizados para produção de fibras ópticas e fibras ópticas dopadas, seguido por uma revisão das ferramentas computacionais que serão empregadas no objetivo proposto. Os lasers de fibras, em particular aqueles dopados com os íons Yb^{3+} , têm se mostrado capazes de disponibilizar níveis de potência, em operação contínua, em uma escala jamais vista (ZERVAS; CODEMARD, 2014). Este fato decorre de vários fatores conjugados, como explicado em seguida. Um dos fatores se dá pela possibilidade do emprego de lasers a diodo para o bombeamento óptico da fibra, de alta potência, o qual possibilita a emissão na região espectral do infravermelho próximo, tipicamente, 976 nm; Outro fator está associado aos íons Yb^{3+} que dopam as matrizes vítreas, estes apresentam um pequeno desvio de Stokes, e como consequência, baixa perda de energia no ciclo óptico que permite operação com reduzida a carga térmica. Como característica, temos o bombeamento óptico distribuído ao longo da direção axial da fibra. Na configuração de fibras denominadas de duplo revestimento (revestimento interno e externo), o feixe de bombeio se propaga nas regiões do revestimento interno e no núcleo da fibra. Já o modo de propagação do feixe laser se propaga confinado à região do núcleo. Essa configuração de bombeamento axial possibilita uma distribuição da carga térmica ao longo do comprimento da fibra. A alta tecnologia desenvolvida para a construção de componentes de integração óptica, construídos em fibras ópticas, permitindo flexibilizar acopladores, divisores, espelhos (redes de Bragg), e demais elementos de seleção de frequência e de conformação espacial do feixe por meio de técnicas consolidadas e disponíveis.

Por fim, os sistemas de fibras ópticas de sílica, dopadas com íons Yb^{+3} , apresentam bandas largas, tanto de absorção como de emissão, flexibilizando os sistemas de bombeamento e permitindo com que estes lasers atuem em vários comprimentos de onda e até com geração de pulsos ultracurtos, limitados pela sua largura de banda de emissão.

Devido às características acima mencionadas, os lasers de fibra óptica dopados com íons Yb^{+3} , monomodo, bombeados com lasers de diodo, têm atraído considerável atenção, na última década, dos pesquisadores em vista das aplicações na indústria e na área médica. Isto se deve às suas características excepcionais dos lasers de fibra, tais como: elevado brilho, elevada eficiência, compacticidade, e qualidade do feixe, quando essas são comparadas com os tradicionais lasers a gás e de estado sólido.

Considerando que o incremento tecnológico permite um aumento na potência de saída dos lasers de fibra, o escalonamento do nível de potência não é imediato, em função de atingir determinados limiares de efeitos não lineares. Basicamente, estes efeitos não lineares podem ser identificados como:

- Espalhamento estimulado de *Brillouin* (SBS);
- Espalhamento estimulado de *Raman* (SRS);
- Instabilidade dos modos eletromagnéticos transversais (TMI); e
- Fotossensibilidade, (PD).

Os espalhamentos estimulados de *Brillouin* e de *Raman* que ocorrem em fibras ópticas são fenômenos relacionados com a interação do campo óptico do laser com os modos de excitação vibracionais da sílica, SiO_2 . O espalhamento de *Brillouin* está associado à interação do campo laser de bombeio que gera uma onda acústica devido ao fenômeno da eletrostrição. A onda acústica gerada, por sua vez, modula o índice de refração da fibra óptica. Esta modulação do índice de refração atua de maneira similar a uma rede de difração. A frequência da luz espalhada é deslocada para baixo (*downconverter*), sendo este descolamento, relacionado com a diferença de frequência entre a frequência de laser de bombeio e o desvio Doppler associado com a onda velocidade acústica das vibrações mecânicas do retículo. No Espalhamento *Raman*, a radiação eletromagnética interage com a matéria através de seu campo elétrico, levando-a até um estado virtual, assim chamado por não corresponder a um autoestado da molécula. Nesse estado virtual a molécula atinge um estado vibracional de diferente energia. Esse fenômeno é também conhecido como

espalhamento inelástico da luz. Essa interação pode resultar tanto em um fóton de menor energia, quanto em um fóton de maior energia. No primeiro caso, o fóton incidente encontra a molécula em um estado vibracional fundamental e o fóton espalhado a deixa em um estado vibracionalmente excitado, a diferença de energia entre o fóton incidente e o espalhado corresponde, portanto, à energia necessária para excitar esse nível vibracional (FARIA; SANTOS; GONÇALVES, 1997).

Uma importante característica de ambos os tipos de espalhamentos é que eles dependem de um determinado limiar, isto é, para que ocorra conversão significativa de energia da potência laser de bombeio, sendo que uma vez atingido, estes fenômenos atuam como sorvedores da radiação laser.

O fenômeno da instabilidade dos modos transversais foi, primeiramente, reportado entre os anos de 2010 e 2011. Os autores naquela época observaram como um feixe de laser Gaussiano de alta potência, de sistema de laser de fibra subitamente, excitou modos transversais superiores e iniciou a flutuar, uma vez que um determinado limiar de potência média foi atingida, (EIDAM et al., 2010)(EIDAM et al., 2011)

As observações experimentais sugerem que o TMI é o resultado de um efeito não linear termicamente induzido, que leva a transferência de energia entre diferentes modos ortogonais transversais em uma fibra óptica. Contudo, a causa deste fenômeno ainda causa controvérsia entre os especialistas,(JAUREGUI; STIHLER; LIMPET, 2020).

Por fim, o efeito deletério da fotossensibilidade, também, provoca a redução da potência de saída do laser, devido a um aumento da temperatura da fibra. Em particular, a fotossensibilidade é um fenômeno que resulta em uma progressiva perda da transparência de uma fibra óptica dopada com Yb^{3+} , em operação laser, com o passar do tempo, (ENGHOLM et al., 2021).

Fisicamente, a fotossensibilidade ocorre devido à formação de centros de cor na sílica, que é material básico da fibra óptica. Centros de cor são defeitos cristalográficos no qual uma lacuna em uma rede cristalina é ocupada por um ou mais elétrons. A presença de elétrons nas vacâncias geram distorções na rede cristalina e tendem a absorver luz no espectro visível. Outra razão que pode ser atribuída a formação desses centros de cor deve-se à redução de Yb^{3+} para Yb^{2+} , ou ainda da formação de aglomerados de Yb devido a baixa homogeneidade, bem como da formação de centros de deficiência de oxigênio (ODC). Esse fenômeno ocorre quando a energia de excitação no meio laser é suficientemente alta para permitir a excitação dos íons para uma posição intersticial diferente da original.

Adicionalmente, a formação dos centros de cor é dependente da temperatura. (PERETTI; GONNET; JURDYC, 2012) (PASCHOTTA et al., 2008).

Os centros de cor são, permanentemente, danosos e seus espectros ficam localizados no visível, mas com uma extremidade do espectro de absorção, que é significativa até as regiões de comprimento de ondas de $1,1 \mu\text{m}$. Os centros de cor absorvem tanto a luz de bombeio quanto a luz do laser, reduzindo desta forma a eficiência de conversão da fibra ativa, podendo gerar um excesso de calor na fibra. A fotossensibilidade é um fenômeno que depende da rota tecnológica empregada na fabricação da fibra dopada.

Todos os efeitos não-lineares podem ser mitigados, em algum grau, pelo controle da concentração de co-dopantes, tais como o óxido de alumínio, Al_2O_3 e o óxido de fósforo, P_2O_5 . O Al_2O_3 tem a propriedade de aumentar a solubilidade do óxido de itérbio nos vidros à base de sílica, SiO_2 , enquanto que o P_2O_5 tem a propriedade de elevar o limiar da fotossensibilidade. Esta combinação forma os vidros denominados de aluminofosfossilicatos, representado por $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$. Esta co-dopagem contribui, conforme mencionado, para elevar a solubilidade dos íons de Yb^{+3} na matriz vítrea e também, reduzir os problemas relacionados com a fotossensibilidade na fibra final. Outro ponto a ser considerado é a qualidade óptica da fibra dopada a fim de atender ao requisito de propagação em modo único. Isto pode ser conseguido se for mantido uma abertura numérica (NA) reduzida. Neste sentido a co-dopagem com $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5$ contribui para a manutenção do índice de refração quando essa for dopada com Yb_2O_3 .

Basicamente, o processo de fabricação de fibras ópticas consiste em três etapas: a fabricação da preforma, seu puxamento, permitindo a conformação da fibra e a sua análise, em particular, a determinação do perfil do índice de refração e análise elemental.

No que se segue, será apresentada uma visão geral das técnicas de fabricação e caracterização de preformas dopadas com Yb, para a produção de fibras ópticas com elevada qualidade óptica e capacidade de amplificação laser em níveis de potência de quilowatts.

2.2.3 A técnica MCVD para a produção de preformas de fibras ópticas de sílica

Comumente as preformas de sílica são produzidas segundo o processo de deposição química em fase vapor (CVD, *Chemical Vapour Deposition*), caracterizados pela deposição de sílica (SiO_2), gerada por meio de reações de oxidação de tetracloreto de silício (SiCl_4) e outros haletos metálicos, como o GeCl_4 e seguindo a vitrificação em substratos

dedicados de alta temperatura. A deposição pode ser classificada em MCVD (*Modified Chemical Vapour Deposition*), PCVD (*Plasma Chemical Vapour Deposition*), OVD (*Outside Vapour Deposition*) ou VAD (*Vapour Axial Deposition*). Esses processos se diferenciam quanto à deposição do material para formar a preforma, já que o processo de puxamento independe da forma de sua fabricação (FUJIWARA, 2009) (NAGEL; MACCHESNEY; WALKER, 1982).

O método para a produção de preformas mais difundido é o MCVD, patenteado nos laboratórios da Bell em conjunto com a AT & T, em 1974. O método consiste na deposição de camadas de sílica sobre a parede interna de um tubo de sílica fundida. Neste processo, o tubo é fixado nos mandris de um torno de vidro, posicionado na direção horizontal e mantido em rotação constante ao longo de seu eixo, enquanto que um sistema de fornecimento de gases de processo permite a admissão dos haletos metálicos em seu interior, utilizando oxigênio (O_2) como gás de arraste e processo. Um maçarico, alimentado com uma mistura de oxigênio-hidrogênio, fornece calor diretamente à parede externa do tubo, com movimento de translação ao longo da direção axial, permitindo que a reação de oxidação ocorra, o que produz partículas de SiO_2 que são imediatamente sinterizadas, no substrato, produzindo a preforma com o revestimento de sílica e o núcleo com camadas de sílica e germânia para controle do índice de refração. (FUJIWARA, 2009) (NAGEL; MACCHESNEY; WALKER, 1982).

Este processo pode ser modelado e controlado, com elevado grau de precisão, utilizando um sistema de equações formado pelas equações de transporte de massa, momentum e energia, para as espécies químicas envolvidas no processo.

2.2.4 A técnica da solução dopante (SPD) para a preparação das preformas

Uma das técnicas para a dopagem dos íons Yb^{+3} é aquela denominada técnica da solução dopante (SDT)¹, desenvolvida por (TOWNSEND; POOLE; PAYNE, 1987), em 1987, no Centro de Fibras Ópticas da Universidade de Southampton. Essa técnica foi, também, reportada por (MEARS et al., 1987), (FURUSAWA, 2003), (NGUYEN, 2004). A SDT consiste na imersão do tubo de substrato, após a deposição, não sinterizada, da camada de revestimento para parede interna do tubo substrato, em uma solução contendo o precursor do dopante a ser usado, de modo a permitir a impregnação dos íons de terras raras no núcleo da fibra.

Durante a deposição das camadas do núcleo, deve-se observar o controle da temperatura, para que a reação permaneça constante em todas as camadas de depósito e

ao longo da preforma. Temperaturas variáveis podem resultar em porosidades variáveis das camadas depositadas. Isso irá alterar a absorção de íons de terras raras durante a fase de dopagem por meio da solução, implicando na variação da concentração do material ativo, com as camadas e ao longo do comprimento da preforma (NGUYEN, 2004).

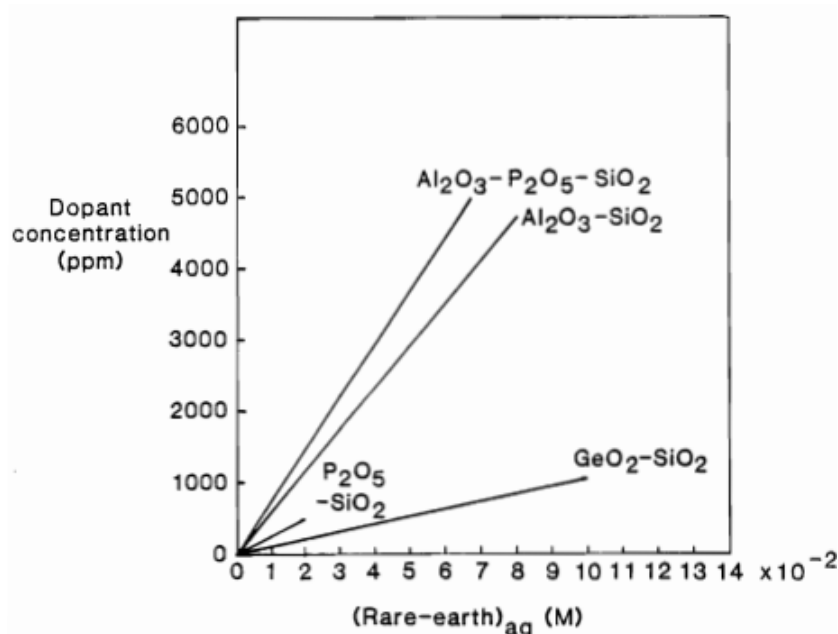
(MEARS et al., 1987) produziram fibras ópticas dopadas com terras raras pelo método SDT. As preformas foram fabricadas utilizando a técnica MCVD, com a adição de uma solução dopante. Primeiramente, as camadas de depósito para a formação do revestimento foram executadas (vidro de $P_2O_5-SiO_2$), em seguida, no mesmo processo foi realizado para deposição das camadas do núcleo usando uma temperatura reduzida, de modo a formar camadas de fuligem porosa não sinterizadas. O tubo foi, posteriormente, removido do torno de vidreiro e imerso por períodos de até 1 hora em uma solução aquosa contendo o precursor do dopante (concentração típica 0,1 M). Após a imersão, o tubo foi enxaguado com acetona para remover o excesso de água e recolocado no torno.

Devido à natureza aquosa da técnica de dopagem de solução, um processo de desidratação eficaz é essencial. A preforma foi, então aquecida a temperatura de cerca de 600 °C, utilizando o maçarico transversal, permitindo que o cloro gasoso fosse escoado através do tubo. Foi relatado bons resultados, utilizando uma razão de Cl_2/O_2 de 5:2 por um período de 30 minutos. A camada do núcleo foi, posteriormente, sinterizada, e a preforma foi colapsada da maneira usual.

(TOWNSEND; POOLE; PAYNE, 1987) divulgou um trabalho sobre o método de fabricação MCVD juntamente com SDT para fabricação de fibras ópticas dopadas com terras raras. Para permitir o uso da técnica de dopagem por solução, três estágios adicionais ao processo MCVD são necessários e foram detalhados pela autora. Após o processo de fabricação convencional, foi realizada a deposição da camada a ser dopada, tipicamente o núcleo, para isso, a temperatura do maçarico foi reduzida de modo a permitir a oxidação dos reagentes sem sinterizar a camada porosa depositada. A temperatura de deposição se apresenta como um parâmetro fundamental na formação desta camada, uma vez que ela deve ser suficientemente porosa para permitir a difusão dos íons dopantes e garantir um índice de refração adequado. A temperatura ótima de deposição variou de acordo com o substrato usado, sendo usada para deposição de camadas de sílica pura, a temperatura de 1200 °C. Para vidros GeO_2-SiO_2 foram usadas uma temperatura de deposição de 1325 °C, com fluxo de $SiCl_4$ a 100 cm^3/min . Para o vidros $P_2O_5 - SiO_2$ foi encontrada uma temperatura ótima de 1075 °C.

Na segunda etapa, o tubo de substrato foi removido do torno de vidro e mergulhado em uma solução diluída de íons dopantes, permitindo a difusão dos íons na camada porosa. Após completar a difusão, o excesso de solução foi removido e o tubo recolocado no torno. Em seguida foi realizada a etapa de secagem empregando técnicas do processo VAD. Após a camada de óxido dopado ser sinterizada, o tubo foi colapsado para a preforma de maneira usual. Para a etapa de imersão, o PH da solução dopante foi considerado um parâmetro não determinante no processo. Foi usada uma solução dopante a base de água, devido à boa solubilidade dos sais dopantes, da pureza e da facilidade em manipular esse solvente. A concentração de dopante na solução foi limitada em 4% molar. O gráfico da dependência da concentração da solução dopante com a concentração de íons de terras raras está apresentado na Figura 3

Figura 3 – Dependência da concentração de íons de terras raras na concentração da solução.



Fonte: Adaptado de (TOWNSEND; POOLE; PAYNE, 1987)

O processo de secagem se apresenta como essencial para o método proposto, uma vez que a presença de íons hidroxila, OH^- , na etapa de sinterização pode comprometer a qualidade das fibras produzidas. Para esta etapa, foi usada a temperatura de 600 °C com fluxo de Cl_2 de 500 cm^3/min , durante 30 minutos, período que pode se estender até 1 hora, sem nenhum prejuízo ao sistema. Para todos os experimentos, foram usados tubos de sílica com diâmetro externo de 20 mm e espessura de parede de 1,6 mm.

O trabalho publicado por(NGUYEN, 2004) apresentou as concentrações dos

dopantes de terras raras em fibras ópticas. Foram produzidas amostras por meio da técnica MCVD, usando 1400 °C, para deposição das camadas de revestimento e 1000 °C para deposição das camadas do núcleo. O uso da temperatura menor permitiu que as camadas do núcleo não fossem totalmente sinterizadas e, por consequência, as camadas 'fuliginosas' e porosas permitiram que as terras raras fossem absorvidas na fase de dopagem por solução. A etapa de dopagem por solução consistiu na remoção do substrato do torno, após a deposição das camadas de revestimento e núcleo, sendo preenchido com uma solução de metanol contendo sais de terras raras (por exemplo, $ErCl_3$). O tubo substrato permaneceu imerso, por tempo suficiente, para que as terras raras fossem impregnadas nos poros, tipicamente entre duas a três horas. Evidentemente, a concentração de dopantes pode ser ajustada variando a concentração de cloreto de terras raras na solução de álcool.

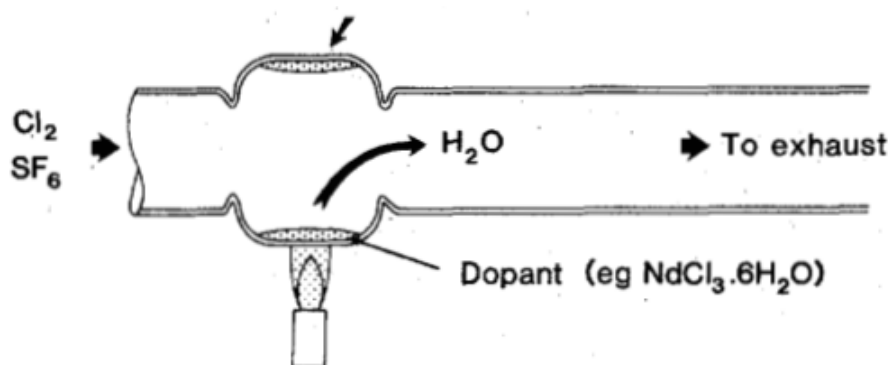
Após a drenagem da solução dopante, o substrato dopado foi adequadamente seco para remover qualquer solvente remanescente. Este procedimento se faz necessário no processo de dopagem da solução, pois a secagem incompleta resulta na criação de bolhas de ar durante a fase de fusão e aumento das perdas devido à absorção de OH^- . Depois de seco, iniciou-se a etapa de fusão e colapso. O aquecimento foi realizado de maneira gradual até à temperatura de fusão de 1400 °C, com objetivo de fundir as camadas do núcleo e tornar o substrato um tubo transparente. Posteriormente, a etapa de colapso foi realizada a 1500 °C.

(POOLE et al., 1986) propuseram um método alternativo, fabricando fibras ópticas com baixos níveis de dopagem. A proposta consistiu em uma alteração do MCVD, com etapas de secagem intermediárias, uma vez que as características higroscópicas dos precursores podem afetar a qualidade das fibras produzidas. O processo foi dividido em quatro etapas:

- Preparação e secagem dos cloretos de terras raras;
- Deposição da camada de revestimento;
- Deposição do núcleo e secagem; e
- Fusão do núcleo.

Para o processo de secagem do cloreto foi utilizado um tubo de quartzo padrão MCVD, com diâmetro externo de 25 mm e 1,5 mm de parede, para a adição do precursor do dopante na câmara do tubo de deposição, como mostrado na Figura 4.

Figura 4 – Câmara de transporte com a incorporação do dopante no tubo de substrato, mostrando a técnica de secagem para os cloretos de terras-raras.



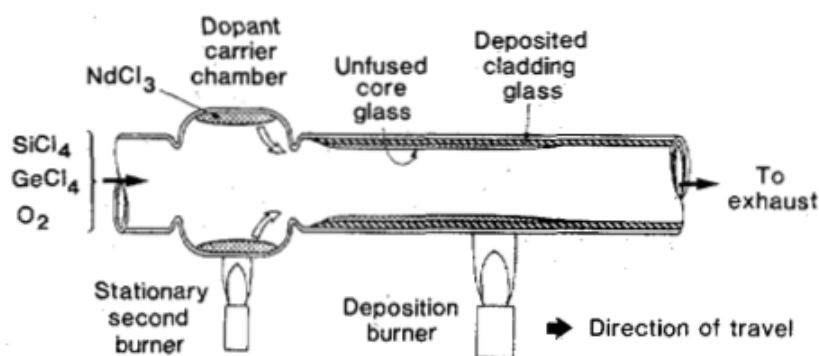
Fonte: Adaptado de (POOLE et al., 1986)

Essa câmara foi aquecida até atingir, cerca de 100 °C acima do ponto de fusão do dopante, com fluxo contínuo de um gás de secagem, Cl_2 ou SF_6 , em uma taxa de 1 L/min. Após resfriar, o dopante forma uma camada fundida anidra no interior da câmara de transporte. Este estágio de refino foi usado para desidratar totalmente os cristais dopantes e evitar partículas livres de OH^- passando pelo tubo durante a deposição subsequente. Segundo os autores, melhores resultados foram observados quando realizada uma segunda etapa de secagem previamente à deposição do núcleo.

A segunda etapa da fabricação consiste na deposição da camada de revestimento. Essa etapa se iniciou com a passagem do decapante do interior do tubo, com objetivo de arrastar resíduos de terras raras que podem ter ocorrido durante o refino, o decapante utilizado em fase gasosa, foi o SF_6 , a 1800 °C e 0,8 L/min. Um revestimento vítreo MCVD foi então depositado visando atingir a razão do diâmetro revestimento/núcleo maior que 7:1. Para este fim, os autores utilizaram uma combinação de SiO_2 - P_2O_5 -F, SiO_2 - B_2O_3 ou apenas SiO_2 .

A terceira fase refere-se à deposição da camada do núcleo onde consiste as maiores alterações propostas pelos autores, relativamente ao método tradicional MCVD. A câmara de transporte foi aquecida a uma temperatura acima de 1000 °C por um queimador estacionário para aumentar a pressão de vapor do cloreto de terras raras fundido. Durante a deposição do núcleo, os reagentes foram misturados com oxigênio e passaram através da câmara de dopagem aquecida, onde quantidades controladas de haletos de terras raras foram introduzidas ao fluxo de gás de transporte. Essa etapa do processo é apresentada na Figura 5.

Figura 5 – Estágio de deposição do núcleo para produção de fibras dopadas com terras raras.



Fonte: Adaptado de (POOLE et al., 1986)

A quarta e última etapa do processo de fabricação consistiu na secagem e fusão do núcleo, que ocorre após a deposição. A camada de núcleo porosa foi seca sendo aquecida a 900 °C por 30 minutos por um queimador transversal, com fluxo contínuo de cloro gasoso através do tubo (1 L/min). A camada não sinterizada foi então fundida para formar uma camada vítrea, com adição de hélio para evitar a formação de bolhas. Posteriormente, o colapso da preforma e o puxamento da fibra foram realizados de forma convencionais.

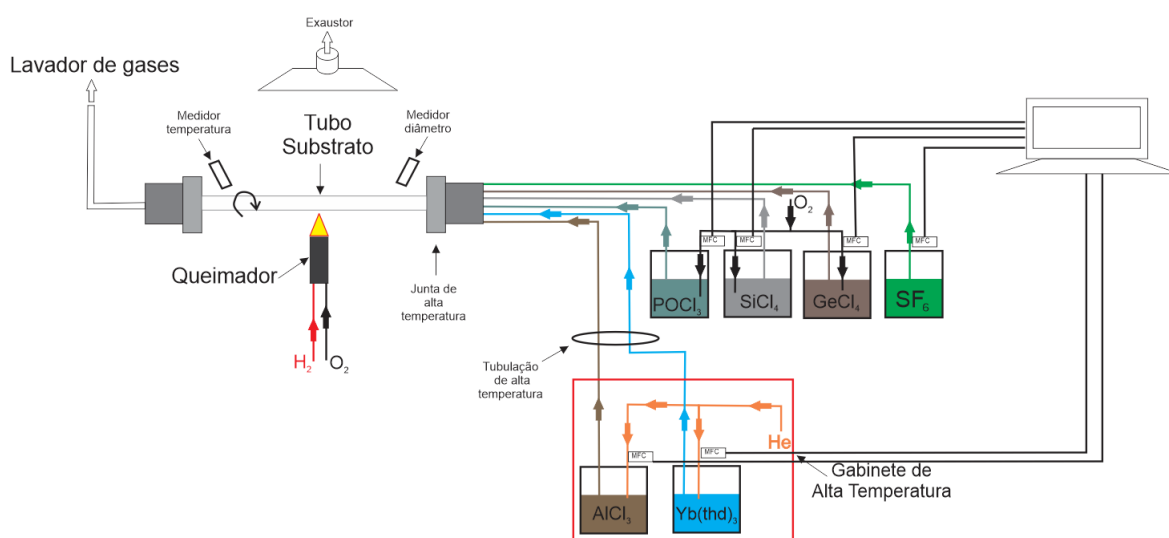
2.2.5 A técnica da dopagem na fase de vapor utilizando quelatos

(SAHA et al., 2016; SAHA et al., 2017; SAHA; SEN, 2018) publicaram uma série de artigos com a confecção de fibras ópticas dopadas com Yb utilizando o método denominado de VPCD (*vapour phase chelate delivery technique*) associada a técnica MCVD. O método de fabricação proposto utiliza a técnica de dopagem da fase vapor (VPD - *vapour phase doping*), sendo baseada na sublimação de compostos quelatos de terras raras em alta temperatura.

(CHOUDHURY et al., 2019) desenvolveram um processo de fabricação de fibras iniciando com a deposição de camadas de sílica pura dentro de um tubo de sílica de alta pureza (*Heraeus F-300* de 500 mm de comprimento e razão 20/17 mm entre os diâmetros), usando $SiCl_4$ (99,9999% *Yamanaka*) como precursor de sílica. A deposição foi realizada com gás hélio e oxigênio, mantendo a temperatura de deposição acima de 1850 °C. Após a deposição da camada de revestimento, as camadas do núcleo constituídas de $SiO_2-Al_2O_3-Yb_2O_3$ foram depositadas, onde Itérbio ($Yb(thd)_3$, *Strem Chemicals, USA*; 99.9% Yb) e $AlCl_3$ anidro (Alfa Aesar, USA; 99.999% Al) foram usados como sais precursores. Hélio foi usado como gás de arraste. A temperatura de deposição do núcleo foi mantida

na faixa de 1880 a 1900 °C. Após atingir o número desejado de camadas depositadas do núcleo, o tubo foi colapsado. Os autores reportaram uma abordagem bem sucedida, onde foi mantido fixo o fluxo de $O_2/SiCl_4$ e $He/Yb(thd)_3$ enquanto variou apenas o fluxo de $He/AlCl_3$. Os parâmetros de fluxo usados foram 120 sccm de $O_2/SiCl_4$, 4.1 a 70,8 sccm de $He/AlCl_3$ e 100 sccm de $He/Yb(thd)_3$. O modelo esquemático do processo de deposição apresentado é visto na Figura 6.

Figura 6 – Diagrama esquemático do sistema MCVD-VPD.



Fonte: Adaptado de (CHOUDHURY et al., 2019)

(SAHA et al., 2017) apresentaram outros experimentos visando correlacionar os parâmetros de processo da técnica VPD, com o tamanho e distribuição das partículas formadas. Os autores avaliaram a influência da temperatura de deposição e da composição da fase vapor com o tamanho e distribuição das partículas formadas. O estudo foi motivado pelo impacto dos parâmetros citados na reprodutibilidade do processo e nas características da fibra produzida. Observou-se que a formação e crescimento das partículas possui relação de dependência com o tempo de residência e, dessa forma, o fluxo total de gases foi mantido constante em todas as amostras, visando manter o tempo de residência igual. O estudo considerou que um tempo de residência de 0,1 segundo a uma temperatura acima de 1500 °C é suficiente para converter 100% do $SiCl_4$ em SiO_2 . Os experimentos foram realizadas com três composições distintas da fase de vapor, sendo (i) SiO_2 puro, (ii) $SiO_2-Al_2O_3$, e (iii) $SiO_2-Al_2O_3-Yb_2O_3$ a três temperaturas diferentes de 1500 °C, 1650 °C, e 1800 °C. Os materiais sólidos precursores foram aquecidos a temperaturas fixas de 140 °C para o Al e 220 °C para o Yb. O fluxo de He foi ajustado para fornecer 1,67% molar de $AlCl_3$ e 1,11%

molar de $Yb(thd)_3$ (em relação à mistura de gás de entrada). Todos os outros parâmetros de processo foram mantidos constantes, incluindo o fluxo de $SiCl_4$ (0,58 g/min), velocidade de deslocamento da chama (125 mm/min), fluxo total de gás (1 L/min), temperatura da fita de queimadores (260 +/-10 °C).

Em cada corrida, 15 camadas de partículas de fuligem foram depositadas. Foi observado que a temperatura ótima para produzir preformas de núcleo de grande diâmetro é maior que para a produção de preformas com núcleos menores. O estudo apresentou bons resultados em relação à homogeneidade das partículas de terras raras na matriz de sílica, usando uma temperatura de deposição próxima a 1800 °C.

Um método semelhante de fabricação foi exposto por (LI et al., 2016; HOU et al., 2016; LI et al., 2018). Esses autores demonstraram, também, um método bem sucedido de preparação de fibras ópticas dopadas com Yb e co-dopadas com cério (Ce), associando a técnica de deposição de quelato na fase vapor (CGPD - *chelate gas phase deposited technique*) ao uso do MCVD. As alternativas usadas pelos autores remetem a sublimação de materiais precursores, essencialmente quelatos, para a posterior deposição das camadas da fibra.

De modo a comparar a técnica da solução dopante com a técnica de dopagem utilizando quelatos na fase vapor, pode-se observar que na técnica da solução dopante é necessária uma etapa intermediária de desmontagem do tubo de substrato, a fim de impregnar a camada de sílica porosa depositada. Já na técnica de dopagem utilizando quelatos, é possível completar todo processo de fabricação da preforma e realizar as etapas de deposição e colapso de maneira ininterrupta, ou seja, sem a necessidade de retirar o tubo do torno (LI et al., 2016).

(LI et al., 2016) utilizaram MCVD aliada a técnica da dopagem com precursor de quelato orgânico OCDT (organic chelate precursor doping technique) para fabricar preformas de aluminossilicato co dopadas (Yb/Ce) a 1400 °C usando como materiais precursores compostos quelatos de Yb, $(Yb(thd)_3)$, de Ce, $(Ce(thd)_4)$ e $AlCl_3$ anidro. Todos foram aquecidos em sua temperatura de sublimação correspondente (100 - 250 °C) e reagidos com SiO_2 formando partículas de óxido, como Al_2O_3 , Yb_2O_3 e CeO_2 , e produzindo matéria em estado vítreo. O gás transportador usado foi He. Os vapores de $SiCl_4$ e SiF_4 foram transportados por gás O_2 e gases $He/O_2/Cl_2$ adicionais foram transportados através de três linhas diferentes para o tubo de substrato, permitindo uma mistura homogênea dos gases ao chegar à zona de deposição. Os gases do MCVD e os precursores volatilizados foram co-depositados

em tubos de sílica Heraeus F-300, com um comprimento de 500 mm e diâmetro de 28/24 mm na temperatura de 1400 °C, formando seguidas camadas porosas.

As camadas do núcleo poroso foram totalmente vitrificadas a 1900 °C e então o tubo de substrato foi colapsado a 2100 °C. Nesse experimento, os fluxos de $SiCl_4$ e os precursores volatilizados permaneceram inalterados. Os fluxos totais dos precursores volatilizados foram mantidos a 350 sccm e a proporção de $AlCl_3 / Yb(thd)_3$ foi de 5:1.

(HOU et al., 2016) publicaram uma técnica de fabricação de fibras de alumino-silicato dopadas com Yb/Ce utilizando a técnica CGPD. As reações das matérias primas com O_2 ocorreram no tubo de substrato à temperatura de 1850 °C e foram realizadas dez passagens de deposição.

(LI et al., 2016) publicaram uma investigação sobre a fabricação de fibras ópticas com dupla camada dopadas com Yb/Ce, com baixa perda óptica utilizando uma técnica otimizada para a deposição de quelato na fase vapor. Os parâmetros de processo utilizados foram os mesmos apresentados por (HOU et al., 2016).

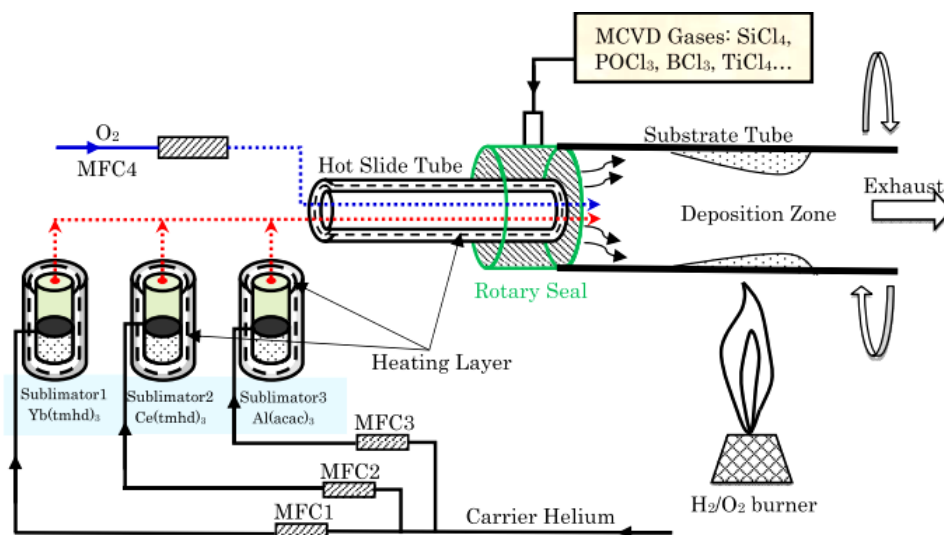
GUO et al (2020) (SHE et al., 2020) sugeriu uma técnica de fabricação de fibra de aluminosilicato dopadas com Yb/Ce utilizando a técnica de deposição de quelato na fase vapor a baixa temperatura (LT-CGPD). O trabalho utilizou parâmetros de processo semelhantes aos apresentados por LI et al (2017) e HOU et al (2018), com alterações na etapa de deposição, onde a temperatura usada foi 1350 °C e as camadas foram depositadas sob uma mistura gasosa com excesso de O_2 . Durante o processo de deposição, foi usada a técnica de compensação de interlaminar, onde foi realizado o ajuste do gradiente do fluxo a cada passagem de deposição, de forma a controlar o índice de refração e os elementos químicos do núcleo. Um menor número de passagem e uma temperatura mais baixa, também, foram usados no processo de colapso para suprimir a evaporação dos óxidos, especialmente do Al_2O_3 . A temperatura de colapso utilizada foi de 2050 °C.

LIN et al (2016, 2018, 2019) publicaram diversos estudos com resultados promissores usando a fabricação de fibras ópticas dopadas com Yb por meio da técnica MCVD associada a dopagem por quelato na fase vapor.

LIN et al. (2016) utilizaram a técnica de dopagem com precursor de quelato orgânico (CPDT - organic chelate precursor doping technique) e comparativamente a técnica de dopagem com haletos em fase gasosa, reportaram uma maior pressão de vapor saturado associada a uma menor temperatura de sublimação, fatores que favorecem a dopagem do núcleo da fibra com íons de terras raras. Reportaram, ainda, diversas vantagens na utilização

desse método de deposição, como a alta reprodutibilidade do processo, longo comprimento útil da preforma, camada de deposição do núcleo e índice de refração controláveis. Os autores publicaram, ainda, o teste da fibra produzida com aquela técnica, mensurada em um laser com uma potência de saída de 1,6 kW. O modelo esquemático da técnica apresentada segue na Figura 7.

Figura 7 – Diagrama esquemático da CPDT.

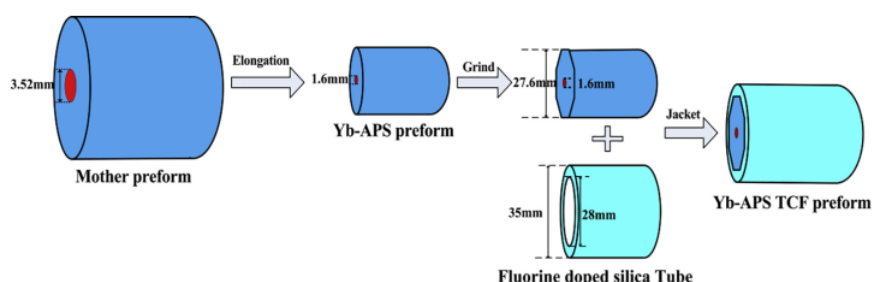


Fonte: Adaptado de (SHI et al., 2014)

(LI et al., 2018) utilizou materiais precursores de ultra alta pureza (6N para o $Yb(thd)_3$). Foram usados $Yb(thd)_3$, como precursor para Yb_2O_3 , $Al(C_5H_7O_2)_3$, como precursor para Al_2O_3 , $POCl_3$ como precursor para P_2O_5 e $SiCl_4$ como, precursor de SiO_2 . O tubo de substrato usado foi o tubo de sílica F-300 com diâmetro de 24/28 mm. O tubo foi tratado com ácido HF durante 6 horas de modo a tornar a parede do tubo mais fina. Antes da deposição do revestimento, a parede do tubo de substrato continuou a ser diluída por procedimentos de corrosão com SF_6 com um queimador a 2050 °C. Como resultado, a parede do tubo diminuiu de 2 mm para $0,9 \pm 0,1$ mm.

Utilizando a técnica citada, LIN et al. (2018, 2019) produziram fibras do tipo aluminossilicato dopadas com Yb com tripla camada. A Figura 8 ilustra o esquema apresentado pelos autores.

Figura 8 – Processo de fabricação de preforma tripla camada a partir de uma preforma matriz dupla camada



Fonte: Adaptado de (LI et al., 2018)

2.2.6 Comparação entre as técnicas da solução dopante e a de quelatos na fase vapor

Analisando os trabalhos publicados, pode-se observar que, basicamente, existem duas rotas tecnológicas para o processo de dopagem que podem ser estudadas quando associadas à técnica MCVD: a técnica de dopagem por quelatos na fase vapor e a técnica de dopagem por solução.

Nas aplicações onde são necessárias fibras ópticas dopadas com itérbio para construção de lasers com potência de saída de quilowatts e elevada qualidade óptica, a preocupação com a solubilidade do Yb^{+3} na matriz vítrea é de relevância, assim, como a redução da taxa da fotossensibilidade.

Embora o método da dopagem na fase de vapor utilizando quelato seja usado por renomados grupos de pesquisa, pois este permite que todo o processo de fabricação da preforma seja executado sem a necessidade da remoção do tubo substrato do torno de vidro, não há consenso na comunidade científica sobre qual é a técnica recomendada. Desta forma, as duas técnicas podem ser utilizadas para executar o processo de dopagem.

2.3 Conclusão do capítulo

Neste capítulo foi realizada a fundamentação teórica e um levantamento bibliográfico das principais técnicas usadas para produção de preformas de sílica e dopadas com terras raras. Adicionalmente, chamou-se atenção para os efeitos não lineares que estão associados as fibras ópticas dopadas e que são diretamente influenciadas pelo processo de fabricação.

3 ESTUDO NUMÉRICO DE PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS APLICADO A EFICIÊNCIA DA REAÇÃO MCVD

3.1 Introdução ao Capítulo

O planejamento de experimentos aplicado ao estudo numérico para a eficiência da reação no processo de deposição química modificada por vapor (MCVD) é fundamental para reduzir o tempo de desenvolvimento e os custos associados à produção de preformas de fibras ópticas. O MCVD é amplamente utilizado na fabricação de fibras dopadas, que são essenciais para diversas aplicações em telecomunicações e lasers de alta potência. No entanto, a complexidade dos parâmetros que afetam a eficiência da reação, como a temperatura, a velocidade do fluxo de gases e a concentração de dopantes, requerem uma abordagem sistemática para maximizar o desempenho do processo.

A aplicação de métodos de planejamento de experimentos, associados à simulação numérica, permite identificar as condições ótimas de operação e reduzir a variabilidade nos resultados, garantindo maior controle sobre a qualidade final do produto. Este estudo visa fornecer uma compreensão detalhada dos fenômenos que influenciam o MCVD e propor melhorias que impactem diretamente a eficiência e a viabilidade econômica do processo.

3.2 A eficiência da reação MCVD

A eficiência da reação no processo de deposição química em fase vapor modificada (MCVD) é um parâmetro essencial para o monitoramento e controle da fabricação de preformas de fibras ópticas de alta qualidade, uma vez que está diretamente relacionada aos parâmetros de processo associados a dopagem e a distribuição de materiais no núcleo e na casca das fibras, o que é fundamental para garantir um desempenho óptico consistente e confiável (KASHYAP, 2009). A eficiência na deposição de dopantes, como germânio e fósforo, afeta diretamente a uniformidade do índice de refração e, conseqüentemente, as perdas de propagação da fibra (NAGEL; MACCHESNEY; WALKER, 1982). Além disso, uma maior eficiência na reação reduz o consumo de matérias-primas e melhora a estabilidade do processo, permitindo a fabricação de fibras ópticas com menores perdas e maior durabilidade, essenciais para aplicações avançadas em telecomunicações e sensores ópticos (BECKER et al., 2014)(Bernier et al., 2014). (POOLE et al., 1986) relataram que o custo das fibras produzidas por esse processo é fortemente dependente da taxa de deposição dos óxidos, que por sua vez é afetado pela eficiência na deposição.

Outro fator relevante que esta associado a eficiência da reação diz respeito a questão ambiental, uma vez que o alcance de uma eficiência adequada reduz a quantidade de reagentes não aproveitados no processo MCVD, diminuindo assim o consumo de matérias primas, que por sua vez, permite uma redução do impacto ambiental agregado ao processo.

Por definição, a eficiência da reação consiste na fração de partículas que são efetivamente depositadas na parede interna do tubo de substrato em razão do fluxo de massa de partículas na entrada do tubo, sendo uma medida quantitativa do processo. A fórmula matemática usada para calcular a eficiência da reação MCVD é dada pela equação 3.3:

$$dM = 2\pi R \rho v_T(x, r^+) \omega(x, r) dx \quad (3.1)$$

$$M = \rho u_0 \omega_0 \pi R^2 \quad (3.2)$$

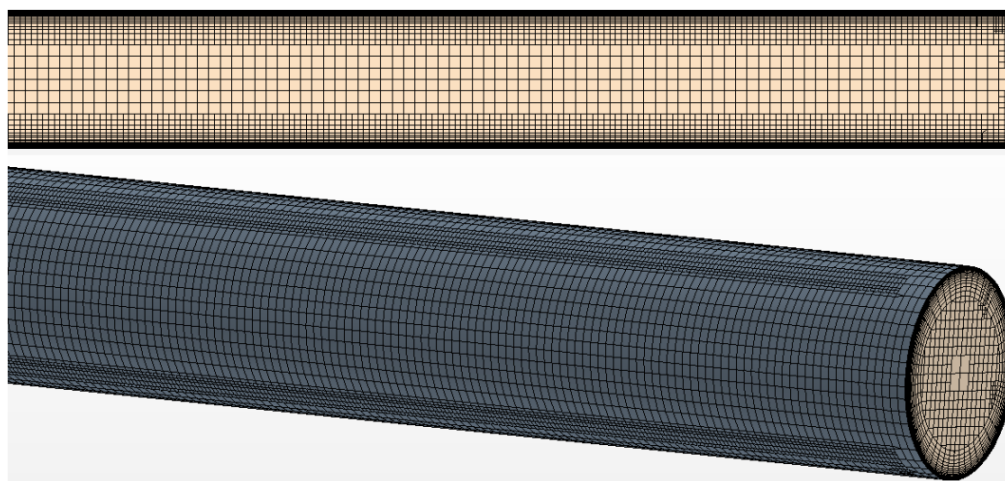
$$E(x) = \frac{1}{\rho u_0 \omega_0 \pi R^2} \int_0^x dM \quad (3.3)$$

sendo ρu_0 a velocidade do fluido, ω_0 é a fração de massa na entrada do escoamento, $v_T(x, r^+)$ a componente radial positiva da velocidade termoforética, R o raio do tubo, ρ a densidade do fluido (NACCACHE, 1986).

3.3 O modelo de fluidodinâmica computacional

A modelagem por fluidodinâmica computacional para a reação MCVD é utilizada por diferentes grupos de pesquisa com sólidas referências na literatura. Sua grande vantagem consiste na elevada previsibilidade da reação MCVD, uma vez que suas variáveis podem ser controladas com efetividade dentro do modelamento numérico ((JOH; GREIF, 1995) (NACCACHE, 1986); (ZHANG et al., 2022)). O modelo numérico utilizado nos ensaios foi desenvolvido por DA SILVA, et al, 2022. Os autores consideraram um domínio tridimensional baseado na geometria de uma preforma cilíndrica com 24 mm de diâmetro e 500 mm de comprimento. O campo de fluxo térmico do processo MCVD foi resolvido considerando um regime de estado estacionário. A malha utilizada teve espaçamento de 0,5 a 1 mm e cerca de 350000 elementos, conforme Figura 9.

Figura 9 – Detalhe da malha utilizada para construção do modelo numérico de simulação do processo MCVD por meio de fluidodinâmica computacional no software STARCCM+.



Fonte: Adaptado de DA SILVA et al., 2022.

3.4 O Planejamento Experimental

Os métodos tradicionais de levantamento de dados experimentais, que consistem em manter cada fator constante e variando os demais, sucessivamente, até que todas as possibilidades tenham sido testadas, pode facilmente conduzir o experimento a uma inviabilidade econômica e temporal. O planejamento experimental é uma ferramenta estatística ativa, que permite atingir um objetivo experimental reduzindo significativamente os recursos empregados. Ele consiste em realizar uma combinação de testes no processo, fazendo alterações nas entradas e observando as mudanças correspondentes nas respostas. Adicionalmente, permite conhecer a influência de cada variável na resposta de interesse e ainda, o impacto das interações entre as variáveis.

A utilização de planejamento de experimentos é amplamente utilizada e recomendável no desenvolvimento de novos processos para aumentar a performance, reduzir a variabilidade, aproximar a conformidade com a nominal, reduzir os custos e o tempo de desenvolvimento.

O Planejamento de Experimentos (DOE – Design of Experiments) apresenta importantes vantagens mesmo em estudos que se baseiam exclusivamente em simulações teóricas. Primeiramente, o DOE possibilita uma redução significativa no número de simulações necessárias, uma vez que direciona a investigação para as combinações mais relevantes e informativas de parâmetros. Além disso, garante uma melhor qualidade das

predições, pois permite uma abordagem estruturada e sistemática das interações entre as variáveis investigadas, evitando que a escolha dos parâmetros de simulação seja feita de forma arbitrária. A utilização do DOE resulta, portanto, em um modelo estatístico robusto e bem fundamentado, que facilita extrapolações e futuras validações experimentais caso sejam necessárias.

Outro benefício relevante da utilização do DOE em estudos numéricos é sua capacidade de organizar de forma estruturada e consistente os dados obtidos nas simulações, tornando-os estatisticamente significativos e facilmente comparáveis. Essa metodologia já é amplamente consolidada na engenharia de processos, o que garante maior confiança e facilidade na interpretação e aplicação dos resultados. Consequentemente, a transição da etapa de simulações para possíveis experimentos práticos é facilitada, proporcionando uma base sólida para eventuais validações experimentais e otimizando a etapa prática, se vier a ser realizada futuramente.

Diversas metodologias de planejamento de experimentos são usadas na indústria e em centros de pesquisa, podendo destacar o Planejamento Fatorial, Planejamento Composto Central e método da superfície de resposta. Uma breve elucidação desses métodos será dada a seguir (CHELLADURAI et al., 2021).

Este planejamento permite determinar como a resposta depende dos fatores de interesse e também permite mensurar as interações entre os fatores.

3.4.1 Planejamento Composto Central

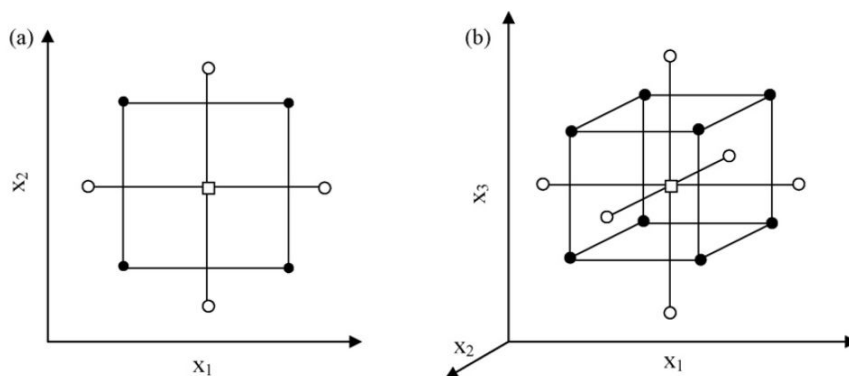
O planejamento composto central é constituído de 2^k pontos fatoriais, um ponto central (que pode ser realizado em replicatas) e pontos axiais (localizados a uma distância α do ponto central).

Ele contém um planejamento fatorial, adicionado de um planejamento estrela com pontos a uma distância α do ponto central, completado por repetições no ponto central.

Sua maior vantagem se dá por permitir a avaliação da resposta de interesse em diferentes níveis, a interação entre as variáveis, e ainda a geração de um modelo linear, quadrático ou cúbico, a depender do modelo e numero de experimentos realizados.

A Figura 10, exibe uma representação do planejamento composto central para 2 e 3 variáveis.

Figura 10 – Desenho experimental para um planejamento composto central do tipo rotacional. a) Duas variáveis ($\alpha=1,41$) e b) três variáveis ($\alpha=1,68$).



Fonte: Adaptado de (NOVAES et al., 2017)

3.4.2 O Método da Superfície de Resposta

A superfície de resposta permite estimar os coeficientes da regressão polinomial para a geração de um modelo empírico, sendo uma representação geométrica de uma variável dependente, a resposta do processo, em função de duas ou mais variáveis independentes, os parâmetros do processo, também conhecidos como fatores. Para isso, ela considera vários fatores em diferentes níveis, juntamente com as interações entre esses fatores e níveis.

A metodologia da superfície de resposta teve seu desenvolvimento inicial na indústria química, tendo suas premissas reportadas por Box e Draper (1987). (BOX; DRAPER, 1987)

Segundo Montgomery (2017), as equações oriundas das superfícies de resposta são capazes de descrever como as variáveis em teste afetam as respostas, fator esse fundamental para o trabalho experimental proposto, uma vez que é de suma importância conhecer, da maneira mais detalhada possível, o impacto de cada parâmetro de processo na reação analisada (MONTGOMERY, 2017).

3.5 Materiais e métodos

Conforme discutido na introdução deste plano de trabalho, o processo MCVD consiste na reação de oxidação de haletos metálicos, no interior de um tubo de sílica fundida, em movimento circular, fixado pelas extremidades nas castanhas das placas de um torno do tipo vidreiro, uma fonte externa de calor, tipicamente, um maçarico alimentado por uma mistura de oxigênio e hidrogênio, que atua como uma fonte externa de calor. Os reagentes

químicos são arrastados pelos gases de processo, em quantidades controladas, onde gases transportadores passam através de fontes dos líquidos dopantes.

Visando subsidiar a etapa experimental, foi realizado um planejamento de experimentos a fim de gerar um modelo para a eficiência da reação química no processo MCVD. A modelagem foi realizada através do software CFD (*Computational Fluid Dynamics*) da *Star CCM+*. Os resultados gerados foram orientados e trabalhados por um modelo de planejamento de experimentos do tipo fatorial composto central, com utilização do pacote computacional STATISTICA 14.0.

3.5.1 Planejamento experimental

Para o planejamento experimental proposto neste trabalho, foi definida a metodologia do planejamento fatorial composto central, com 3 fatores, 5 níveis e 1 resposta de interesse, sendo a resposta de interesse do presente trabalho a Eficiência da Reação. Para definição dos parâmetros de processo que foram analisados, selecionou-se variáveis fundamentais e que podem ser controladas experimentalmente. Dessa forma, a temperatura de reação, o fluxo total de gases e a velocidade de rotação do tubo, foram selecionadas para os testes numéricos. Os passos de cada variável e seus valores encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros do processo MCVD para as simulações computacionais em 5 níveis diferentes, seguindo a metodologia do planejamento de experimentos do tipo composto central.

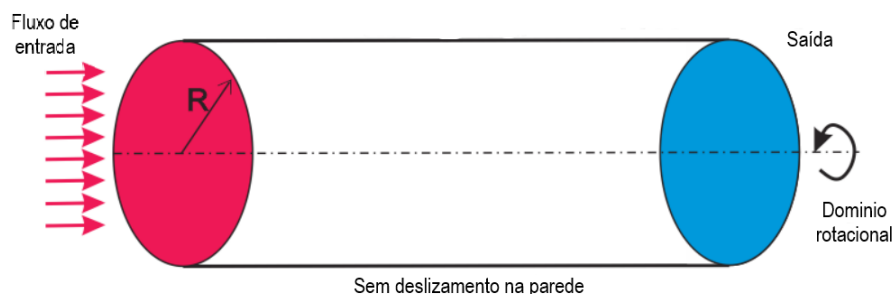
Níveis	-1,682	-1	0	1	1,682
Temperatura (K)	1500	1650	1800	1950	2100
Fluxo total de gases (L/min)	1,9	2,3	2,7	3,1	3,5
Velocidade de rotação do tubo de substrato (rpm)	25	35	45	55	65

Fonte: o autor

3.5.2 Modelagem computacional do processo MCVD

O modelo numérico utilizado nos ensaios foi desenvolvido por Da Silva, et al, (2022) e as simulações foram realizadas com o uso do software Star CCM+. As condições de contorno e o domínio geométrico utilizado são apresentados na Figura 11. Ressalta-se que essa geometria é baseada nos tubos de quartzo utilizados comercialmente, permitindo assim sua reprodutibilidade experimental. Adicionalmente, foi considerada a temperatura de entrada dos gases de 300 K.

Figura 11 – Condições de contorno e geometria do tubo de quartzo utilizado para construção do modelo numérico de simulação do processo MCVD por meio de fluidodinâmica computacional no software STARCCM+.



Fonte: Adaptado de DA SILVA et al., 2022

3.6 Resultados e Discussão

Os resultados obtidos são apresentados iniciando pelo planejamento experimental, seguido das simulações numéricas por fluidodinâmica computacional e finalizando pela análise estatística dos resultados.

3.6.1 O planejamento experimental

O planejamento experimental foi realizado visando, primeiramente, encontrar um modelo que estabeleça a eficiência da reação em função dos parâmetros de processo. Adicionalmente, esse planejamento deve conter características que permitam, posteriormente, sua validação experimental. Dessa forma, foram selecionados fatores experimentalmente ajustáveis para inserção no modelo computacional e realizados testes com variações dos fatores temperatura (T), fluxo total de gases (F), e velocidade de rotação do tubo de substrato (R).

Os dados de entrada para as simulações realizadas no modelo de fluidodinâmica computacional seguiram as variações de níveis previamente apresentados na Tabela 1

A faixa de temperatura usada teve seu menor nível na temperatura de 1500 K, onde, de acordo com (NAGEL; MACCHESNEY; WALKER, 1982), tem início a nucleação das partículas sólidas a partir da reação dos produtos. Adicionalmente, (ZHANG et al., 2022), realizou simulações fazendo uso de fluidodinâmica computacional com uma faixa de temperatura semelhante, no caso de 1600 a 2100 K.

O fluxo de gases usado respeitou uma proporção de $SiCl_4:GeCl_4$ de 10:1, de

acordo com (NAGEL; MACCHESNEY; WALKER, 1982), sendo o gás reagente O_2 adicionado de forma a completar o fluxo total. O limite inferior usado foi de 1940 sccm, de acordo com os dados reportados por (UNGER et al., 2014). Adicionalmente, a faixa de simulação usada para o fluxo total está inserida no range de operação reportado no trabalho de (JOH; GREIF, 1995) que realizou simulações com fluxo de 1 a 5 L/min.

Por fim, a taxa de rotação utilizou como parâmetro o dado de simulação de (ZHANG et al., 2022), o qual a manteve fixa em 34 rotações por minuto. Dessa forma, este trabalho apresentou os testes dentro de uma faixa de variação de 25 a 65 rotações por minuto para nossas simulações.

Cumprе ressaltar que por se tratar de um desafio tecnológico, o qual seu domínio pertence a um restrito número de grupos de pesquisa, os dados publicados são majoritariamente incompletos, sendo necessário reunir informações de diferentes grupos. Dessa forma, as simulações apresentadas neste trabalho permitem testar diferentes combinações previamente a etapa mais onerosa do desenvolvimento tecnológico pretendido.

A combinação dos parâmetros a ser utilizada em cada simulação numérica seguem o modelo proposto pelo método do planejamento fatorial composto central rotacional, e as respostas de cada simulação são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Organização dos experimentos pelo planejamento fatorial composto central rotacional, com os dados da simulação por fluidodinâmica computacional para a eficiência da reação MCVD, tendo como parâmetros ajustáveis do processo a Temperatura, o fluxo total de gases e a velocidade de rotação do tubo substrato.

Simulação	Fator	T (K)	Fator	Fluxo total (l/min)	Fator	Veloc rot do tubo (RPM)	Eficiência
Exp 1	-1	1650	-1	2,3	-1	35	0,25
Exp 2	-1	1650	+1	3,1	-1	35	0,20
Exp 3	-1	1650	-1	2,3	+1	55	0,28
Exp 4	-1	1650	+1	3,1	+1	55	0,23
Exp 5	-1,682	1500	0	2,7	0	45	0,11
Exp 6	0	1800	-1,682	1,9	0	45	0,45
Exp 7	0	1800	+1,682	3,5	0	45	0,25
Exp 8	0	1800	0	2,7	-1,682	25	0,29
Exp 9	0	1800	0	2,7	+1,682	65	0,30
Exp 10	0	1800	0	2,7	0	45	0,29
Exp 11	0	1800	0	2,7	0	45	0,29
Exp 16	+1	1950	-1	2,3	-1	35	0,46
Exp 17	+1	1950	+1	3,1	-1	35	0,31
Exp 18	+1	1950	-1	2,3	+1	55	0,39
Exp 19	+1	1950	+1	3,1	+1	55	0,31
Exp 20	+1,682	2100	0	2,7	0	45	0,45

Fonte: o autor

3.6.2 Construindo o modelo empírico

Modelos empíricos são modelos matemáticos que descrevem o comportamento do processo estudado dentro da região experimental investigada. Dessa forma, os ensaios realizados permitem modelar uma equação que tenha como resposta a eficiência da reação, e como variáveis de interesse a temperatura, o fluxo total de gases de reação e a velocidade de rotação do tubo de substrato. O cálculo dos coeficientes para cada fator segue a equação matricial 3.4.

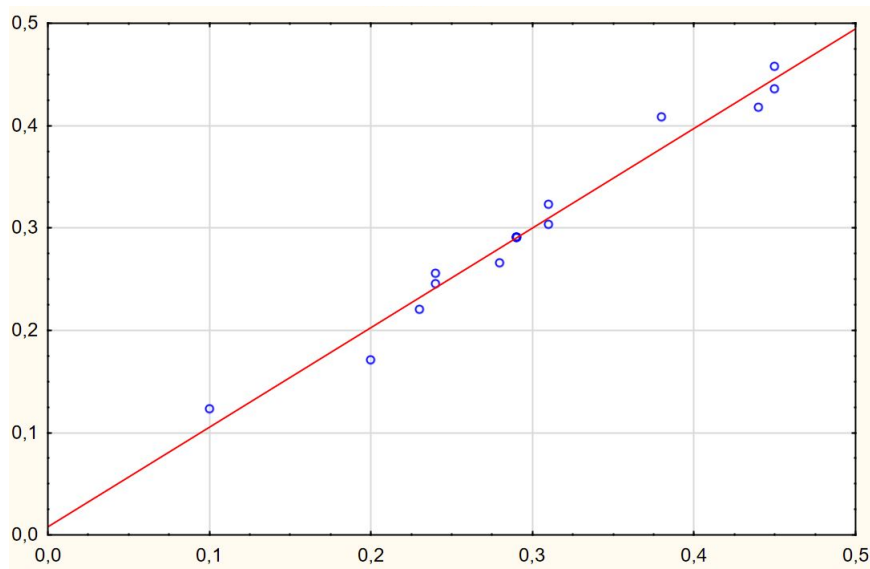
$$b = (X^T X)^{-1} X^T y \quad (3.4)$$

Onde b é a matriz dos coeficientes do modelo, X é a matriz correspondente às variáveis independentes (parâmetros do processo), e y a matriz contendo os dados da variável dependente (resposta). Para a realização do cálculo matricial proposto, utilizou-se o software “Statistica” versão 14.0, onde o modelo quadrático de resposta foi calculado.

$$\begin{aligned} E(T, F, R) = & -2.3163 + 0.00249T - 2.2222 \times 10^{-7}T^2 - 0.2109F + 0.0859F^2 + 0.0159R \\ & - 6.0842 \times 10^{-18}R^2 - 0.00025TF - 1.1667 \times 10^{-5}TR + 0.00187FR \end{aligned} \quad (3.5)$$

A avaliação do modelo pode ser realizada com o apoio do gráfico de valores preditos versus os valores observados. A figura 12 apresenta esse gráfico, onde os valores preditos pelo modelo são representados pela linha vermelha enquanto os valores observados são representados pelos pontos. Observa-se que os valores preditos se aproximam dos valores observados. Adicionalmente, o coeficiente de correlação entre os resultados preditos pelo modelo proposto em relação aos dados observados (R^2) é de 0,97 e o coeficiente de correlação ajustado (R) é de 0,93.

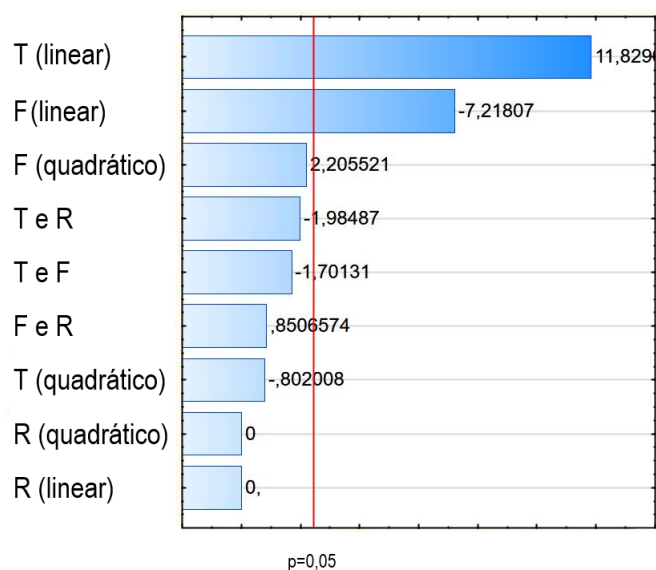
Figura 12 – Valores preditos pelo modelo quadrático representados pela reta vermelha versus valores observados para a eficiência da reação MCVD representados pelos pontos em azul.



Fonte: o autor

Considerando um limite de confiança de 95%, gerou-se um gráfico de pareto que envolve a variável Temperatura (T), Fluxo Total de gases (F) e Velocidade de Rotação do tubo de substrato (R), para o modelo quadrático e também a interação entre elas, exibido na Figura 13. As barras em azul indicam o efeito estimado de cada coeficiente no modelo, em valores absolutos. A linha vermelha indica o nível de significância de 95%. De acordo com a Figura 13, a temperatura (T) foi o fator que exerceu maior influência na resposta do modelo. O sinal positivo indica que o aumento da temperatura também aumenta a eficiência da reação. Isso pode ser explicado pelo aumento da taxa de reação de oxidação do $SiCl_4$, bem como no aumento da velocidade termoforética, a qual é diretamente proporcional a temperatura, conduzindo a um aumento da formação de SiO_2 internamente ao tubo e, conjuntamente, um aumento da deposição das partículas do óxido formado na parede interna do tubo de substrato.

Figura 13 – Diagrama de pareto do planejamento composto central. As barras em azul indicam o efeito estimado de cada coeficiente no modelo, em valores absolutos. A linha vermelha indica o nível de significância de 95%.



Fonte: o autor

Em sequência, observa-se a influência do fluxo total de gases (F) na resposta do modelo. O sinal negativo demonstra que um aumento no fluxo total de gases conduz a uma redução da eficiência da reação. Considerando que a reação no processo de interesse ocorre de maneira contínua, onde apenas uma região do tubo de substrato é aquecida até a temperatura programada para a reação química, somando-se ao fato que o fluxo de gases no interior do tubo é programado e constante durante todo o processo, um aumento do fluxo implica em redução do tempo de residência dos reagentes na região de efetiva reação química, diminuindo assim a formação das partículas de óxido. A variação da velocidade de rotação do tubo de substrato não exerceu influências na resposta, tanto no componente linear quanto quadrático. Entende-se que a velocidade de rotação, na magnitude estudada, não foi suficiente para interferir na cinética da reação e influenciar a eficiência da reação.

Por fim, pode-se observar que nenhum dos termos quadráticos, bem como as interações entre os modelos apresentaram significância estatística superior a 95%, sendo o termo quadrático referente ao fluxo total de gases (F) o que mais se aproximou do limite de significância de 95%. Uma análise de variância (ANOVA) para os coeficientes do modelo foi realizada com a utilização do software *Statística* visando comparar os dados apresentados na Figura 13. A análise para o modelo quadrático proposto é apresentada na Tabela 3.

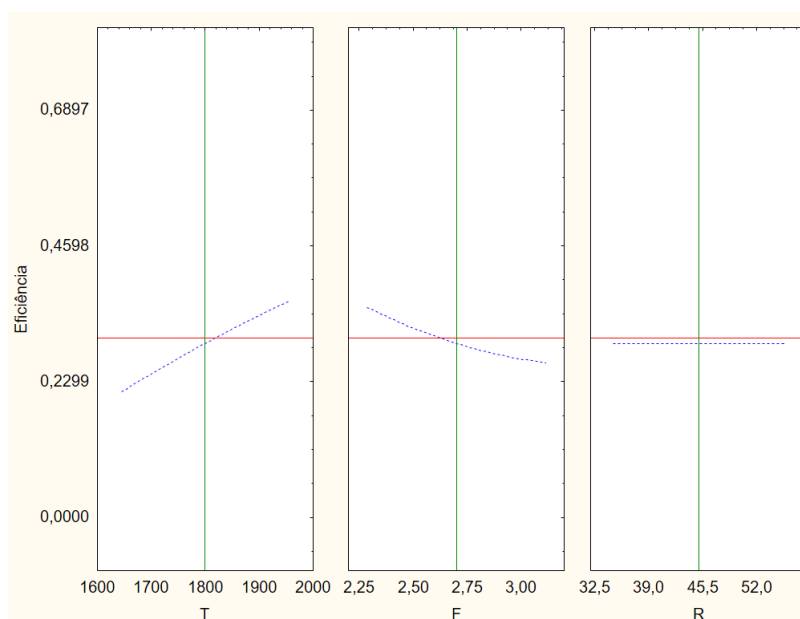
Tabela 3 – Teste de análise de variância (ANOVA) para o modelo quadrático proposto para predição da eficiência da reação MCVD com base nas variáveis independentes T, F e R.

	Soma quadrática	Graus de Liberdade	Média da SQ	F calculado	F _{tab} _{9,6}
Regressão	0,1275	9	0,01417	22,79	4,100
Linear	0,1194	3	0,03980	64,02	
Quadrático	0,003425	3	0,001142	1,836	
Interação	0,004700	3	0,001567	2,519	
Resíduos	0,003731	6	0,0006218		

Fonte: o autor

De acordo com a Tabela 3, pode-se observar que o modelo apresentado possui significância estatística e apenas os coeficientes lineares apresentam significância estatística superior a 95% de acordo com o teste F, sendo estes os únicos coeficientes com F calculado superior ao F tabelado. Para visualizar o comportamento das variáveis na resposta do modelo proposto, o gráfico de valores do perfil de predição é exibido na Figura 14. Pode-se observar que a eficiência aumenta linearmente com a temperatura. Já o aumento do fluxo reduz a eficiência da reação, de forma aproximadamente linear, pois apresenta uma pequena curvatura em sua resposta. Finalmente, nota-se que a variação da velocidade de rotação do tubo de substrato não interfere nos resultados do modelo de predição para a eficiência da reação. Dessa forma, reitera-se a coerência entre as análises apresentadas.

Figura 14 – Perfil dos valores preditos para os fatores T, F e R na Eficiência.



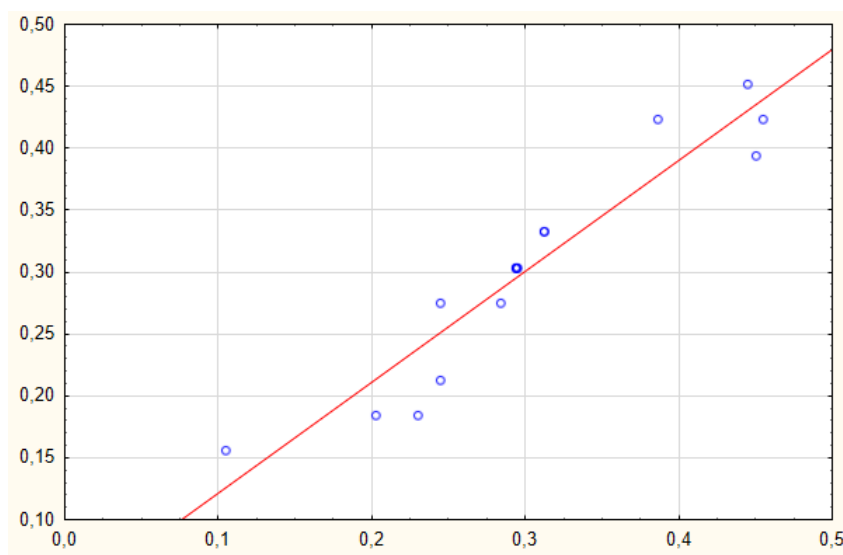
Fonte: o autor

De acordo com o observado nas análises acima, é possível ainda, elaborar um modelo mais simples, retirando os fatores que não apresentaram significância estatística no intervalo de confiança determinado e realizar um ajuste do modelo. Dessa forma, um modelo linear parece representar suficientemente a resposta de interesse, podendo excluir o impacto da interação entre todos os fatores estudados, bem como os termos quadráticos. Ainda, observa-se que a velocidade de rotação do tubo de substrato não exerceu influência na resposta dentro do intervalo observado, podendo ser suprimida em modelo simplista. Dessa forma o modelo ajustado proposto pode ser exibido da seguinte forma:

$$E = -0.281875 + 0.000491667T - 0.1125F \quad (3.6)$$

A despeito da simplicidade desse modelo linear, ainda é possível encontrar uma boa correlação entre os valores preditos e os observados, embora inferior ao modelo quadrático, de acordo com o gráfico de valores observados por preditos da Figura 15. Adicionalmente, esse modelo apresenta coeficiente de correlação R^2 igual a 0,89.

Figura 15 – Valores preditos pelo modelo ajustado (linear) representados pela reta vermelha versus valores observados para a eficiência da reação MCVD representados pelos pontos.



Fonte: o autor

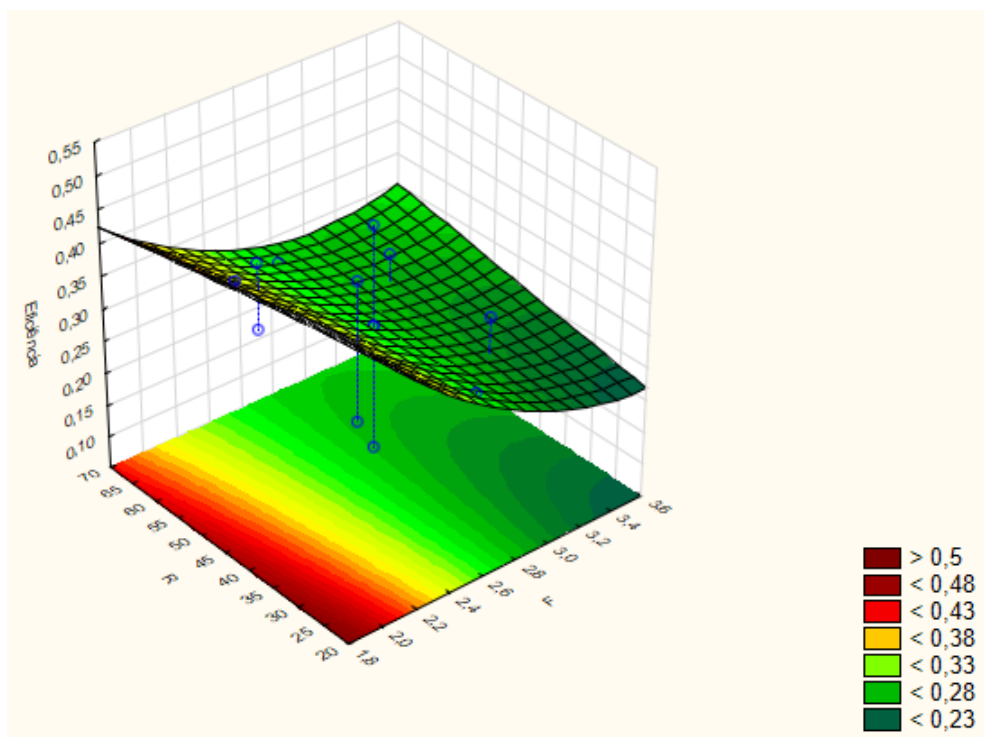
3.6.3 Superfícies de resposta

Visando conhecer visualmente o comportamento da eficiência da reação com a combinação dos fatores, foram geradas superfícies de resposta.

Na Figura 16 pode-se notar um comportamento máximo da eficiência na região

de menor fluxo. Observa-se também pouca variação com a alteração da velocidade de rotação do tubo de substrato.

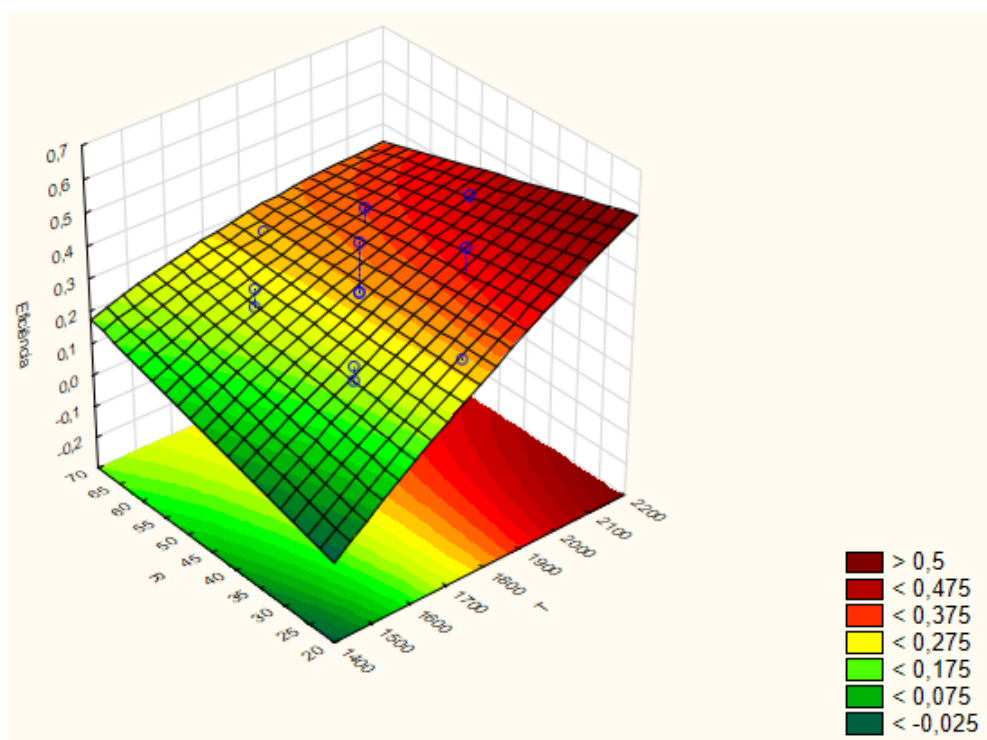
Figura 16 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores Fluxo total de gases e Temperatura para a variável dependente eficiência.



Fonte: o autor

A superfície de resposta apresentada na Figura 17, é exibida em sua maior eficiência na região que combina maiores temperaturas e menores velocidades de rotação do tubo de substrato. Ainda, algum ganho de eficiência é observado em velocidades de rotação menores.

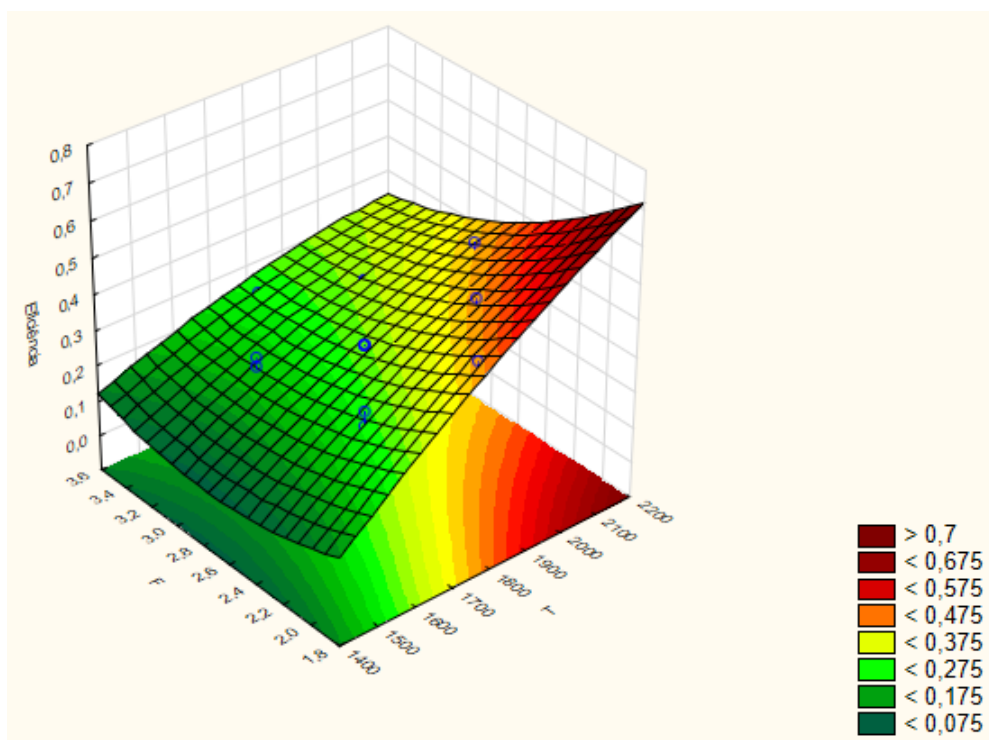
Figura 17 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores velocidade de rotação do tubo de substrato e Temperatura para a variável dependente eficiência.



Fonte: o autor

Na Figura 18, pode-se observar um comportamento de máxima eficiência na região de maior temperatura e menor fluxo. Adicionalmente, novas simulações devem ser feitas nesta região visando ampliar os dados do processo na área que apresentou maior eficiência da reação MCVD.

Figura 18 – Superfície de resposta exibindo o comportamento dos fatores Fluxo total de gases e Temperatura para a variável dependente eficiência.



Fonte: o autor

3.7 Conclusão do Capítulo

As seguintes observações podem ser feitas com a utilização das ferramentas estatísticas apresentadas:

O modelo empírico quadrático representa de forma satisfatória a resposta de eficiência da reação MCVD;

A interação entre os fatores Temperatura, Fluxo total de gases e Velocidade de rotação do tubo de substrato não influenciou significativamente a eficiência da reação, dentro de um limite de confiança de 95%;

Os termos quadráticos de todos os fatores apresentam pouca influência na resposta. Sendo o termo quadrático referente ao fluxo total de gases o que apresentou maior influência, mesmo abaixo do limite de confiança de 95%;

A velocidade de rotação do tubo de substrato não exerceu influência significativa na resposta do modelo de predição de eficiência da reação MCVD;

A Temperatura exerce significativa influência na eficiência da reação. Boas respostas foram observadas na região entre 1950 e 2100 K.

O fluxo total de gases exerceu influência significativa na eficiência, especialmente para fluxos inferiores a 2,3 L/min.

Dessa forma, podemos observar um ponto ótimo ocorrendo em uma temperatura igual a 2100 K, um fluxo em 1,9 L/min e a velocidade de rotação do tubo substrato podendo ser mantida no nível mais conveniente.

O modelo linear apresentou razoável predição para a eficiência, apesar de sua simplicidade.

Por fim, destaca-se que a metodologia de planejamento de experimentos utilizada pode ser aplicada aos estudos experimentais, com a geração de um modelo empírico que permita conhecer a resposta com base na variação de fatores pré determinados e com reduzido número de experimentos. Os testes empíricos serão iniciados visando validar o modelo teórico, podendo ser extrapolado para outros parâmetros e outras respostas de interesse tecnológico.

4 METODOLOGIA DE MEDIÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO EM PREFORMAS

4.1 Introdução ao Capítulo

A medida da distribuição do índice de refração é um parâmetro experimental significativamente importante tanto para o desenvolvimento de novos materiais ópticos, quanto para o controle de qualidade de linhas de produção de fibras ópticas. Parte da relevância dessa análise se dá pela avaliação de uma importante propriedade da preforma que está sendo preparada e se está alinhada ao perfil esperado, isso previamente a etapa de puxamento, permitindo economia financeira e um incremento do monitoramento do processo.

O perfil do índice de refração encontrado pode ainda ser usado para fazer ajustes no processo de produção das preformas, como temperatura, velocidade de avanço da tocha, número de camadas, fluxo dos gases, entre outros fatores que podem interferir nas características do perfil do índice de refração da preforma produzida.

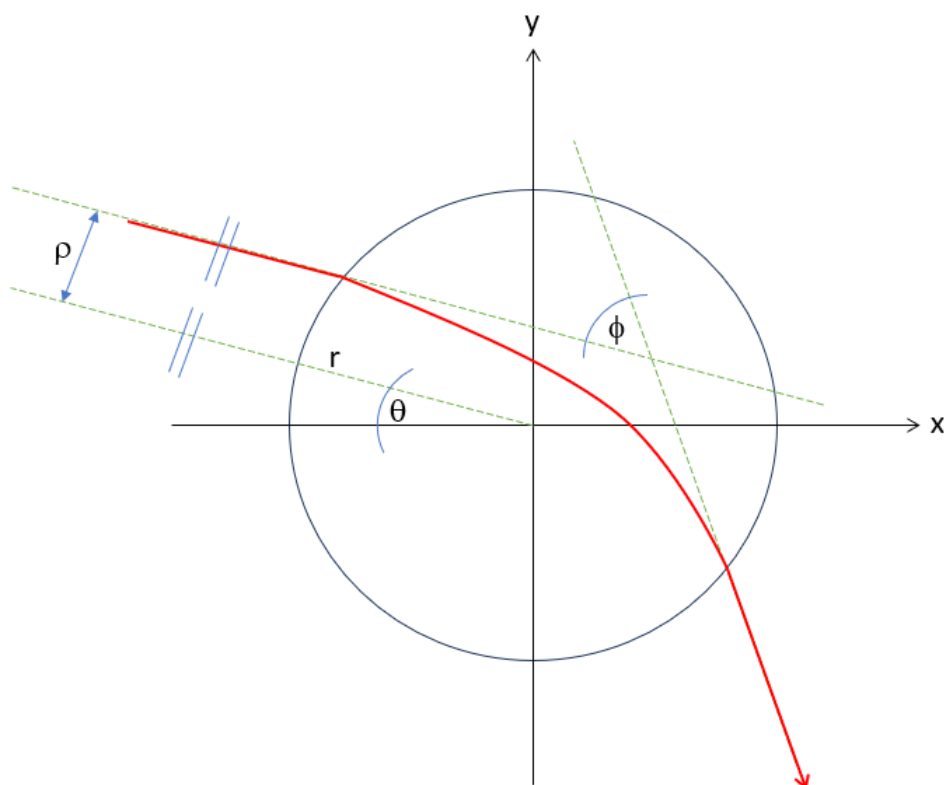
O perfil de índice de refração pode ser obtido por interferometria ou medindo-se a deflexão de um feixe luminoso refratado pela amostra (NOVOZÁRNSKÝ, 2010). O método do feixe luminoso refratado, por ser o utilizado no equipamento Photon Kinetics 2650, será detalhado a seguir.

4.2 Revisão Bibliográfica

4.2.1 Função de deflexão

A função de deflexão dá a variação relativa ϕ conforme ilustra a Figura 19. Nesta, a variável ρ é a distância a linha paralela que passa pelo centro da preforma com ângulo θ e o raio refratado r é o raio da preforma. A função é dada em relação à posição vertical (eixo z) da amostra. O analisador PK 2650 permite então a medição automática da função de deflexão em diferentes planos longitudinais e ângulos, gerando como saída um conjunto de funções de deflexão $\phi(r, \theta, z)$.

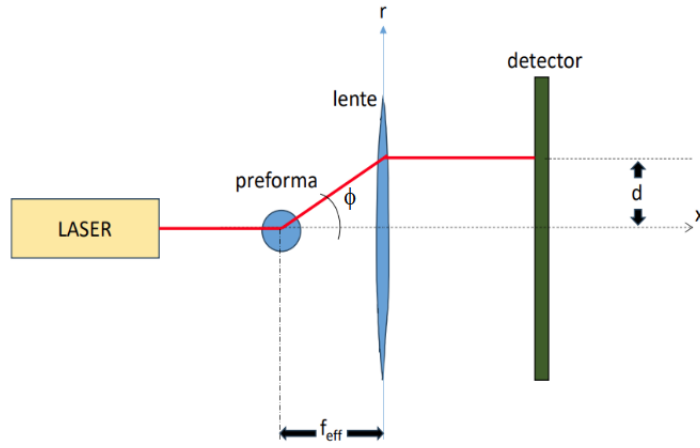
Figura 19 – Representação esquemática da variação relativa σ



Fonte: o autor

A preforma é imersa em um recipiente contendo fluído (óleo) com índice de refração próximo ao revestimento (*cladding*) da preforma para que haja o casamento de índice de refração entre esses meios, deste modo, a deflexão do sinal luminoso quando este refrata entre o fluído e a região do revestimento da preforma é minimizada, simplificando a medida que fica focada à região do núcleo. Este feixe luminoso, que é oriundo de um laser de He-Ne com $\lambda=633$ nm, é refratado pela preforma e colimado por um sistema de lentes de modo a ser direcionado para um sensor, com uma distância 'd' da origem de coordenadas, conforme ilustra a Figura 20.

Figura 20 – Sensor de detecção do feixe laser



Fonte: o autor

Todo do sistema (laser, lente e detector) se move em relação à preforma de modo a se obter o ângulo exato de deflexão dado pela Equação 4.1:

$$\theta = \text{tg}^{-1} \frac{d}{f_{eff}} \quad (4.1)$$

Assumindo um ângulo pequeno, pode-se reescrever a Equação 4.1 de maneira simplificada conforme a Equação 4.2:

$$\theta = \sin^{-1} \frac{d}{f_{eff}} \quad (4.2)$$

Onde d é o deslocamento do feixe defletido em relação à posição central do detector e f_{eff} é o comprimento focal efetivo. O sistema gera então dois valores de diferença de potencial V_a e V_b que são processados de forma a quantificar o deslocamento d em relação ao centro do sensor de acordo com a Equação 4.3.

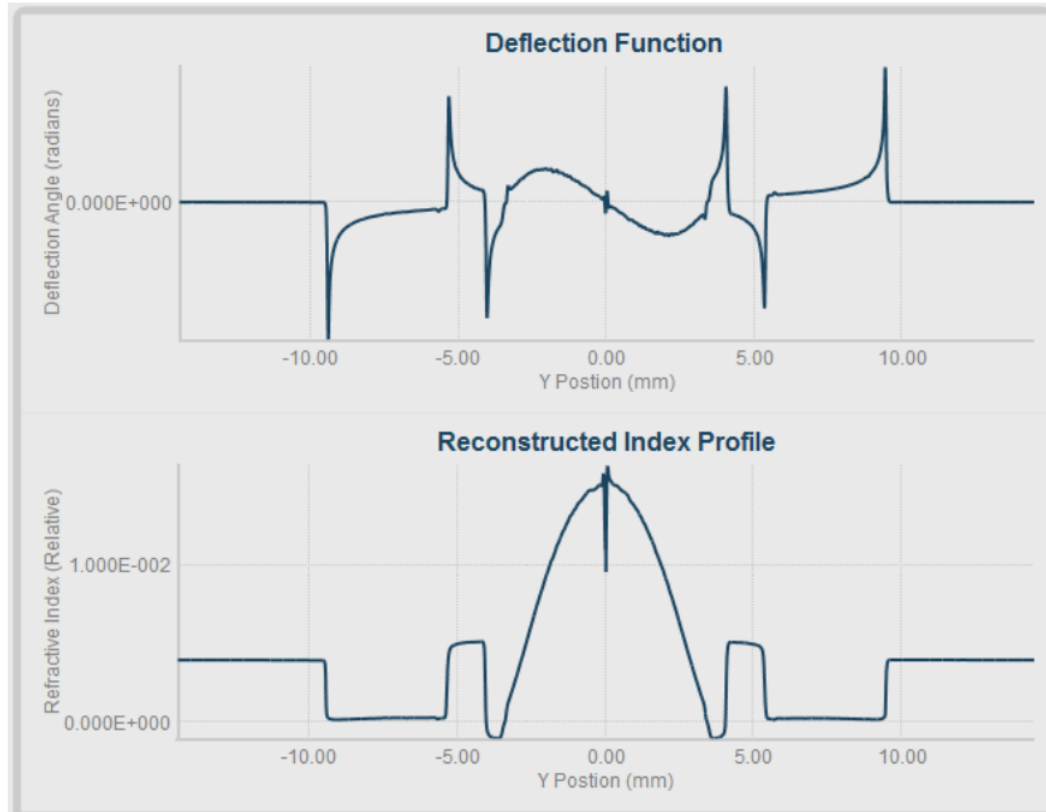
$$\frac{V_a - V_b}{V_a + V_b} = \text{constante} \cdot d \quad (4.3)$$

Onde a constante é um fator de proporcionalidade que pode ser determinada executando-se a calibração do equipamento. O ângulo de deflexão então pode ser determinado com os parâmetros citados de acordo com a Equação 4.4 (NOVOZÁRNSKÝ, 2010).

$$\theta = \sin^{-1} \left(\frac{1}{\text{constante}} \frac{V_a - V_b}{V_a + V_b} \right) \quad (4.4)$$

A função deflexão é então dada pelo ângulo de deflexão ϑ em relação à localização transversal, conforme ilustra a Figura 21. Os picos positivos e negativos da função de deflexão indicam interface com mudança significativa de índice de refração.

Figura 21 – Função deflexão e perfil de índice de refração de uma preforma multimodo.



Fonte: o autor

A derivação do índice de refração $f(r, \psi) = n(r, \psi) - \eta_c$ em coordenadas polares é dada pela Equação 4.5:

$$f(r, \psi) = \frac{1}{2\pi^2} \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\partial \omega(\rho, \theta)}{\partial \rho} \cdot \frac{1}{\sin(\psi - \theta) - \rho} d\rho d\theta \quad (4.5)$$

onde ψ é uma função de diferença de comprimento de caminho (*Path Length Difference*). No caso de uma diferença pequena entre os valores máximos e mínimos do índice de refração, o caminho do feixe se aproxima de uma linha reta e podemos expressar a função de diferença de comprimento de caminho como uma função deflexão (Equação 4.6).

$$\Psi(\rho, \theta) = n_c \int_0^\rho \{\phi(\xi, \theta)\} d\xi + \frac{n_c \rho}{12} \phi^3 \{\rho, \theta\} + \Delta E + \Delta G \quad (4.6)$$

Onde a Equação 4.7 apresenta

$$\Delta E = \frac{\partial}{\partial \theta} \int_0^{\rho} n_c \phi(\xi, \theta) d\xi \cdot \Delta \theta \quad (4.7)$$

é um termo de modificação. No caso circularmente simétrico $\Delta E = 0$ e a Equação 4.8

$$\Delta G = 2 \int_0^R n_c \phi(\xi, \theta) d\xi \Delta \theta \quad (4.8)$$

é uma constante. O segundo termo é insignificante comparado ao primeiro ($\phi \gg \phi^3$), para um pequeno desvio do feixe ϕ após passar pela preforma. Substituindo a Equação 4.6 na Equação 4.5 e derivando parcialmente em ρ obtemos a seguinte expressão simplificada da Equação 4.9

$$f(r, \psi) = \frac{n_c}{2\pi^2} \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\phi(\rho, \theta)}{r \sin(\psi - \theta) - \rho} d\rho d\theta \quad (4.9)$$

Se substituirmos $z = r \cdot \sin(\psi - \theta)$ no denominador, a integral em relação a ρ pode ser expressa como a convolução dada na Equação 4.10

$$\frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\phi(\rho, \theta)}{r \sin(\psi - \theta) - \rho} d\rho = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \left[\phi(\rho, \theta) \cdot \frac{1}{(z - \rho)} d\rho \right] = \phi(\rho, \theta) \cdot \frac{1}{\pi \rho} = g(z, \theta) \quad (4.10)$$

onde $g(z, \theta)$ é chamada função g. Dessa forma, podemos usar as propriedades do Teorema da Convolução e a Transformada de Hilbert para demonstrar a Equação 4.11 e Equação 4.12

$$F[g(z, \theta)] = F \left[\phi(\rho, \theta) \cdot \frac{1}{\pi \rho} \right] = F[\phi(\rho, \theta)] \cdot F \left[\frac{1}{\pi \rho} \right] \quad (4.11)$$

$$g(z, \theta) = F^{-1} [F\phi(\rho, \theta)] \cdot F \left[\frac{1}{\pi \rho} \right] \quad (4.12)$$

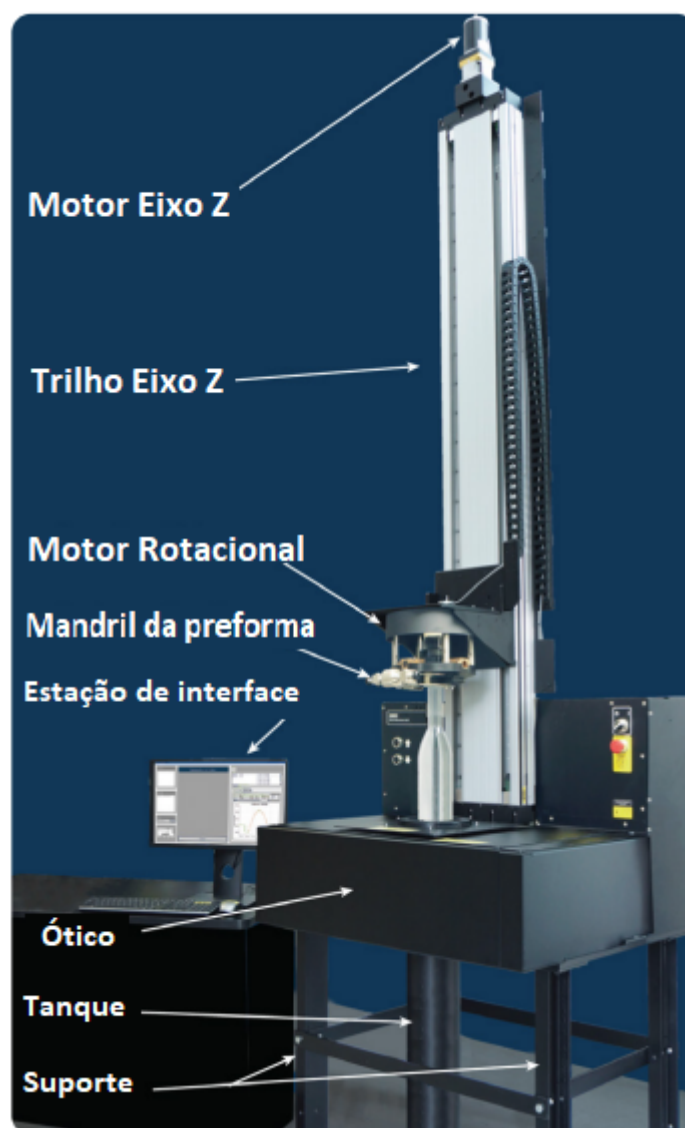
onde $F \left[\frac{1}{\rho} \right] = -i\pi \text{sign}(\Omega)$, onde F é a transformada de Fourier e F^{-1} é a transformada inversa de Fourier. Agora encontramos uma imagem de Fourier da função $\phi(\rho, \theta)$ para cada projeção de θ e multiplicamos pela imagem de Fourier da função $\frac{1}{\pi \rho}$. Após usar a transformada inversa obtemos a função g, que inserimos na Equação 4.9, e finalmente obtemos o perfil do índice de refração dado na Equação 4.13:

$$\frac{n(r, \psi) - n_n}{n_c} = \frac{1}{2\pi} \int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} g(r \cdot \sin(\psi - \theta), \theta) d\theta \quad (4.13)$$

4.3 Materiais e métodos

A Figura 22 ilustra o analisador de preforma marca Photon Kinects modelo 2650 e identifica seus componentes principais.

Figura 22 – Ilustração do analisador de preforma marca Photon Kinects modelo 2650.



Fonte: o autor

- Um motor de passo que controla a posição z do mandril da preforma através de um trilho no eixo z.
- Um sistema óptico formado por módulo laser de He-Ne ($\lambda=633$ nm) e módulo

detector, ambos controlados posicionalmente por motores de passo.

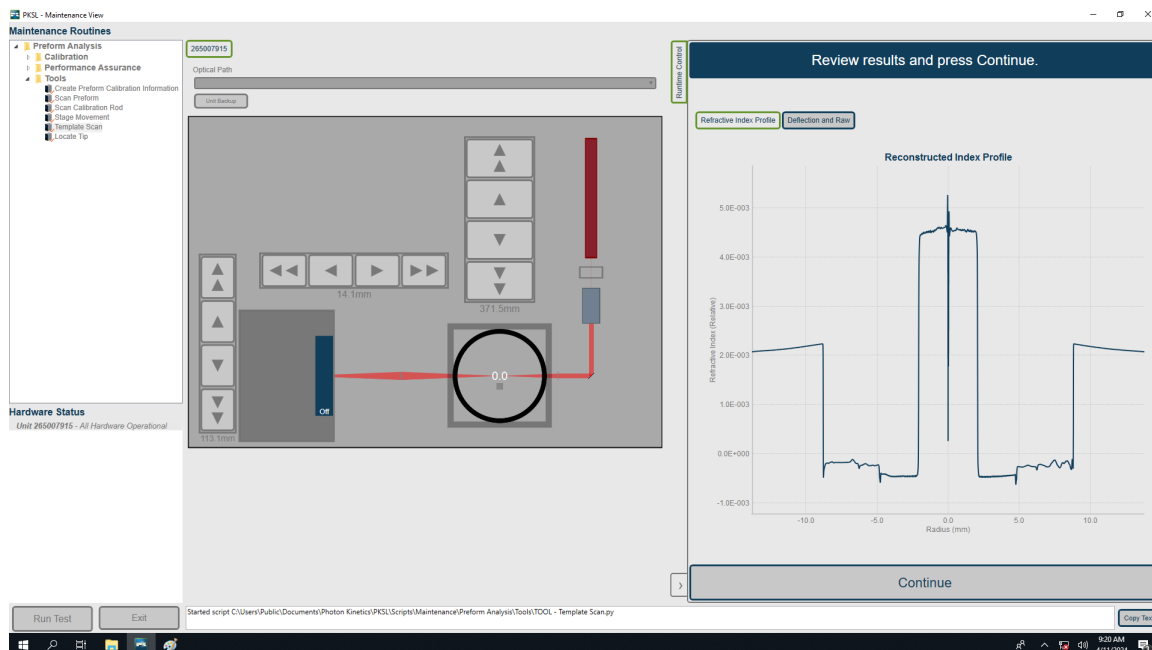
- Tanque principal contendo líquido para o casamento de índice de refração e um tanque de transbordamento (*overflow*) localizado abaixo do trilho. Ambos os tanques estão conectados através de um circuito hidráulico. A função do tanque de transbordamento é coletar o fluido excedente quando a preforma é imersa no tanque principal e manter um nível médio relativo de fluido no tanque principal.

- Estação de interface para controle do analisador.

O processo de análise consistiu nos passos descritos abaixo:

- 1) Ligou-se a estação de interface e o analisador de preformas;
- 2) Limpou-se a preforma com pano umedecido de álcool isopropílico;
- 3) Prendeu-se a preforma a ser analisada no mandril da preforma;
- 4) Iniciou-se o software PKSL na estação de interface;
- 5) Inseriu-se os parâmetros do experimento através da ferramenta PKSL Test Wizard;
- 7) Selecionou-se a rotina a ser seguida;
- 8) Inseriu-se o diâmetro da preforma e sua identificação;
- 9) Apertou-se o botão de descer para imergir parte da preforma no líquido do tanque principal;
- 10) O analisador realizou a localização automática da extremidade inferior da preforma e iniciou a medida e registro da mesma. Ao fim deste processo foi exibida a curva do perfil de índice de refração. Conforme ilustra a Figura 23.

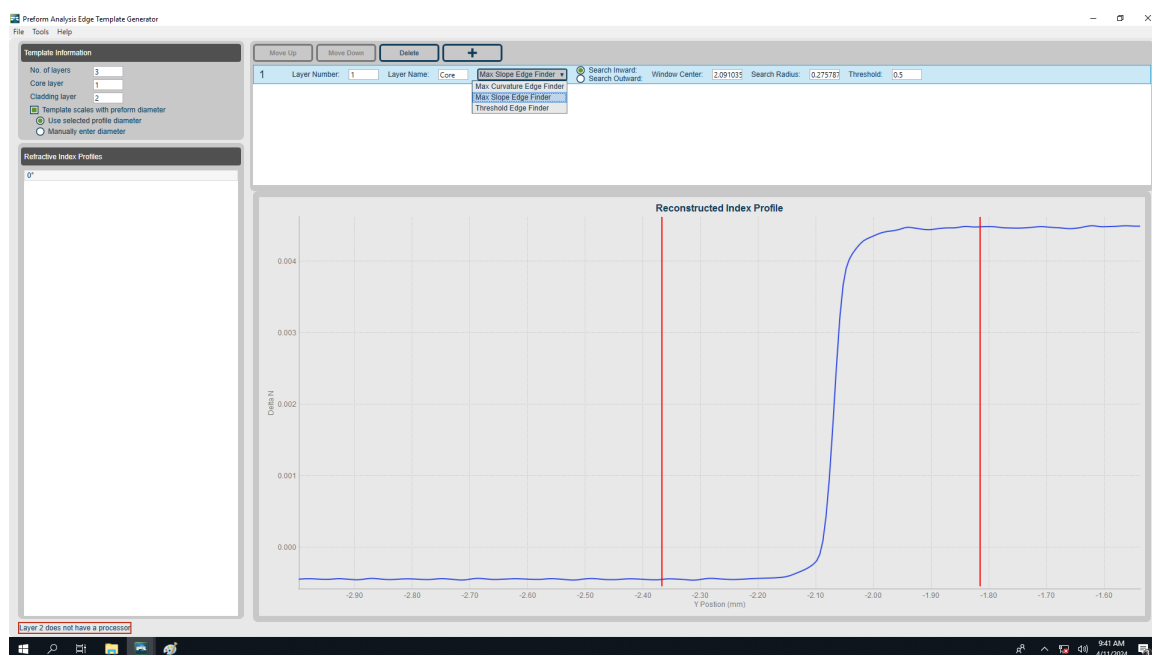
Figura 23 – Perfil inicial da curva do índice de refração dado pelo analisador de preforma PK 2650.



Fonte: o autor

11) Selecionou-se o arquivo gerado e indicou-se as regiões de interface onde ocorrem mudanças significativas do índice de refração. A Figura 24 ilustra como foram identificadas as regiões de interface através da área delimitada pelas linhas verticais em vermelho.

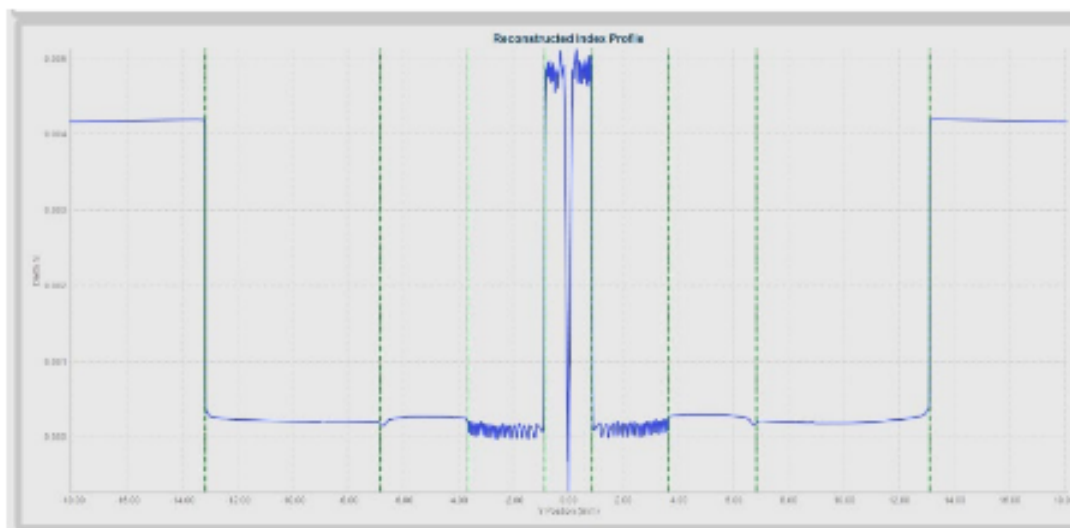
Figura 24 – Delimitação das interfaces onde ocorre mudança no índice de refração.



Fonte: o autor

12) Após todos os marcadores de interface terem sido definidos eles foram indicados pelas linhas verticais tracejadas verdes, conforme ilustra a Figura 25.

Figura 25 – Indicação em verde das interfaces onde ocorre mudança do índice de refração da amostra



Fonte: o autor

17) Definiu-se as posições da preforma para serem analisadas, sendo de acordo com a Tabela 4.

Tabela 4 – Posições indicadas ao equipamento para análise da preforma

Posição Z		Posição angular							
50 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
100 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
150 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
200 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
250 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
300 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
350 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°
400 mm	0°	40°	80°	120°	160°	200°	240°	280°	320°

Fonte: o autor

18) Posicionou-se a base da preforma na abertura do tanque de óleo.

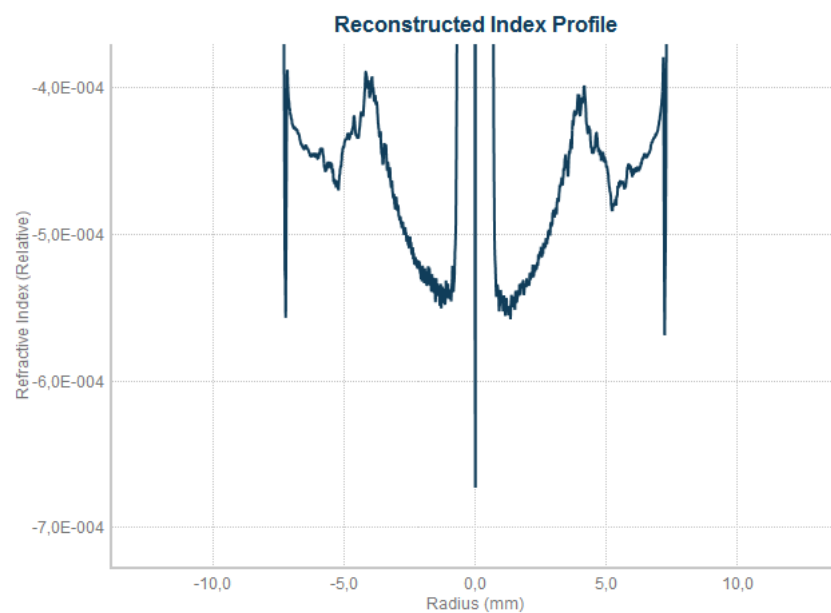
19) Selecionou-se para dar início às análises.

4.4 Resultados e Discussão

Tendo como elemento para análise uma preforma cedida pela empresa Photon Kinects, com composição desconhecida, foi realizado um ciclo de medições varrendo todo

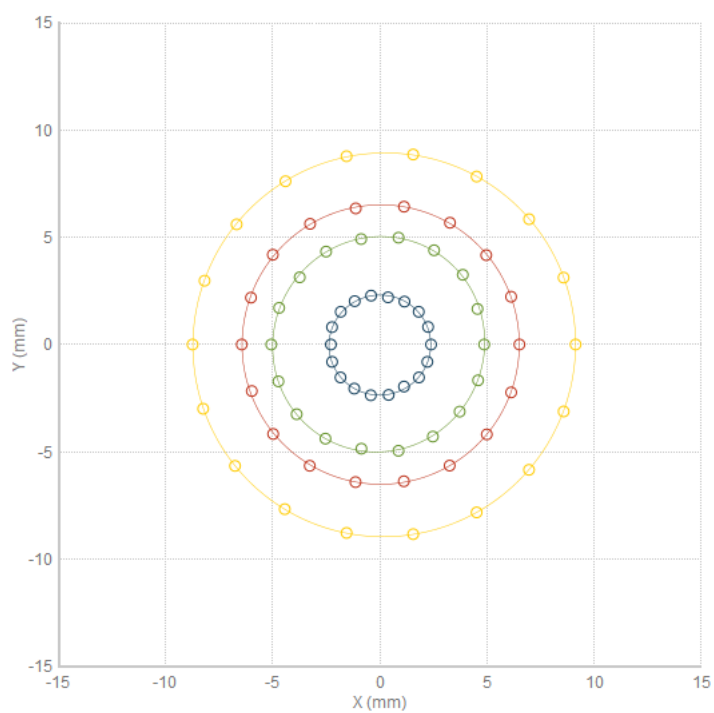
o eixo da preforma distantes 50 mm a cada inspeção até o limite de 400 mm. Conforme indicado nas Figuras 26 a 37, nota-se que a região útil da preforma fica entre 50 e 350 mm a partir da base da preforma.

Figura 26 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 50 mm da base da preforma.



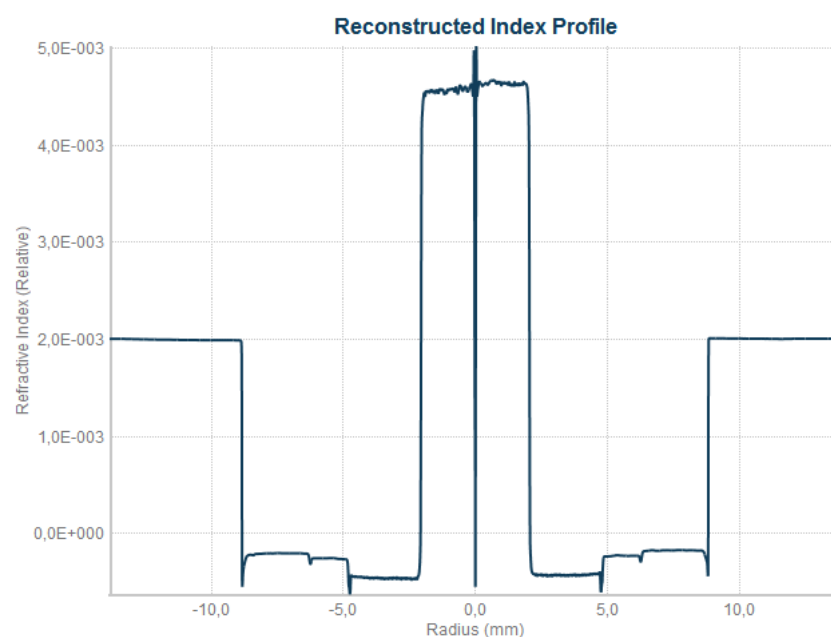
Fonte: o autor

Figura 27 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 50 mm da base da preforma.



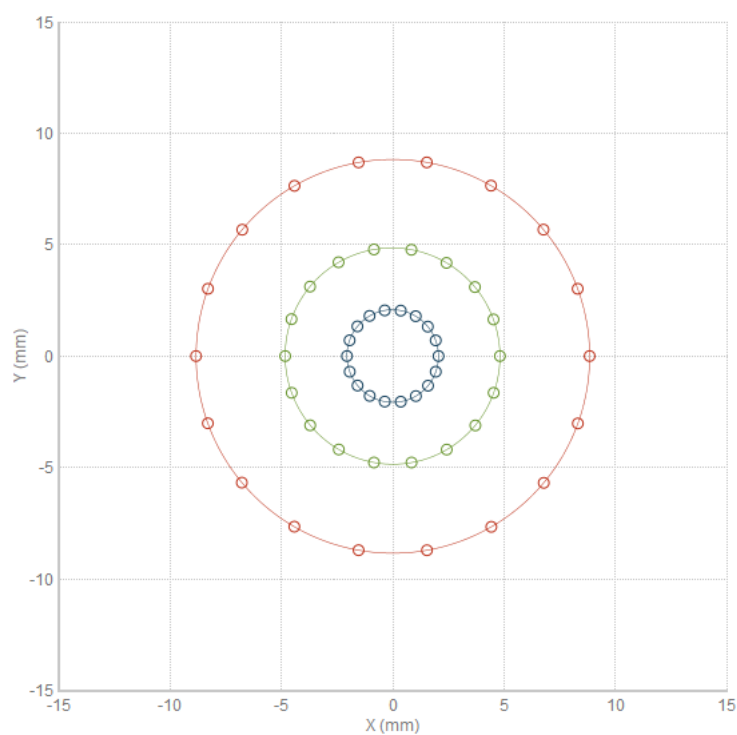
Fonte: o autor

Figura 28 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 100 mm da base da preforma.



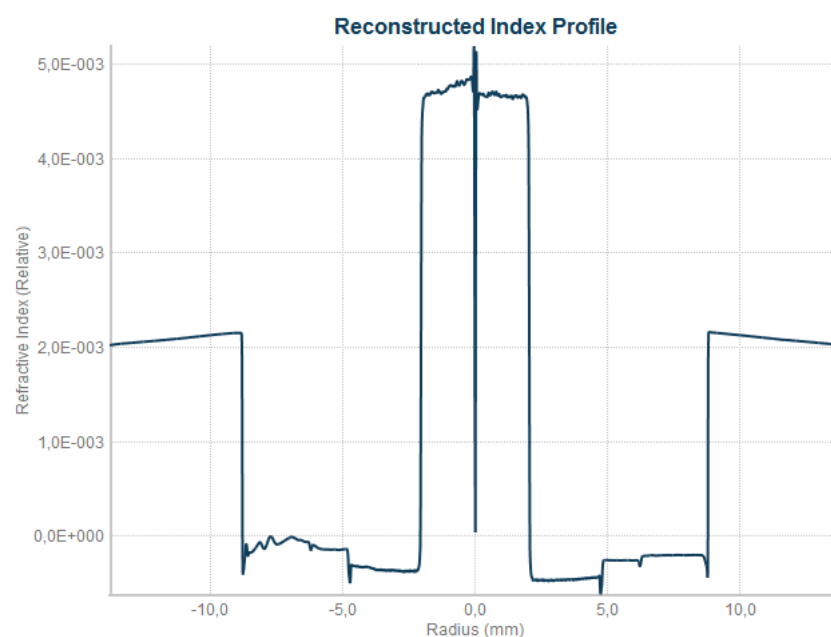
Fonte: o autor

Figura 29 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 100 mm da base da preforma.



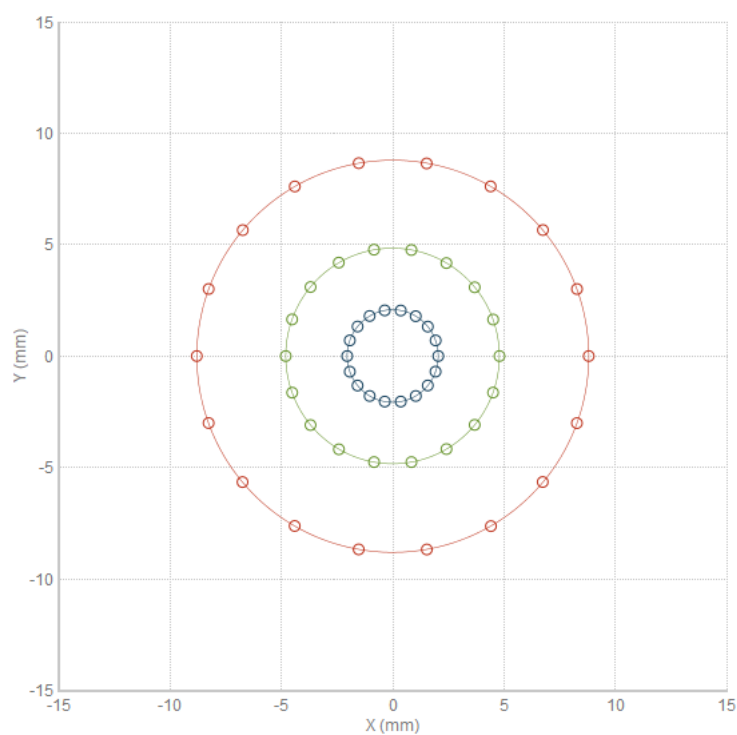
Fonte: o autor

Figura 30 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 200 mm da base da preforma.



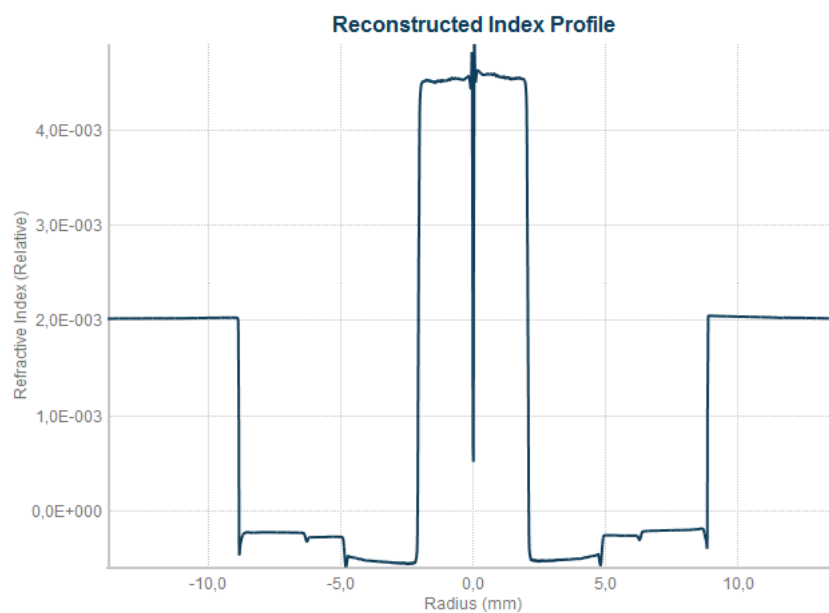
Fonte: o autor

Figura 31 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 200 mm da base da preforma.



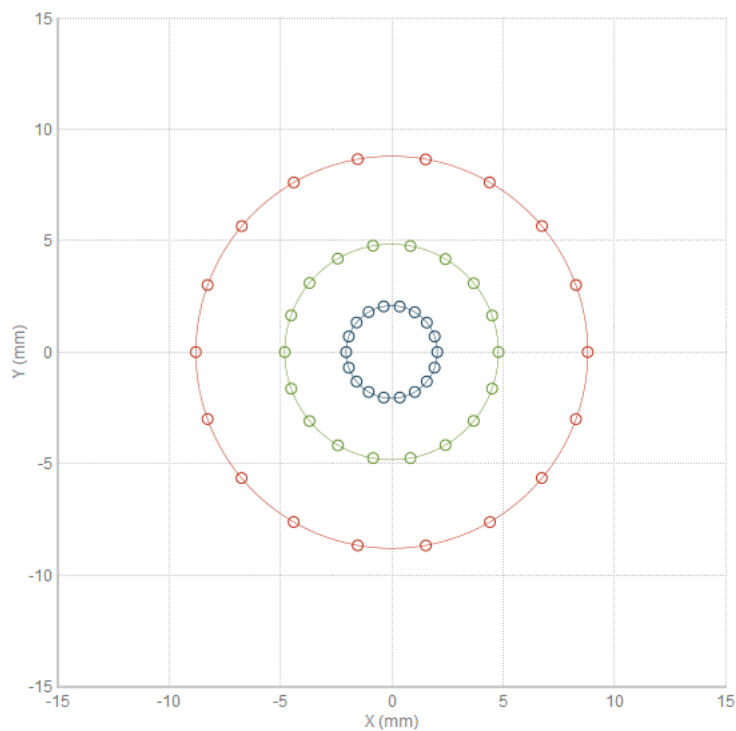
Fonte: o autor

Figura 32 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 300 mm da base da preforma.



Fonte: o autor

Figura 33 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 300 mm da base da preforma.



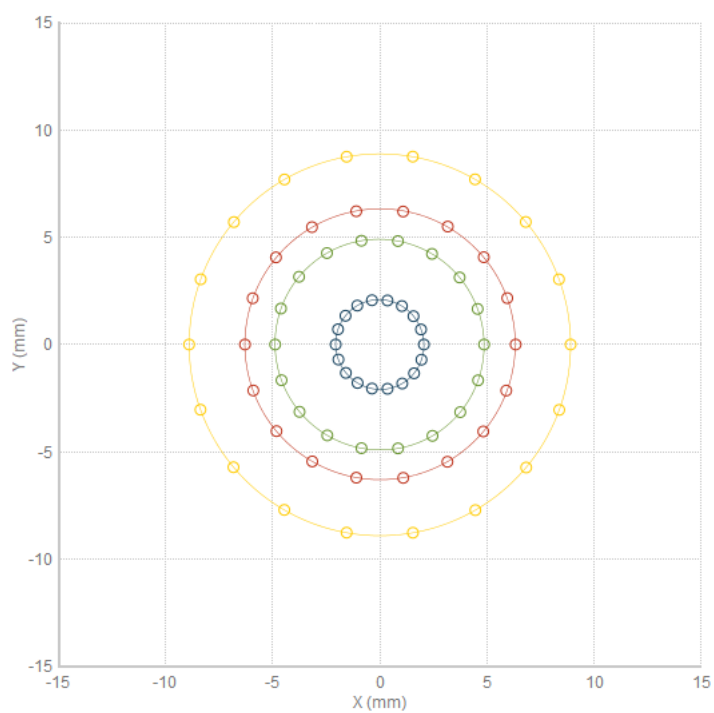
Fonte: o autor

Figura 34 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 350 mm da base da preforma.



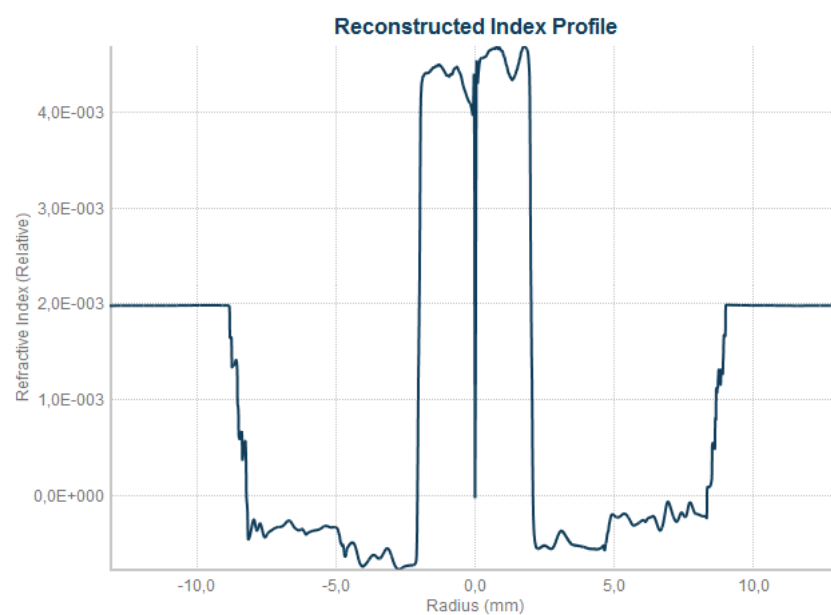
Fonte: o autor

Figura 35 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 350 mm da base da preforma.



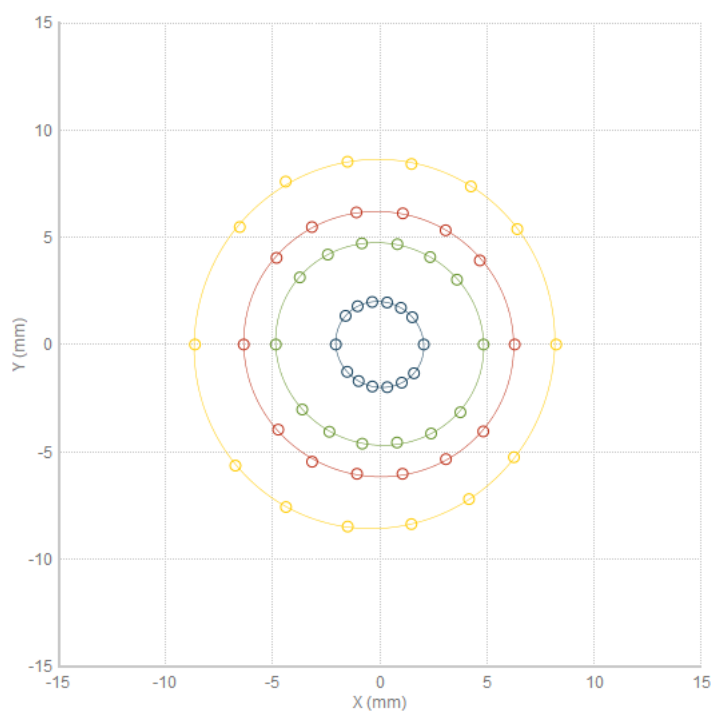
Fonte: o autor

Figura 36 – Perfil de índice de refração para análise de preforma teste no analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 400 mm da base da preforma.



Fonte: o autor

Figura 37 – Indicação dos pontos e camadas analisadas pelo analisador de preforma Photon Kinetics modelo 2650 a uma distância axial de 400 mm da base da preforma.



Fonte: o autor

Nota-se com as análises realizadas que a preforma possui perfil de índice do tipo degrau, com núcleo (*core*) bem definido e raio de 2 mm. Uma diferença no índice de refração também é observada em um raio de 5 mm, podendo ser associada a uma camada de revestimento (*cladding*). A pequena diferença que aparece no raio de 7 mm pode ser desconsiderada, uma vez que não exibe nenhuma mudança quantitativa no índice de refração. Por fim, a curva exibida no raio de 8,8 mm se dá pela diferença do índice de refração da preforma com o óleo que a mesma está inserida.

4.5 Conclusão do Capítulo

Pode-se concluir que as análises realizadas permitem uma caracterização da preforma quanto ao seu perfil de índice de refração com boa reprodutibilidade na faixa de 50 a 350 mm a partir da base da preforma, indicando assim que essa seja a região útil do material analisado.

Nota-se ainda uma preforma de índice degrau bem definido, com núcleo de 4 mm e duas camadas de revestimento.

5 CONCLUSÃO

O desenvolvimento do processo de produção MCVD associado as técnicas de dopagem para produção de preformas representa um avanço crucial na tecnologia de lasers de fibra, com potencial para transformar diversas áreas, como medicina, telecomunicações, manufatura e defesa. Este estudo permitiu aprofundar o entendimento sobre a importância e a complexidade envolvidas nesse processo de produção, que são essenciais na fabricação de dispositivos de lasers alta potência.

A simulação computacional utilizando a ferramenta de dinâmica dos fluidos computacional, permitiu utilizar o levantamento dos parâmetros de processo feito com base na literatura disponível e testar as combinações visando encontrar as respostas quanto a eficiência da reação.

Adicionalmente, foi desenvolvido um modelo teórico organizado em planejamento de experimentos do tipo fatorial composto central rotacional, tendo como parâmetros ajustáveis do processo a Temperatura, o fluxo total de gases e a velocidade de rotação do tubo substrato. A partir dos resultados gerados com a simulação de dinâmica dos fluidos computacional, foi construído um modelo empírico quadrático de resposta, onde, inserindo-se os parâmetros de processo, pode encontrar a resposta, no caso a eficiência da reação MCVD. Cumpre ressaltar que esse modelo pode ser testado empiricamente, e caso seja validado, ter-se-á um modelo válido que fornecerá a eficiência da reação para quaisquer combinações dos parâmetros de processo utilizados, dentro da faixa testada com intervalo de confiança de 95%. As simulações associadas a metodologia de planejamento de experimentos do tipo composto central rotacional permitiu, dentro da faixa de operação analisada, encontrar um ponto ótimo para o processo, ocorrendo em uma temperatura de 2100 K, com fluxo de 1,9 L/min e a velocidade de rotação do tubo substrato podendo ser mantida no nível mais conveniente, uma vez que essa não apresentou alteração com significância estatística na resposta estudada.

Com relação à parte experimental, foi possível realizar experimentos de análise do perfil do índice de refração de uma preforma com perfil degrau. Observou-se ainda que a região útil da fibra, ou seja, aquela que apresenta condições adequadas para ser trabalhada na etapa posterior, de puxamento, compreende-se entre 100 e 350 mm a partir da base da preforma.

Portanto, este trabalho demonstrou a importância da rota tecnológica adequada para o desenvolvimento da tecnologia de fibras ópticas dopadas com terras raras, bem como da utilização de simulações e planejamento de experimentos para reduzir os custos e o tempo, permitindo assim direcionar os primeiros experimentos.

Como sugestão para trabalhos posteriores, propõe-se:

1. Utilizar a metodologia de planejamento de experimentos desenvolvida para iniciar os testes com o equipamento MCVD e permitir a validação do modelo juntamente com o desenvolvimento do *knowhow* da máquina.
2. Utilizar o procedimento de análise do perfil do índice de refração apresentado para analisar as preformas produzidas.

REFERÊNCIAS

- BECKER, M. et al. First order fiber bragg grating inscription with femtosecond laser and reflection wavelengths from visible to infrared. In: SPIE. *23rd International Conference on Optical Fibre Sensors*. [S.l.], 2014. v. 9157, p. 393–396.
- BOX, G. E.; DRAPER, N. R. *Empirical model-building and response surfaces*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 1987.
- CHELLADURAI, S. J. S. et al. Optimization of process parameters using response surface methodology: A review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 37, p. 1301–1304, 2021.
- CHOUDHURY, N. et al. Graded-index ytterbium-doped optical fiber fabricated through vapor phase chelate delivery technique. *physica status solidi (a)*, Wiley Online Library, v. 216, n. 20, p. 1900365, 2019.
- EIDAM, T. et al. Femtosecond fiber cpa system emitting 830 w average output power. *Optics letters*, Optica Publishing Group, v. 35, n. 2, p. 94–96, 2010.
- EIDAM, T. et al. Experimental observations of the threshold-like onset of mode instabilities in high power fiber amplifiers. *Optics express*, Optica Publishing Group, v. 19, n. 14, p. 13218–13224, 2011.
- ENGHOLM, M. et al. On the origin of photodarkening resistance in yb-doped silica fibers with high aluminum concentration. *Opt. Mater. Express*, Optica Publishing Group, v. 11, n. 1, p. 115–126, Jan 2021. Disponível em: <<https://opg.optica.org/ome/abstract.cfm?URI=ome-11-1-115>>.
- FARIA, D. D.; SANTOS, L.; GONÇALVES, N. Uma demonstração sobre o espalhamento inelástico de luz: repetindo o experimento de raman. *Química nova*, SciELO Brasil, v. 20, p. 319–323, 1997.
- FUJIWARA, E. *Processo automatizado de fabricação de preformas aplicado a fibras opticas mantenedoras de polarização para sensores fotonicos*. Tese (Doutorado) — [sn], 2009.
- FURUSAWA, K. *Development of rare-earth doped microstructured optical fibres*. Tese (Doutorado) — University of Southampton, 2003.
- HOU, C. et al. Ytterbium-doped double-cladding fiber with 3.5 kw output power, fabricated by chelate gas phase deposition technique. *Optical Materials Express*, Optica Publishing Group, v. 6, n. 4, p. 979–985, 2016.
- JAUREGUI, C.; STIHLER, C.; LIMPET, J. Transverse mode instability. *Advances in Optics and Photonics*, Optical Society of America, v. 12, n. 2, p. 429–484, 2020.
- JOH, S.; GREIF, R. The effects of sicl₄ and gecl₄ oxidation, variable properties, buoyancy and tube rotation on the modified chemical vapor deposition process. *International journal of heat and mass transfer*, Elsevier, v. 38, n. 10, p. 1911–1921, 1995.
- KASHYAP, R. *Fiber Bragg Gratings*. [S.l.]: Academic press, 2009.
- KOESTER, C. J.; SNITZER, E. Amplification in a fiber laser. *Applied optics*, Optical Society of America, v. 3, n. 10, p. 1182–1186, 1964.

- LI, W. et al. Effects of fluorine on the properties of yb/ce co-doped aluminosilicate preforms prepared by mcvd with organic chelate precursor doping technique. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Elsevier, v. 449, p. 119–124, 2016.
- LI, Y. et al. Yb-doped aluminophosphosilicate ternary fiber with high efficiency and excellent laser stability. *Optical Fiber Technology*, Elsevier, v. 41, p. 7–11, 2018.
- MEARS, R. J. et al. Low-noise erbium-doped fibre amplifier operating at 1.54 μm . *Electronics letters*, IET, v. 23, n. 19, p. 1026–1028, 1987.
- MONTGOMERY, D. C. *Design and analysis of experiments*. [S.l.]: John wiley & sons, 2017.
- NACCACHE, M. F. *estudo da deposição termoforética de partículas na fabricação de fibras ópticas*. Tese (Doutorado) — PUC - Rio de Janeiro, 1986.
- NAGEL, S. R.; MACCHESNEY, J. B.; WALKER, K. L. An overview of the modified chemical vapor deposition (mcvd) process and performance. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, IEEE, v. 30, n. 4, p. 305–322, 1982.
- NGUYEN, T. B. *Determining rare earth dopant concentrations in optical fibres and waveguides*. Tese (Doutorado) — Victoria University of Technology, 2004.
- NOVAES, C. et al. Otimização de métodos analíticos usando metodologia de superfícies de resposta-parte i: variáveis de processo. *Revista virtual de química*, v. 9, n. 3, p. 1184–1215, 2017.
- NOVOZÁRNSKÝ, A. *Software for tomographic reconstruction of refractive index profile of special optical fiber preform*. Tese (Doutorado) — Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering, Czech Technical University, 2010.
- PASCHOTTA, R. et al. Ytterbium-doped fiber amplifiers. *IEEE Journal of quantum electronics*, IEEE, v. 33, n. 7, p. 1049–1056, 1997.
- PASCHOTTA, R. et al. *Encyclopedia of laser physics and technology*. [S.l.]: Wiley Online Library, 2008. v. 1.
- PERETTI, R.; GONNET, C.; JURDYC, A.-M. Revisiting literature observations on photodarkening in yb³⁺ doped fiber considering the possible presence of tm impurities. *Journal of Applied Physics*, AIP Publishing, v. 112, n. 9, 2012.
- POOLE, S. et al. Fabrication and characterization of low-loss optical fibers containing rare-earth ions. *Journal of Lightwave Technology*, IEEE, v. 4, n. 7, p. 870–876, 1986.
- SAHA, M. et al. Physicochemical study of rare earth β -diketonate precursor for optimizing mcvd-vapor phase doping technique. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, IOP Publishing, v. 6, n. 8, p. P517, 2017.
- SAHA, M. et al. Yb-doped pedestal silica fiber through vapor phase doping for pulsed laser applications. *IEEE Photonics Technology Letters*, IEEE, v. 28, n. 9, p. 1022–1025, 2016.
- SAHA, M.; SEN, R. Synthesis and characterization of rare earth-doped silica nanoparticles for optimizing vapor phase doping technique. *International Journal of Applied Glass Science*, Wiley Online Library, v. 9, n. 3, p. 364–372, 2018.
- SHE, S. et al. Yb/ce codoped aluminosilicate fiber with high laser stability for multi-kw level laser. *Journal of Lightwave Technology*, IEEE, v. 38, n. 24, p. 6924–6931, 2020.

SHI, W. et al. Fiber lasers and their applications. *Applied optics*, Optical Society of America, v. 53, n. 28, p. 6554–6568, 2014.

TOWNSEND, J.; POOLE, S.; PAYNE, D. Solution-doping technique for fabrication of rare-earth-doped optical fibres. *Electronics letters*, IET, v. 23, n. 7, p. 329–331, 1987.

UNGER, S. et al. A highly efficient yb-doped silica laser fiber prepared by gas phase doping technology. *Laser Physics*, IOP Publishing, v. 24, n. 3, p. 035103, 2014.

ZERVAS, M. N.; CODEMARD, C. A. High power fiber lasers: a review. *IEEE Journal of selected topics in Quantum Electronics*, IEEE, v. 20, n. 5, p. 219–241, 2014.

ZHANG, Z. et al. Low-numerical aperture confined-doped long-tapered yb-doped silica fiber for a single-mode high-power fiber amplifier. *Optics Express*, Optica Publishing Group, v. 30, n. 18, p. 32333–32346, 2022.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

**O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada
à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela
Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do
Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.**