

Dottorato di Ricerca in Fisica XXXI ciclo

Dottoranda: Marilena Giglio

Titolo progetto di ricerca: **TECNICHE SPETTROSCOPICHE INNOVATIVE PER LA RIVELAZIONE DI TRACCE GASSOSE**

Tutor: Prof. Vincenzo Spagnolo

### **Relazione finale del primo anno**

Le attività svolte durante il primo anno di dottorato sono state incentrate sia sulla formazione, sia sulla ricerca.

Il **percorso formativo** da me seguito è costituito di 8 corsi, ciascuno da 2 CFU, scelti in affinità con il mio profilo scientifico ed i miei interessi professionali. A conclusione di ciascun corso è stato sostenuto un esame con relativa produzione di un elaborato scritto. L'elenco dei corsi seguiti è riportato di seguito:

- 1) Management and knowledge of European research model and promotion of research results
- 2) How to prepare a technical speech in English
- 3) LabView introductory Course
- 4) Complex Systems
- 5) Optical sensors
- 6) Principles of optoelectronic and photonic sensors
- 7) Programming FPGA with LabView
- 8) Gaseous detectors

L'**attività di ricerca** è stata svolta in accordo con gli obiettivi proposti in sede di presentazione del progetto di ricerca. Lo scopo è stato la realizzazione di sensori di gas che rispondano all'esigenza di alta sensibilità, selettività e capacità di effettuare misure continue, in-situ e in tempo reale. In particolare, il primo anno di dottorato è stato focalizzato sulla tecnica di spettroscopia fotoacustica a diapason di quarzo (Quartz Enhanced PhotoAcoustic Spectroscopy-QEPAS), sviluppando due diversi filoni di ricerca. Da una parte, sono stati studiati, progettati e realizzati sensori di gas che impiegano, come elemento sensibile, un diapason di quarzo standard, del tutto analogo a quelli usati negli orologi analogici. In quest'ambito sono stati progettati e realizzati:

- Sensore di H<sub>2</sub>O, al fine di studiare i limiti di rivelazione dei sensori QEPAS ed individuare i distinti contributi al rumore mediante tecniche statistiche;
- Sensore di SF<sub>6</sub>, al fine di monitorare perdite in sistemi meccatronici ad alta tenuta. Tale sensore è stato realizzato in collaborazione con la MASMEC S.p.A. ed è attualmente in test presso la stessa azienda.

D'altra parte, dal momento che i diapason di quarzo commerciali sono ottimizzati per misure di tempo, l'attività di ricerca è stata anche dedicata alla progettazione di nuovi diapason, ottimizzati per scopi spettroscopici. In particolare, ci si è concentrati su:

- Studio delle proprietà elettro-elastiche e optoacustiche di diapason di quarzo innovativi;
- Realizzazione di un sensore QEPAS di CH<sub>3</sub>OH basato su un diapason innovativo ed operante nel range spettrale del THz.

Parte dell'attività di ricerca è stata anche dedicata allo studio di nuove fibre di tipo Hollow-Core che hanno permesso di ottenere fasci in un uscita di tipo Gaussiano, con basse perdite di trasmissione, nel range spettrale 3.7-7.6  $\mu\text{m}$ . Questo tipo di fibre viene utilizzato per accoppiare la sorgente laser con il sensore fotoacustico.

Infine, durante il primo anno di dottorato mi è stato conferito un incarico di 40 ore per l'espletamento di **attività didattico-integrative** per l'insegnamento "Fisica Generale A" (12 CFU) presso il Corso di studio in Ingegneria Elettronica e delle Telecomunicazioni del Dipartimento di Ingegneria Elettrica e dell'Informazione.

Passo ora a descrivere i vari filoni di ricerca sviluppati nel primo anno.

### **Allan Deviation Plot per l'analisi della stabilità di un sensore QEPAS su lunghi tempi**

Una delle figure di merito dei sensori di gas è la sensibilità che, per un sensore QEPAS, è definita come la concentrazione di gas che darebbe un rapporto segnale – rumore (SNR) uguale a 1. La sensibilità del sensore può quindi essere migliorata abbassando il rumore, ovvero mediando il segnale. Da un punto di vista teorico, il segnale di un sensore del tutto stabile può essere mediato su tempi infiniti. In pratica, però, un sensore reale ha una limitata stabilità temporale. Esiste, dunque, un tempo di integrazione del segnale limite oltre il quale emergono effetti di deriva che peggiorano la sensibilità del sensore.

La tecnica utilizzata per determinare quanto a lungo un segnale può essere mediato prima che sorgenti di rumore (quali instabilità in potenza o temperatura del laser, derive meccaniche, frange di interferenza) compromettano la sensibilità del sensore, è la Allan Deviation Analysis. Dato un segnale, questa tecnica consiste nell'integrare tale segnale su diversi tempi d'integrazione, ricavare il relativo livello di rumore e ottenere un grafico del rumore in funzione del tempo di integrazione (Allan Plot deviation).

Nell'esperimento condotto in laboratorio è stato realizzato un sensore QEPAS per la rivelazione di vapori di H<sub>2</sub>O che sfrutta la riga di assorbimento dell'acqua a 6.2371  $\mu\text{m}$ . L'Allan Deviation Analysis di tale segnale è stata effettuata sviluppando un programma LabView dedicato.

I risultati ottenuti sono mostrati in figura 1. In un primo set di misure si è voluta analizzare la stabilità del sensore effettuando l'Allan Analysis del segnale QEPAS acquisito quando il laser è spento (curva nera della figura 1 (a)), quando è funzionante ma con lunghezza d'onda di emissione diversa da quella di assorbimento dell'acqua (*off-resonance*, curva blu della figura 1

(a) e quando è funzionante con lunghezza d'onda di emissione pari a quella di assorbimento dell'acqua (*on-resonance* curva rossa della figura 1 (a)). Si può osservare che, nel caso in cui il laser è spento o in funzione, ma con emissione lontana dalla riga di assorbimento dell'acqua, il sensore è dominato dal rumore termico. Nel caso in cui, invece, il laser ha lunghezza d'onda di emissione pari a quella di assorbimento dell'acqua, l'Allan plot segue l'andamento del rumore termico sino a un tempo di integrazione di 275 s, ove si raggiunge un minimo del rumore. Per tempi più lunghi, il rumore ricomincia ad aumentare e la sensibilità peggiora. Tale andamento può essere attribuito a fluttuazioni dell'intensità del laser su lunghi tempi. Per dimostrare tale ipotesi, si è effettuata l'Allan Analysis del segnale acquisito, contestualmente alle misure precedenti, da un rivelatore piroelettrico posto a valle del sensore QEPAS. I grafici dell'Allan plot del segnale del rivelatore e del segnale QEPAS acquisito con laser acceso *on-resonance* sono mostrati in figura 2 (b). Dal confronto tra i due grafici si evince che, per tempi di integrazione inferiori a 275 s, il contributo al rumore del segnale QEPAS dato dalle fluttuazioni del laser è trascurabile. Per tempi di integrazioni più lunghi, invece, tale contributo diventa dominante e compromette la stabilità su lunghi tempi del sensore QEPAS, peggiorandone, dunque, la sensibilità.

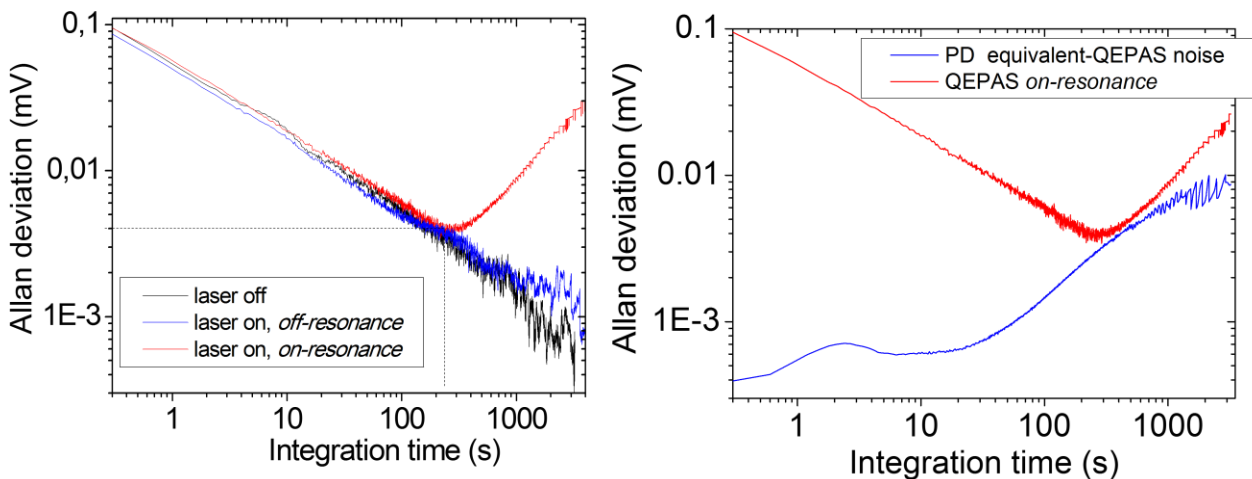


Figura 1: Allan plot del segnale QEPAS (a) quando il laser è spento (*laser off*), acceso ma con lunghezza d'onda di emissione diversa da quella di assorbimento dell'acqua (*off-resonance*) e acceso con lunghezza d'onda di emissione pari a quella di assorbimento dell'acqua (*on-resonance*). Confronto degli Allan plot del segnale QEPAS *on-resonance* e del segnale del rivelatore piroelettrico (b).

### Sensore di perdite di esafluoruro di zolfo basato sulla tecnica QEPAS

Lo sviluppo di sensori di perdite ha trovato, negli ultimi anni, applicazione in svariati campi: dalla mecatronica alla biotecnologia, dall'industria automobilistica a quella petrolchimica.

In collaborazione con la MASMEC S.p.A abbiamo sviluppato un sensore QEPAS capace di testare le valvole degli iniettori dei motori diesel, usando come gas tracciante della perdita l'esafluoruro

di zolfo ( $\text{SF}_6$ ). In un primo momento è stato realizzato e calibrato il sensore di  $\text{SF}_6$ , usando l'apparato sperimentale mostrato in figura 2 (a). La sorgente laser utilizzata è un laser a cascata quantica a cavità esterna (EC-QCL), con lunghezza d'onda di emissione pari a  $10.56 \mu\text{m}$ , ove cade una riga di assorbimento dell' $\text{SF}_6$ . Il fascio emesso dal laser, controllato in temperatura e corrente dal Chiller e dal generatore di corrente, rispettivamente, viene accoppiato in fibra e successivamente focalizzato tra i rebbi del diapason di quarzo, posto all'interno di un modulo di rivelazione acustica, ADM, in cui viene fatto fluire il gas di interesse. Le misure vengono effettuate applicando al generatore di corrente una modulazione veloce a frequenza  $f/2$ , con  $f$  la frequenza di risonanza del diapason di quarzo (QTF), ed una rampa lenta che permette di effettuare una scansione spettrale, il tutto mediante un generatore di forme d'onda. Per effetto fotoacustico, le molecole di  $\text{SF}_6$ , eccitate dal laser, rilassano in modo non radiativo, per urti reciproci, producendo un aumento di temperatura, e quindi pressione, del gas. Se il laser viene quindi modulato, il gas si espande e comprime alla frequenza di modulazione generando, dunque, un'onda acustica. Se la frequenza di modulazione o una sua armonica coincide con quella di risonanza, il diapason di quarzo risulta risonante con l'onda di pressione e, per effetto piezoelettrico, genera un segnale di corrente. Il segnale prodotto dalla QTF viene trasdotto in tensione, amplificato ( $\times 30$ ) ed inviato ad un amplificatore lock-in, che demodula il segnale alla frequenza  $f$ . A valle dell'ADM è posta una cella di riferimento riempita con una miscela di 0.1% di  $\text{SF}_6$  in  $\text{N}_2$ , oltre la quale è fissato un rivelatore piroelettrico, che permette di misurare la potenza assorbita e fornire un riferimento spettrale per l'identificazione del segnale QEPAS generato dall' $\text{SF}_6$ . I segnali dei lock-in vengono successivamente acquisiti su un PC usando una scheda DAQ della National Instruments.

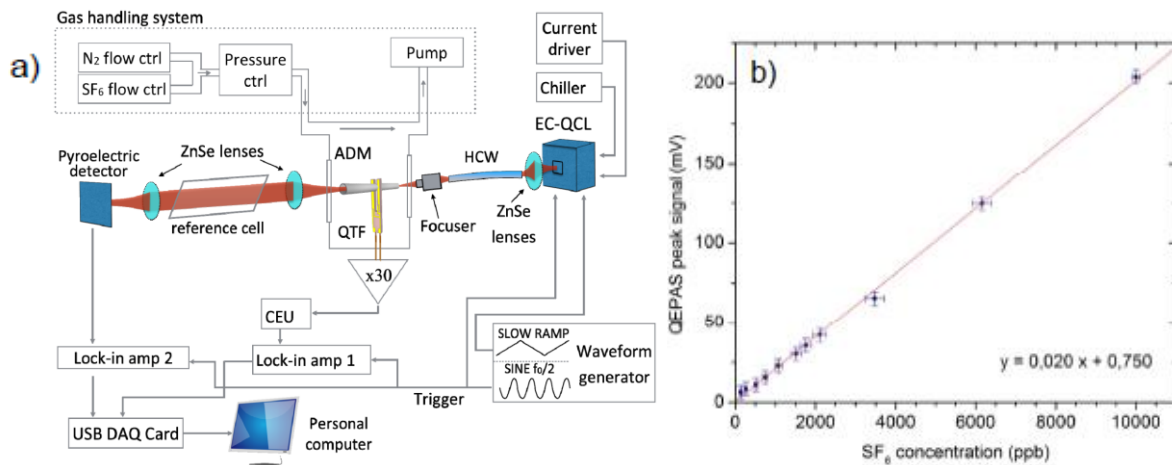


Figura 2: Apparato sperimentale del sensore QEPAS di  $\text{SF}_6$  (a) e curva di calibrazione del sensore

Le misure sono state effettuate a partire da una miscela certificata di 10 ppm di  $\text{SF}_6$  in  $\text{N}_2$ , in corrispondenza della quale si è ottenuto un segnale QEPAS di 220 mV. Successivamente, la miscela è stata diluita e, dopo aver registrato i valori di picco del segnale QEPAS per ciascuna diluizione, è stata costruita la curva di calibrazione del sensore, riportata in figura 2 (b). I dati sperimentali sono stati fittati con una curva di tipo lineare  $y=ax + b$ , con  $y$  il segnale QEPAS e  $x$  la

concentrazione. I valori dei parametri  $a$  e  $b$  trovati sono, rispettivamente  $a = 0.020$  mV/ppb e  $b = 0.750$  mV, dove  $b$  rappresenta il rumore di background.

Il sensore è stato successivamente implementato su un banco di prova per il test di tenuta di valvole impiegate negli iniettori dei motori diesel (figura 3). Le valvole utilizzate sono costituite da due camere interne, ognuna con un foro, separate da una valvola, su cui preme un pistone a pressione per isolare le due camere. Nella prima viene fatto fluire azoto puro, mentre nella seconda viene inviata una miscela di 1% di  $SF_6$  in  $N_2$ , ad una sovra pressione  $\Delta P$  rispetto all'azoto nella prima camera. In assenza di difetti, il pistone è in grado di mantenere separate le due camere e l'azoto nella prima camera resta incontaminato. Sono state realizzate diverse valvole con difetti, ove il malfunzionamento è stato simulato ponendo dei fili metallici tra i fori delle due camere. In tal caso, il pistone non è in grado di isolare completamente le due camere e, a causa della sovra pressione, l'azoto nella prima camera viene contaminato. La miscela gassosa viene inviata al rivelatore QEPAS che è in grado di misurare la concentrazione di  $SF_6$  e quindi il livello di perdita.

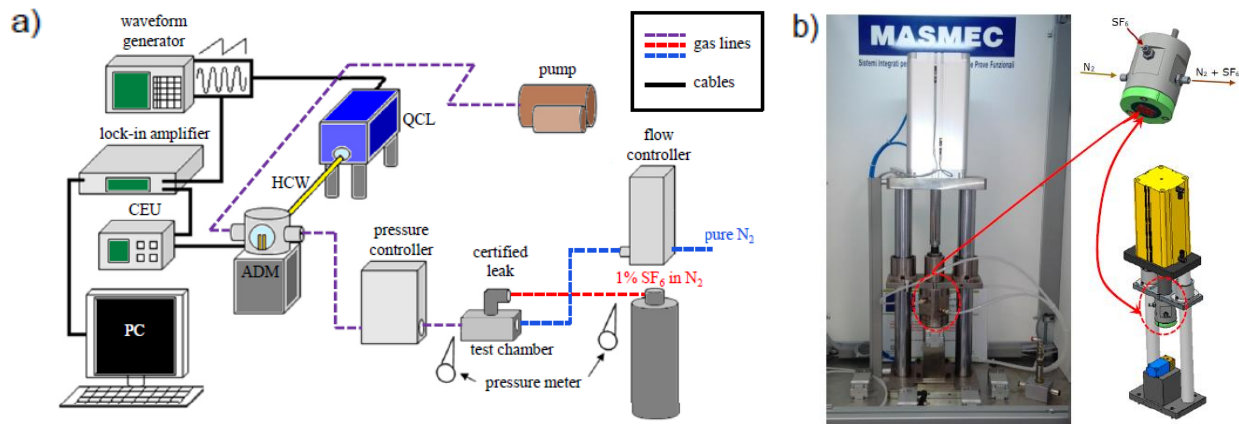


Figura 3: Diagramma a blocchi del sensore di perdita per test di valvole installato presso la MASMEC S.p.A (a), diagramma a blocchi e foto della valvola (b)

In primo luogo, ci si è sincerati che, testando una valvola senza difetto, il segnale QEPAS misurato era pari al rumore di background. Successivamente, si è passati alla misura del segnale QEPAS quando venivano testate valvole con difetti (perdite) realizzati con fili di diversa dimensione. A partire dalla misura del segnale, le perdite  $F_L$  sono state stimate usando la relazione:

$$F_L = \frac{F_C(S - b)}{aC_{SF_6} - (S - b)}$$

dove  $F_C$  è il flusso di azoto utilizzato (0.67 mbar·l/s),  $S$  è il segnale di picco QEPAS misurato alla sovra pressione  $\Delta P$  e  $C_{SF_6}$  è la concentrazione di  $SF_6$  in  $N_2$  usata. Il più piccolo difetto misurato ha flusso di perdita pari a  $6.7 \cdot 10^{-4}$  mbar·l/s. Considerati il rapporto segnale rumore del sistema e la possibilità di integrare il segnale per tempi più lunghi, e considerando l'utilizzo di  $SF_6$  puro come gas tracciante, la sensibilità del sensore realizzato può raggiungere i  $\sim 4.5 \cdot 10^{-9}$  mbar·l/s, valore al di sopra di quella raggiunta usando i liquidi penetranti (tecnica tipicamente usata per la ricerca

di perdite) e confrontabile con quella di tecniche ben più costose che utilizzano spettroscopia di massa o radioisotopi.

### Studio delle proprietà elettro-elastiche e optoacustiche di diapason di quarzo innovativi (custom QTFs)

I diapason di quarzo sono comunemente usati nei dispositivi in cui è necessario un riferimento di frequenza stabile. Il loro principale impiego è negli orologi ma, negli ultimi anni, essi sono stati utilizzati per applicazioni molto diverse: microscopia a forze atomiche, microscopia ottica a campo vicino, spettroscopia optoacustica, misura di viscosità, velocità e accelerazione. L'uso dei diapason di quarzo in una tale varietà di campi rende necessario uno studio dettagliato della dipendenza delle loro performance dalle dimensioni, quali lunghezza  $L_p$ , larghezza  $T$ , spessore  $w$  e spaziatura dei rebbi  $s$ . In particolare, nel nostro studio ci si è concentrati sulla ricerca delle relazioni tra le figure di merito dei diapason in termini di sensoristica optoacustica di gas (ovvero frequenza di risonanza, fattore di qualità e resistenza elettrica) e i parametri geometrici. Tale studio è stato condotto sia da un punto di vista teorico, elaborando un modello per tali relazioni, sia sperimentalmente, realizzando e testando un set di diapason *custom* aventi diversi valori di  $L_p$ ,  $T$ ,  $w$  e  $s$ , come mostrato in figura 4.

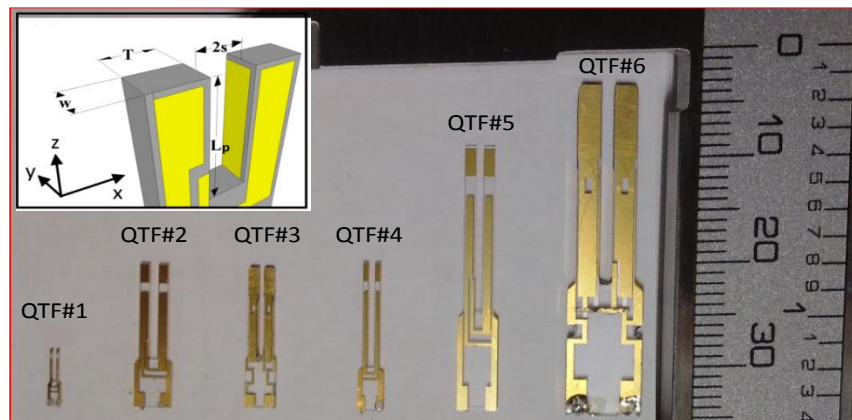


Figura 4: Set di 6 QTF custom realizzato per studiare la correlazione tra le figure di merito e i parametri geometrici. Insetto: schema delle dimensioni delle QTF

I diapason di quarzo (QTF) sono costituiti da due rebbi fissati ad una base. Le proprietà piezoelettriche del quarzo sono tali per cui una deformazione meccanica del diapason genera un eccesso di carica. Il moto di ogni rebbio può essere descritto come un singolo oscillatore armonico, trascurando l'accoppiamento con l'altro e, per piccole oscillazioni di ampiezza, utilizzando un modello unidimensionale, le frequenze di risonanza nel vuoto sono date da:

$$f_{n,vac} = \frac{\pi T}{8\sqrt{12}L_p^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} V_n^2$$

Dove  $\rho = 2650 \text{ kg/m}^3$  è la densità del quarzo,  $E = 72 \text{ GPa}$  è la componente del modulo di Young del quarzo nel piano di vibrazione della QTF,  $\nu_n=0 = 1.194$  per il modo di oscillazione flessurale fondamentale. Nel modo fondamentale, ciascun rebbio vibra con un ventre in punta e un nodo alla base della QTF. La potenza media assorbita è massima alla frequenza fondamentale  $f_0$  ed è data da:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_0}{m_e}}$$

dove  $m_e = 0.24267$  è la massa effettiva di un rebbio. La costante elastica  $k_0$  del modo fondamentale è determinata da:

$$k_0 = 0.2575 \frac{T^3 w E}{L_p^3}$$

Una figura di merito del diapason è il fattore di qualità  $Q$ , definito dal rapporto tra la frequenza di risonanza e la larghezza a mezza altezza (FWHM) della curva di risonanza  $\Delta f$ . Il fattore di qualità risulta dipendere dalle dimensioni del diapason secondo la relazione:

$$Q = \frac{f}{\Delta f} \sim \frac{T w}{L_p}$$

La QTF può essere modellata sia come oscillatore meccanico che come circuito RLC. In tal caso, la dipendenza della resistenza elettrica dalle dimensioni della QTF è data da:

$$R = \frac{L_p^2}{w \sqrt{T}}$$

Elaborato il modello teorico, le 6 QTF custom sono state eccitate con un segnale di tensione sinusoidale e, variandone la frequenza, sono stati ottenuti i profili delle curve di risonanza. I parametri fondamentali delle QTF sono stati ricavati effettuando misure ad una pressione di 50 Torr. I risultati sperimentali hanno mostrato un ottimo accordo con la previsione teorica, confermando che la frequenza di risonanza, il fattore di qualità e la resistenza elettrica variano con i parametri geometrici dei diapason, secondo le relazioni:  $f \sim T/L_p^2$ ,  $Q \sim T w/L_p$ ,  $R \sim L_p/(w \sqrt{T})$ . Come esempio, in figura 5 sono riportati i risultati ottenuti per il fattore di qualità e la resistenza elettrica.

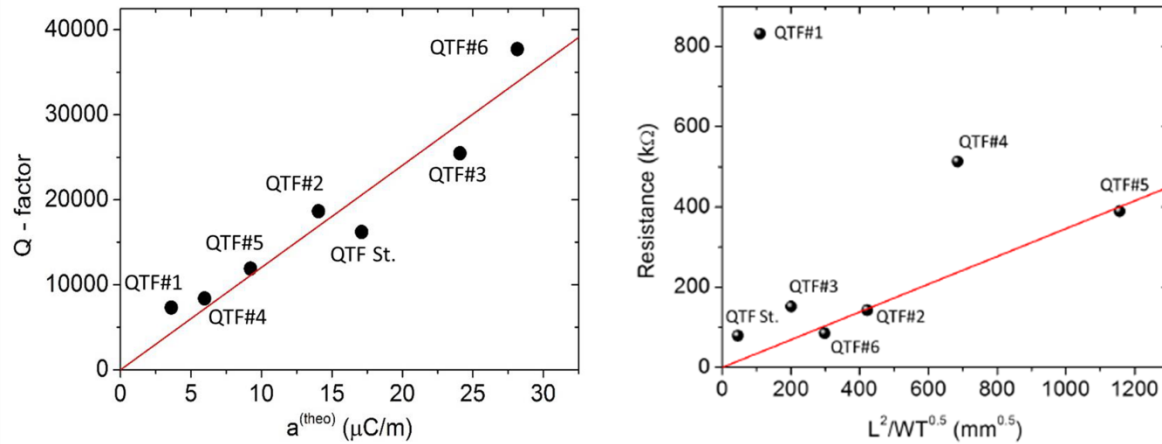


Figura 5: Risultati sperimentali ottenuti per il fattore di qualità e la resistenza elettrica in funzione dei parametri geometrici delle QTF custom.  $a$  è la costante caratteristica del diapason, proporzionale a  $Tw/Lp$ .

### Rivelazione di metanolo nel THz mediante un sensore QEPAS che utilizza un diapason custom

La realizzazione di QTF custom ha reso possibile l'estensione della spettroscopia fotoacustica a diapason di quarzo alla regione del THz. Infatti, la distanza tra i rebbi di un diapason standard è di  $300 \mu\text{m}$ , pari alla lunghezza d'onda di una tipica sorgente THz. In tal caso, è impossibile focalizzare un fascio THz tra i rebbi senza che questi vengano colpiti dalla radiazione (causando, dunque, un livello di rumore estremamente alto). La QTF # 5 è stata dunque utilizzata per realizzare un sensore QEPAS per rivelare tracce di metanolo. L'apparato sperimentale è mostrato in figura 6. Il fascio emesso da un laser a cascata quantica (potenza ottica di uscita  $40 \mu\text{W}$ ), controllato in temperatura e corrente dal Temperature controller e dal generatore di corrente rispettivamente, viene focalizzato mediante due specchi parabolici tra i rebbi del diapason, posto all'interno di un modulo di rivelazione acustica, ADM, in cui viene fatto fluire il gas di interesse. Le misure vengono effettuate applicando al generatore di corrente una modulazione veloce a frequenza  $f$ , con  $f$  la frequenza di risonanza del diapason. Viene anche applicata una rampa lenta in modo da effettuare una scansione spettrale. Il segnale prodotto dalla QTF viene trasdotto in tensione, amplificato ed inviato ad un amplificatore lock-in, che demodula il segnale alla frequenza  $f$ , con tempo di integrazione di 3 s.



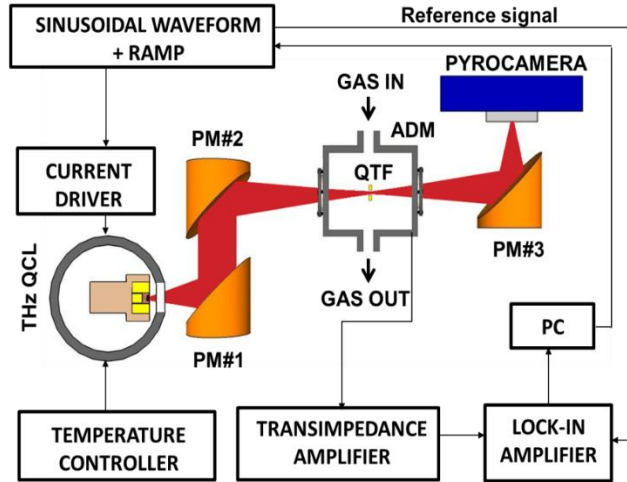


Figura 6: Apparato sperimentale del sensore THz QEPAS per rivelazione di metanolo

In figura 7 sono mostrati i profili del fascio acquisiti da una videocamera piroelettrica posta nel piano focale del terzo specchio parabolico, a valle dell'ADM, quando il fascio viene fatto passare al di sopra della QTF (a) e tra i rebbi della QTF (b). Si può osservare che, nel caso (b), il fascio non risulta tagliato o deformato; inoltre, la potenza misurata nel caso (b) differisce di meno del 4% da quella misurata nel caso (a). Ciò quindi conferma che il fascio è ben focalizzato tra i rebbi del diapason.

Il segnale QEPAS misurato facendo fluire all'interno dell'ADM 100 ppm di metanolo, ad una pressione di 10 Torr, è di 1.8 mV, con un livello di rumore 30  $\mu$ V. Il limite di rivelazione del sensore QEPAS integrando il segnale a 3 s è 1.7 ppm. L'Allan Analysis ha poi mostrato che la sensibilità del sensore può essere migliorata sino a 160 ppb usando un tempo di integrazione di 30 s. Il corrispondente valore del NNEA è di  $3.75 \times 10^{-11} \text{ cm}^{-1}\text{W}/\text{Hz}^{1/2}$ , valore record per i sensori QEPAS.

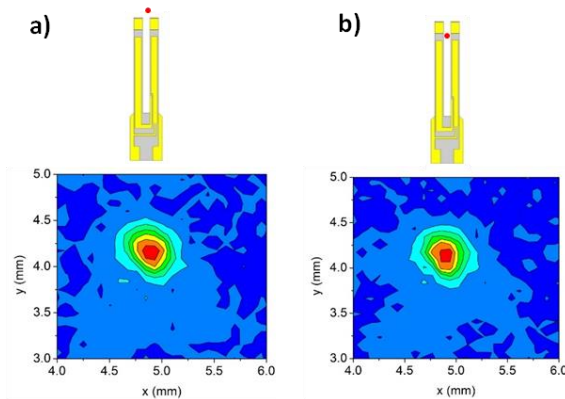


Figura 7: Profili del fascio acquisiti da una videocamera piroelettrica posta nel piano focale del terzo specchio parabolico, quando il fascio viene fatto passare al di sopra della QTF (a) e tra i rebbi della QTF (b).

## Accoppiamento di fibre Hollow-Core con laser a cascata quantica nell'intervallo spettrale 3.7-7.6 $\mu\text{m}$

Uno dei requisiti fondamentali perché un laser possa essere usato come sorgente in un sensore QEPAS è che abbia un modo d'uscita circolar simmetrico, quanto più vicino al modo TEM<sub>00</sub>. Inoltre, definito il parametro  $M^2$  come il rapporto tra l'angolo di divergenza del fascio e quello di un fascio Gaussiano a diffrazione limitata, altra richiesta è che il fascio sia caratterizzato da un valore  $M^2$  compreso tra 1 e 1.3.

I laser commercialmente disponibili hanno spesso una bassa qualità spaziale ed il loro impiego in un sensore QEPAS richiede l'uso di lenti e diaframmi. Un'alternativa è quella di guidare il fascio in fibre ottiche. Recentemente è stato dimostrato che è possibile usare le fibre Hollow-Core (HCW) come filtri modali nel medio infrarosso. Tali fibre sono composte da tubi cilindrici capillari sui quali sono depositati strati di metallo-dielettrico. I modi che si propagano in fibra sono dei modi ibridi, caratterizzati da diversi coefficienti di attenuazione. Il modo fondamentale, caratterizzato da perdite più basse, ha una distribuzione di potenza simile a quella di un fascio Gaussiano.

Nel nostro lavoro abbiamo testato le performance di fibre ottiche Hollow-Core (HCW) prodotte dalla OptoKnoweldge Systems Inc. (OKSI). Tali fibre hanno diametro interno  $d$  di 200  $\mu\text{m}$  e lunghezza di 15, 30 e 50 cm. Per dimostrare la possibilità di poter ottenere fasci in uscita singolo modo per lunghezze d'onda nella regione del medio infrarosso, tali fibre sono state accoppiate con 4 laser a cascata quantica (QCLs), con lunghezza di emissione a 7.3, 4.9, 4.5, e 3.7  $\mu\text{m}$ . Il sistema di accoppiamento, mostrato in figura 8, consta di un sistema optomeccanico con lente focalizzazione e connettore SMA. Per ciascuna sorgente è stata scelta una lente avente lunghezza focale tale da garantire che il rapporto  $2\omega_0/d$  fosse 0.64, ove  $\omega_0$  è il diametro del fascio all'ingresso della fibra. Tale valore, infatti, è stato dimostrato essere quello che garantisce propagazione di singolo modo con condizioni minime di perdite.

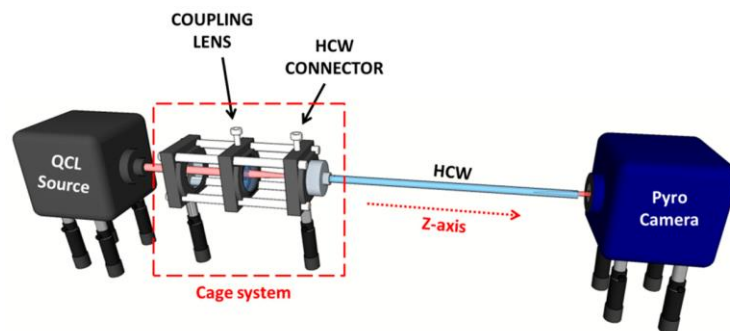


Figura 8: Apparato sperimentale usato per accoppiare i laser a cascata quantica alle fibre HCW

I profili acquisiti con una videocamera piroelettrica dei fasci in uscita dai QCLs e in uscita dalle fibre lunghe 15 cm e 30 cm accoppiate con ciascuna sorgente sono mostrati in figura 9.

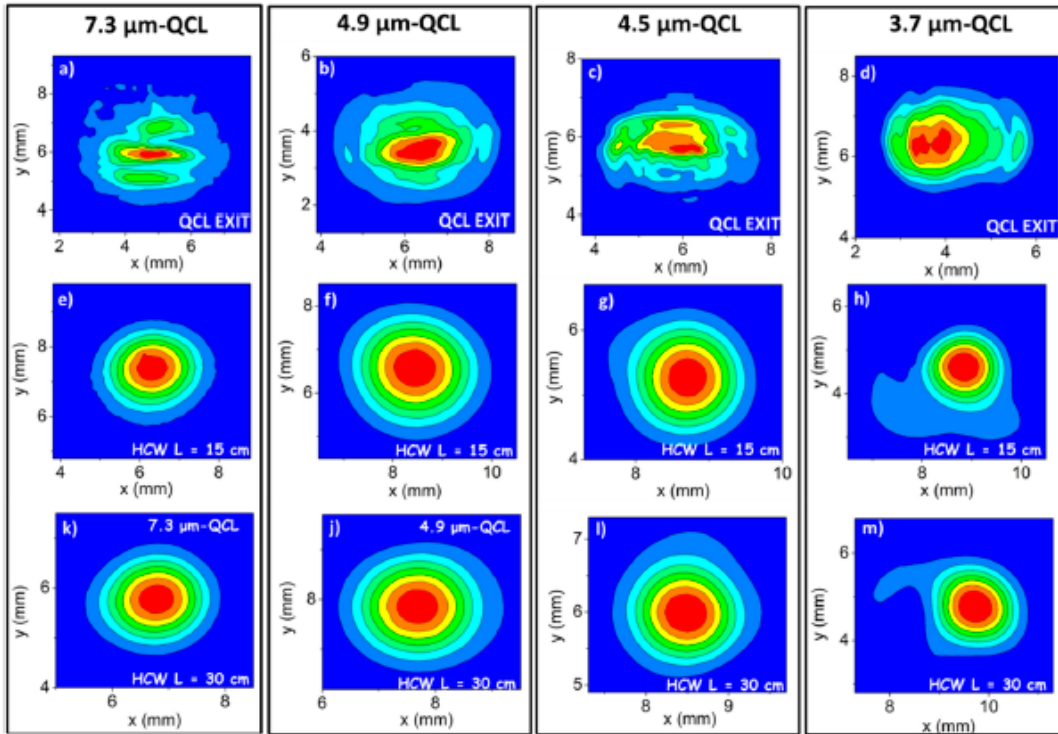


Figura 9: Profili dei fasci in uscita dal laser e dalle tre HCWs

Si può osservare che, nonostante la bassa qualità dei fasci in uscita dal laser, le fibre Hollow-core lunghe 15 e 30 cm hanno permesso di ottenere fasci con profili gaussiani per lunghezze d'onda fino a 4.5 μm. Risultati simili sono stati ottenuti anche con la fibra lunga 50 cm. Per la sorgente a 3.7, tuttavia, i profili ottenuti mostrano un modo centrale e delle piccole code. La potenza ottica contenuta in tali code è, però, meno del 3% di quella totale. Si possono quindi rimuovere tali code mediante l'uso di un diaframma, senza che vi sia una eccessiva perdita di potenza.

I valori di  $M^2$  misurati all'uscita delle fibre sono tutti entro l'intervallo 1-1.3, tranne che per il laser a 3.7 μm.

Infine, sono state misurate le perdite dovute all'accoppiamento e alla propagazione in fibra, usando la formula:

$$\text{Total Losses} = 10 \log_{10} \frac{P_o}{P_i}$$

dove  $P_o$  e  $P_i$  sono la potenza ottica misurata all'uscita e all'ingresso della fibra, rispettivamente. I risultati ottenuti, per ciascuna fibra e ciascuna sorgente, sono riportati nel grafico in figura 10.

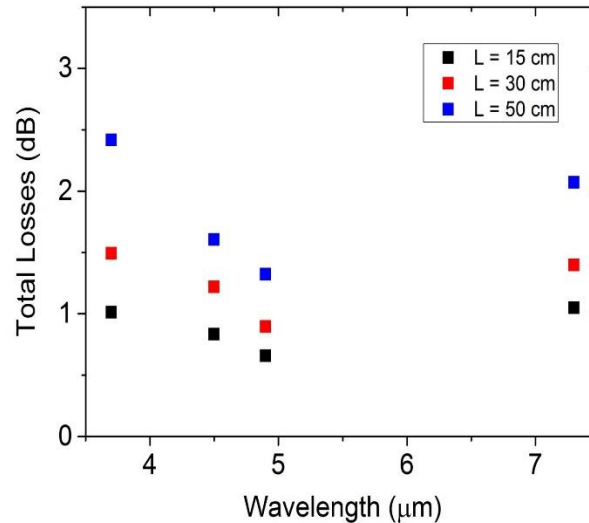


Figura 10: Perdite totali misurate per ciascuna fibra a diverse lunghezze d'onda

Si evince chiaramente che, per tutte le fibre utilizzate, le perdite misurate variano di meno di 1 dB quando la lunghezza d'onda varia da 7.3 fino a 3.7  $\mu\text{m}$ . Si può, dunque, concludere che le fibre utilizzate in questo lavoro garantiscono un fascio in uscita gaussiano e poco divergente, con basse perdite, nell'intervallo di lunghezze d'onda investigato.

### Elenco delle pubblicazioni prodotte

- 1) M. Giglio, P. Patimisco, A. Sampaolo, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Allan deviation plot as a tool for quartz enhanced photoacoustic sensors noise analysis*, IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control 63, 555-560 (2016).
- 2) P. Patimisco, A. Sampaolo, L. Dong, M. Giglio, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Analysis of the electro-elastic properties of custom quartz tuning forks for optoacoustic gas sensing*, Sensors and Actuators B: Chemical, B 227, 539-546 (2016).
- 3) P. Patimisco, A. Sampaolo, L. Mihai, M. Giglio, J. Kriesel, D. Sporea, G. Scamarcio, F. K. Tittel, and V. Spagnolo, *Low-loss coupling of quantum cascade lasers into hollow core waveguides with single mode output in the 3.7-7.3  $\mu\text{m}$  spectral range*, Sensors 16, 533 (2016)
- 4) A. Sampaolo, P. Patimisco, M. Giglio, M. S. Vitiello, H. E. Beere, D. A. Ritchie, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Improved Tuning Fork for Terahertz Quartz-Enhanced Photoacoustic Spectroscopy*, Sensors 16, 439 (2016)
- 5) A. Sampaolo, P. Patimisco, M. Giglio, L. Chieco, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Highly sensitive gas leak detector based on a quartz-enhanced photoacoustic SF6 sensor*, Optics Express 24, 15872-15881 (2016).

### Proceedings di conferenze

- 1) P. Patimisco, L. Mihai, M. Giglio, A. Sampaolo, P. P. Calabrese, J. M. Kriesel, D. Sporea, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Hollow-core waveguide for single-mode laser beam propagation in the spectral range of 3.7-7.3  $\mu\text{m}$* , SPIE OPTO, 2016, San Francisco
- 2) A. Sampaolo, P. Patimisco, M. Giglio, P. P. Calabrese, L. Chieco, G. Scamarcio, F.K. Tittel, V. Spagnolo, *Quartz enhanced photoacoustic leak sensor for mechatronic components*, SPIE OPTO, 2016, San Francisco
- 3) V. Spagnolo, P. Patimisco, A. Sampaolo, M. Giglio, G. Scamarcio, F.K. Tittel, *Quartz tuning forks with novel geometries for optoacoustic gas sensing*, SPIE OPTO, 2016, San Francisco

#### **Altri Contributi a conferenze e scuole**

- 1) Invited talk: V. Spagnolo, P. Patimisco, A. Sampaolo, M. Giglio, G. Scamarcio, F.K. Tittel, *Innovative Quartz Enhanced Photoacoustic Sensors for CBRNs Detection Operating in THz and Mid-Infrared spectral Ranges*, NATO ARW on THz Diagnostics of CBRN effects and Detection of Explosives & CBRN, Izmir (Turkey), 3-6 November 2015
- 2) Poster: M. Giglio, A. Sampaolo, P. Patimisco, P. P. Calabrese, J. Kriesel, G. Scamarcio, F.K. Tittel and V. Spagnolo, *Hollow core fibers coupled with Mid-Infrared Quantum cascade Lasers for Single Mode Output*, Congresso di Istituto CNR – IFN, Gennaio 2016
- 3) Poster: M. Giglio, A. Sampaolo, P. Patimisco, P. P. Calabrese, G. Scamarcio, M. S. Vitiello, F.K. Tittel and V. Spagnolo, *Recent Advances in Quartz-Enhanced Photoacoustic Spectroscopy for Gas Sensing*, Congresso di Istituto CNR – IFN, Gennaio 2016
- 4) Invited talk: V. Spagnolo, P. Patimisco, A. Sampaolo, M. Giglio, L. Dong, G. Scamarcio, F.K. Tittel, *Recent advances of the quartz-enhanced photoacoustic trace gas detection technique*, PIERS 2016, Shanghai
- 5) Contribution talk: M. Giglio, *Terahertz quartz-enhanced photoacoustic spectroscopy employing a tuning fork with enhanced sensing performance*, Annual conference of COST Action MP 1204 & International Conference SMMO2016, Lisbon (Portugal), 21-24 March 2016
- 6) Contribution talk: M. Giglio, A. Sampaolo, P. Patimisco, M. S. Vitiello, G. Scamarcio, F. K. Tittel and V. Spagnolo, *Methanol Quartz-Enhanced Photoacoustic Spectroscopy Sensor Employing a Terahertz Quantum Cascade Laser Source*, 70<sup>th</sup> THz Workshop - International School of Solid State Physics, Erice, Sicily, 16-23 July 2016

#### **Premi e riconoscimenti**

- 1) Miglior progetto di ricerca nel contesto del corso “Management and knowledge of European research model and promotion of research results”
- 2) Best presentation at the 70th THz Workshop - International School of Solid State Physics, Erice, Sicily, 16-23 July 2016