UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA E INFORMÁTICA INDUSTRIAL

IVO DE LOURENÇO JUNIOR

MONITORAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE POLÍMEROS COM SENSOR À REDE DE BRAGG

TESE

CURITIBA 2011

IVO DE LOURENÇO JUNIOR

MONITORAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE POLÍMEROS COM SENSOR À REDE DE BRAGG

Tese apresentada ao Programa de Pós–Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para a obtenção do título de "Doutor em Ciências".

Área de Concentração: Engenharia de Automação e Sistemas.

Orientador: Prof. Dr. José Luís Fabris Coorientadora: Prof.^a Dr.^a Marcia Muller

CURITIBA 2011

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

L892 Lourenço Junior, Ivo de Monitoração de propriedades mecânicas de polímeros com sensor à rede de Bragg / Ivo de Lourenço Junior. — 2011. 100 f. : il. ; 30 cm Orientador: José Luís Fabris. Coorientadora: Marcia Muller. Tese (Doutorado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial, Curitiba, 2011. Bibliografia: f. 91-97.
1. Detectores de fibra óptica. 2. Detectores ópticos. 3. Grades de Bragg. 4. Fibras ópticas – Deformação. 5. Polímeros – Propriedades mecânicas. 6. Engenharia elétrica – Teses. I. Fabris, José Luís, orient. II. Muller, Marcia, coorient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial. III. Título.

CDD (22. ed.) 621.3

Biblioteca Central da UTFPR, Campus Curitiba





Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial

Título da Tese Nº. 62

"Monitoração de Propriedades Mecânicas de Polímeros com Sensor à Rede de Bragg"

por

Ivo de Lourenço Junior

Esta tese foi apresentada como requisito parcial à obtenção do título de Doutor EM CIÊNCIAS – Área de Concentração: Informática Industrial, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial – CPGEI – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Campus Curitiba, às 09h do dia 18 de fevereiro de 2011. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta pelos professores:

Prof. José Luís Fabris, Dr. (Presidente – UTFPR)

Prof. Eunézi<u>a Antônio</u> de Souza, Dr. (MACKENZIE)

Prof. Paulo César Borges, Dr. (UTFPR)

Maria José Abutos

Prof^a. Maria José Pontes, Di (UFES)

Prof. Carlos Marcus Gomes da Silva Cruz, Dr. (UTFPR)

Prof. Fábio Kurt Schneider, Dr. (Coordenador do CPGEI)

Visto da coordenação:

Dedico este trabalho à minha esposa Márcia; às minhas filhas Sophia e Isadora; aos meus pais Ivo e Dorsolina (in memoriam).

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais (in memoriam), que sempre acreditaram em mim.

À minha esposa Márcia, pela compreensão e incentivo nas dificuldades, pelo ombro sempre acolhedor e pelo carinho em todos os momentos.

Às minhas filhas Sophia e Isadora, pela compreensão nas ausências e pelos sorrisos e abraços na presença.

À minha irmã Lúcia Helena e família pela oportunidade oferecida para prosseguir no meio acadêmico.

Aos professores José Luís Fabris e Marcia Muller pela orientação, disponibilidade e dedicação com que conduziram esta pesquisa.

Aos professores Eunézio Antônio de Souza, Carlos Marcus Gomes da Silva Cruz, Paulo César Borges e Maria José Pontes, membros da banca examinadora, pelas valiosas observações e sugestões apresentadas.

Ao professor Hypolito José Kalinowski por disponibilizar o Laboratório de Ótica e Optoeletrônica (LOOP).

Ao amigo Gustavo R. C. Possetti, pelas homéricas discussões desde o fenômeno do espalhamento da luz até a teoria dos modos acoplados.

Ao amigo Rodrigo Ricetti, pelo apoio na construção e desenvolvimento de aparatos utilizados nos experimentos.

Aos amigos Fernando, Valmir, Rodolfo e Marlon pela valiosa colaboração e amizade.

À UTFPR pela liberação e ao CPGEI pelas instalações e instrumentos utilizados nesta pesquisa; bem como os recursos financeiros disponibilizados para a participação em eventos científicos.

A todos aqueles que, de uma forma ou outra, contribuíram para a realização desta pesquisa.

O valor dado pelo mundo sobre os motivos que levam os cientistas a fazer isto ou aquilo é frequentemente e grosseiramente injusto e inexato. Considere, por exemplo, dois motivos: uma mera curiosidade insaciável e o desejo de fazer o bem. O último é considerado muito mais importante que o primeiro e, no entanto, é o primeiro que aciona um dos homens mais úteis que a raça humana produziu até hoje: o pesquisador científico.

(Henry Louis Mencken)

RESUMO

LOURENÇO JUNIOR, Ivo de. Monitoração de propriedades mecânicas de polímeros com sensor à rede de Bragg. 2011. 100 f. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica e Informática Industrial), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

Este trabalho apresenta um estudo sobre a utilização de redes de Bragg em fibra ótica (FBG), para a monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem de tintas. No intervalo de tempo referente ao processo de secagem, uma fina camada de tinta sofreu uma mudança de estado físico de líquido para sólido, se transformando em um filme contínuo e mecanicamente estável. As deformações mecânicas presentes neste processo foram mensuradas pelo transdutor, demonstrando a real possibilidade das redes de Bragg serem aplicadas para estes fins. Para o acompanhamento temporal das deformações mecânicas no processo de secagem de uma tinta látex, a FBG foi encapsulada com o objetivo de evitar o contato da tinta com a fibra ótica, devido à ineficaz aderência entre ambas, e consequentemente melhorar a aderência da tinta sobre o dispositivo encapsulado. Este processo de encapsulação da FBG permitiu que as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem fossem eficientemente transformadas em perturbações mecânicas mensuradas pelo transdutor. O acompanhamento temporal das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem também foi investigado com a utilização de tinta diluída. Finalmente, um estudo sobre as deformações mecânicas de uma segunda camada de tinta (duas demãos) é ainda abordado. As redes de Bragg utilizadas neste trabalho foram produzidas e caracterizadas quanto à deformação mecânica longitudinal e temperatura, no Núcleo de Dispositivos Fotônicos da UTFPR.

Palavras-chave: Redes de Bragg em fibra ótica. Sensor de deformação em fibra ótica. Processo de secagem de tintas.

ABSTRACT

LOURENÇO JUNIOR, Ivo de. Mechanical properties of polymers monitored with Fiber Bragg Grating. 2011. 100 f. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica e Informática Industrial), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

This work shows results obtained with the use of fiber Bragg grating (FBG) transducer to monitor the drying process of latex paints. When a thin film of wet paint is dried on the substrate surface, the paint film change from a sticky liquid state to a solid state, transforming to a continuous, transparent and mechanically stable film. The mechanical deformations in this process were measured by the FBG sensor head, showing the real possibility of FBG strain sensor application in this area. To monitor the mechanical deformation in the film during the drying process, the FBG was packaged. The FBG packaging has two main functions: allows a better measurement of the paint mechanical deformation inherent to the drying process and also avoids paint poor adhesion to the bare optical fiber. The packaged FBG, showed that this is a promising device to be used for the measurement of stress evolution in paints during the drying time. The mechanical deformation during drying time of diluted latex paint also was investigated. Finally, a study about the mechanical deformation of a second coating application of latex paint was also carried out. The Bragg gratings used in this work were produced in photosensitive fibers by means of a phase-mask interferometric external fabrication technique at Núcleo de Dispositivos Fotônicos laboratories of UTFPR.

Keywords: Fiber Bragg grating. Optical fiber strain sensor. Paint drying process.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Desenho esquemático do princípio de funcionamento do primeiro sensor à fibra ótica
Figura 2 -	Desenho esquemático de uma rede de difração uniforme em fibra ótica. Onde, $n_a e n_b$ representam os diferentes índices de refração das regiões espaciais no núcleo da fibra
Figura 3 -	Desenho esquemático dos tipos de defeitos em fibras de sílica dopadas com germânio: a) GeO, b) ionização do centro GeO e formação do centro GeE' e c) Ge(1) e Ge(2) com a integração do elétron
Figura 4 -	Desenho esquemático do princípio de funcionamento de uma FBG35
Figura 5 -	Gráficos dos espectros de reflexão simulados de FBGs, demonstrando o efeito do deslocamento em comprimento de onda decorrente de deformações térmicas ou mecânicas sobre uma FBG
Figura 6 -	Desenho esquemático do padrão de interferência formado pelas ordens ± 1 sobre o núcleo de uma fibra ótica após o feixe de luz ser difratado pela máscara de fase
Figura 7 -	Desenho esquemático de um interferômetro de Talbot modificado para inscrição de redes de Bragg em fibra ótica
Figura 8 -	Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex anteriormente ao processo de secagem sobre um substrato
Figura 9 -	Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex após a evaporação da água
Figura 10	- Desenho esquemático da formação de um filme de tinta látex contínuo e uniforme
Figura 11	- Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método interferométrico com máscara de fase
Figura 12	- Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método de iluminação direta sobre a máscara de fase
Figura 13	- Desenho esquemático do arranjo experimental utilizado no ensaio preliminar 56
Figura 14	- Desenho esquemático da primeira montagem experimental
Figura 15	- Desenho esquemático da segunda montagem experimental. No destaque a cabeça sensora antes e após o experimento
Figura 16	 Fotografia do sistema de encapsulação da FBG: materiais utilizados (a), aparato utilizado para a compressão da mola anteriormente ao processo de colagem (b) e dispositivo transdutor (cabeça sensora) (c)62
Figura 17	- Fotografia da montagem experimental para a caracterização da cabeça sensora quanto à deformação longitudinal64
Figura 18	- Fotografia da montagem experimental para a caracterização térmica da FBG65
Figura 19	- Desenho esquemático da montagem experimental utilizada para calibrar o sensor SHT 75

Figura 20 -	Gráfico do comportamento da umidade relativa em função do tempo	58
Figura 21 -	Gráfico da resposta da FBG em função das variações de temperatura	70
Figura 22 -	Gráfico do espectro de reflexão de uma FBG antes (em vermelho) e após (em preto) a encapsulação	71
Figura 23 -	Gráfico da resposta relativa da cabeça sensora em função das variações de deformações mecânicas longitudinais.	72
Figura 24 -	Espectros de reflexão das FBG 1 e FBG 2 no início do experimento	74
Figura 25 -	Evolução temporal: da temperatura ambiente mensurada pelo termistor (a); da temperatura ambiente mensurada pela FBG 1 (b); da deformação mecânica e da temperatura mensurada pela FBG 2 (c); apenas da deformação mecânica mensurada pela FBG2(d)	75
Figura 26 -	Espectros das FBGs 3 (antes e após a encapsulação) e FBG 4. No destaque uma estreita faixa do espectro	17
Figura 27 -	Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem de uma tinta látex	77
Figura 28 -	Comportamentos temporais dos comprimentos de onda de Bragg das FBG referente ao estágio I (a), da umidade relativa do ar (b) e da temperatura (c)8	31
Figura 29 -	Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem de uma tinta látex	33
Figura 30 -	Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem com tinta diluída e não diluída	34
Figura 31 -	Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg da FBG ao longo do processo de secagem com duas demãos de tinta	36
Figura 32 -	Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg da FBG ao longo do processo de secagem com duas demãos de tinta. Ambas as demãos com tinta não diluída	37

LISTA DE TABELAS

$TABELA \ 1 \ - \ Comprimento \ de \ onda \ de \ Bragg \ (\lambda_B), \ antes \ e \ após \ a \ encapsulação \ e \ a \\ magnitude \ do \ deslocamento \ (\delta\lambda) \ provocada \ pela \ mola \ na \ encapsulação$	63
TABELA 2 - Valores determinados por Greenspan (1977) e medidos pelo sensor a temperatura de 25 °C.	69

LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
FBG	Redes de Bragg em Fibra Ótica (Fiber Bragg Gratings)
LED	Diodo Emissor de Luz (Light Emitting Diode)
NBR	Norma Brasileira
NUFORE	Núcleo de Dispositivos Fotorrefrativos
OFS-18	18º Congresso Internacional de Sensores à Fibra ótica (18 th International
	Conference on Optical Fiber Sensors)
OSA	Analisador de Espectros Óticos (Optical Spectrum Analyzer)
SHT75	Sensor de Temperatura e Umidade (Humidity and Temperature Sensor)
SM125	Interrogador ótico (Optical Sensing Interrogator – Sensing Module 125)
SMF	Fibra ótica monomodo (Single Mode Fiber)
TMFF	Temperatura Mínima de Formação do Filme
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
UV	Ultravioleta
WDM	Multiplexação por Divisão de Comprimento de Onda (Wavelength Division
	Multiplexing)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS	14
1.2 ESTADO DA ARTE	18
1.2.1 Aplicação de fibras óticas para sensoreação	18
1.2.2 Redes de Bragg em fibra ótica	20
1.2.3 Aplicação de FBGs para sensoreação em compósitos	22
1.2.4 Sensores à fibra ótica para sensoreação de estruturas e compósitos	24
1.3 JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS	25
1.3.1 Justificativas	25
1.3.2 Objetivos	27
1.4 ESTRUTURA DA TESE	27
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	29
2.1 SENSODES λ EIDDA ÓTICA	20
2.1 SENSURES A FIDRA UTICA	29
2.2 FOTOSSENSIBILIDADE EM FIDRAS OTICAS	30 22
2.3 A FURMAÇÃO DAS REDES DE BRAGO EM FIBRA UTICA	ככ דכ
2.5.1 Sensibilidade da rede de Bragg ao meio externo	37
2.4 FABRICAÇÃO DAS REDES DE BRAGO EM FIBRAS OTICAS	40
2.4.1 Infininação difeta sobre a máscara de fase	41
2.4.2 Tecnica interferometrica com mascara de lase	43
2.5 COMPOSIÇÃO BASICA DAS TINTAS A BASE DE AGUA	45
2.5.1 Formação do filme em tintas fatex	40
2.5.2 Secagem e cura de linias	49
2.5.5 NOTILIA ABINT INBR 9558	49
3 METODOLOGIA	51
3.1 SISTEMAS DE GRAVAÇÃO E LEITURA DE FBG DA UTFPR	51
3.1.1 Interferômetro com máscara de fase	
3.1.2 Iluminação direta sobre máscara de fase	
3.2 APLICAÇÃO DAS FBGS COMO SENSOR DE DEFORMAÇÃO MECÂNICA NO	
PROCESSO DE SECAGEM DE TINTAS LÁTEX	55
3.2.1 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem de tintas (ensaio	
preliminar)	56
3.2.2 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem de tintas (primeira montagem experimental)	57
3.2.3 Verificação da viabilidade do uso de FBG para determinação dos estágios de	
secagem descritos pela norma brasileira NBR 9558 (segunda montagem	
experimental)	58
3.2.4 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem após a aplicação	.
da segunda demao de tinta	59
3.2.5 Encapsulação da FBG	60
3.2.6 Eteito da encapsulação no espectro da FBG (faixa de operação da cabeça sensora)	62
3.2./ Caracterização da cabeça sensora quanto à deformação mecânica longitudinal	63
3.2.8 Caracterização térmica de FBGs utilizadas como referência de temperatura	65

3.2.9 Sensor de temperatura e umidade relativa do ar SHT 75	.66
3.2.10 Amostras de tintas utilizadas nos experimentos	.67
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	.68
4.1 Cal IBRAÇÃO DO SENSOR DE TEMPERATURA E LIMIDADE RELATIVA	
DO AR SHT 75	68
4 2 RESULTADO DA CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA DAS EBGS LITILIZADAS	.00
COMO REFERÊNCIA DE TEMPERATURA	69
4.3 FAIXA DINÂMICA DA CABECA SENSORA	.71
4.4 RESULTADO DA CARACTERIZAÇÃO OUANTO À DEFORMAÇÃO	
MECÂNICA DA CABECA SENSORA	.72
4.5 FBGs UTILIZADAS PARA VERIFICAÇÃO DA VIABILIDADE DE	
SENSOREAÇÃO NO PROCESSO DE SECAGEM DE TINTAS	.73
4.5.1 Verificação da viabilidade das FBGs para a determinação dos estágios de secagem de tintas	76
4.5.2 Teste de determinação do tempo de secagem	.79
4.5.3 Monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem em tintas diluídas e não diluídas.	.82
4.5.4 Monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem da tinta após a aplicação da segunda demão	.85
5 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	.88
5.1 TRABALHOS FUTUROS	90
REFERÊNCIAS	.91
APÊNDICES	. 98

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Avanços em todas as áreas da ciência e da tecnologia dependem da realização de acuradas medidas dos fenômenos que estão sendo investigados. Transdutores são responsáveis pela transformação de uma forma de energia em outra, o que possibilita o controle de um processo ou fenômeno enquanto que os sensores são constituídos de um dispositivo transdutor, um canal de comunicação e de um subsistema para detectar, processar e condicionar o sinal (LÓPEZ-HIGUERA, 1998).

Os sensores podem ser classificados de acordo com o seu princípio de conversão, a grandeza a ser medida, a tecnologia utilizada e a sua aplicação. Nesse sentido, para a maioria das aplicações, um sensor ideal deveria ser de tamanho e massa reduzidos, ser resistente às intempéries e a ambientes agressivos, ser imune às interferências, possuir alta sensibilidade e resolução e ter custo muito baixo.

Nenhum sensor reúne a combinação de todas estas características, porém, os sensores à fibra ótica contam com uma série de características que os credenciam como os mais apropriados, em diversas áreas de atuação. A utilização destes sensores nos setores industriais, militares, aeroespaciais, químicos, petroquímicos, de telecomunicações e de medicina reflete a diversidade de grandezas que eles podem detectar, além de sua flexibilidade e adaptabilidade em diversas áreas da tecnologia.

Outras características proeminentes destes sensores englobam: elevada sensibilidade, baixas perdas de transmissão (a distância entre o local das medidas e o local onde os dados serão analisados pode ser da ordem de quilômetros), multiplexação dos sensores, passividade elétrica, resposta espectral codificada em intensidade e/ou em comprimento de onda e a capacidade da fibra ótica de atuar simultaneamente como um transdutor e um elemento de comunicação.

Apesar das diversas características que apresentam os sensores a fibra ótica como uma opção vantajosa, os mesmos também possuem algumas desvantagens, dentre elas, a principal é o custo elevado que, em alguns casos, pode ser muito superior aos sensores tradicionais do mercado.

Embora em muitos projetos o custo seja o fator de maior ponderação no tocante à tomada de decisões referente à tecnologia a ser implementada, os sensores à fibra ótica tem sido muito empregados principalmente devido ao seu grande número de vantagens apresentadas.

Uma classe de sensores à fibra ótica que tem sido amplamente utilizada em pesquisas científicas, são os sensores baseados em uma rede de Bragg em fibra ótica, também denominada FBG (*Fiber Bragg Grating*). A rede de Bragg atua como uma estrutura de periodicidade micrométrica no núcleo da fibra que é capaz de acoplar modos de propagação diferentes.

Modos são as possíveis soluções das equações de Maxwell vinculadas às condições de contorno impostas pelo guia de ondas, ou seja, correspondem as possíveis distribuições do campo eletromagnético no interior do guia (RAMO, WHINNERY, DUZER, 1965).

Atualmente estes sensores podem ser considerados como os de maior importância em comparação com os demais sensores óticos devido ao seu alto desempenho. A grande maioria dos artigos publicados em um dos relevantes eventos científicos na área de sensores óticos (OFS-18, International Conference on Optical Fibre Sensors), realizado no México em 2006, abordou a utilização das FBGs em seus trabalhos (MAJUMDER, GANGOPADHYAY, CHAKRABORTY *et al*, 2008).

Muitos destes sensores são baseados na reflexão seletiva de uma estreita faixa espectral de um feixe de luz que se propaga no núcleo de uma fibra ótica. Esta estreita faixa espectral refletida possui um comprimento de onda central característico, denominado comprimento de onda de Bragg, e é dependente das características da fibra ótica e do espaçamento entre as alterações periódicas do índice de refração de seu núcleo. Esta reflexão é oriunda da difração do feixe luminoso devido à modulação de índice de refração provocada no núcleo da fibra ótica no momento da inscrição das redes. Uma das formas para se conseguir esta modulação de índice de refração de interferência de luz ultravioleta (UV). Assim, perturbações externas como temperatura, pressão e deformação mecânica modificam as propriedades deste feixe refletido, resultando, por exemplo, em um deslocamento em comprimento de onda. Esta característica permite sua utilização como elementos sensores.

Da ampla disponibilidade de sensores, muitos já estão consolidados em diversas áreas de aplicação por serem competitivos nos aspectos técnicos e econômicos. A utilização de sensores à fibra ótica deve ser ponderada pela conquista de diferentes e inovadoras aplicações, tornando evidente que suas vantagens sejam realmente as melhores soluções técnicas e financeiras disponíveis.

Na área de construção civil, por exemplo, onde as edificações estão em constantes variações de tensões e deformações, as FBGs estão sendo muito utilizadas para o monitoramento estrutural. O controle do excesso de carga, o movimento nas fundações, a corrosão ou a deterioração estrutural de determinada construção podem ser realizadas ao longo de toda estrutura construída ou apenas em determinadas regiões ou ainda em pontos específicos por meio do acompanhamento de medidas da deformação mecânica (*strain*) (LI, LI e SONG, 2004).

A possibilidade de se dispor de vários transdutores no mesmo enlace ótico e a capacidade de multiplexação dos sensores à fibra ótica podem proporcionar um mapa estrutural de deformação mecânica na edificação, permitindo que eventuais falhas nos materiais sejam detectadas em um estágio inicial.

Para estas aplicações, onde ações corretivas possuem custos financeiros muito menores do que ações de reparo, a utilização destes sensores se apresenta altamente competitiva e com ótima relação custo-benefício.

Indústrias que se utilizam de produtos químicos e a indústria de tintas, em particular, estão comprometidas com o desenvolvimento de métodos de produção e produtos finais menos nocivos à saúde humana e ao meio ambiente. No Brasil, sinais deste comprometimento apontam para o crescimento gradativo na produção de tintas à base de água, como a tinta látex. As tintas aquosas, utilizadas na construção civil, são um exemplo marcante, pois representam 80% de todas as tintas consumidas por esse segmento de mercado (Tintas e Vernizes, 2006). Estes produtos demonstram uma excelente alternativa à substituição das tradicionais tintas à base de solventes orgânicos. A substituição ou a redução demasiada no uso de algumas substâncias nocivas em suas formulações aquosas, podem comprometer negativamente sua eficiência e qualidade, dificultando o seu fortalecimento junto ao mercado consumidor. Nesse sentido, seu desempenho deve ser constantemente avaliado para garantir que suas propriedades sejam equivalentes ou superiores às já consolidadas formulações que são produzidas baseadas na utilização de solventes orgânicos.

Na indústria de tintas, seus produtos apresentam um elevado número de matériasprimas, e alguns testes de controle de qualidade são rapidamente realizados anteriormente ao envase do lote de tinta produzido. Os ensaios de caracterização mais utilizados são: cor, viscosidade, teor de sólidos, massa específica e pH (SILVA, 2005). Embora o ensaio que determina o tempo de secagem das tintas não seja realizado neste momento, este é um ponto de fundamental importância a ser considerado no desempenho da tinta, haja vista que esta informação está presente nos rótulos das tintas e também representa um item de *marketing* muito explorado no lançamento de novos produtos pelas indústrias de tinta.

A secagem de uma camada de tinta corresponde a uma mudança de estado físico de líquido para sólido. O tempo decorrido neste processo depende de diversos fatores interrelacionados, dentre eles, o tipo de solvente e resina utilizados, a temperatura, a umidade relativa do ar, o tipo de substrato e a espessura da camada aplicada à superfície.

A norma brasileira ABNT NBR 9558 prescreve o método para caracterização das etapas de secagem de películas de tintas, que compreendem os seguintes estágios: seca ao toque, livre de pegajosidade, endurecida, endurecida ao manuseio e completamente endurecida.

As determinações dos estágios de secagem descritos pela norma são executadas com o emprego de técnicas subjetivas, em que um operador utilizando-se dos dedos e unhas reconhece o início e término dos estágios. Sendo assim, a pressão exercida pelos dedos do operador certamente interferirá no resultado, comprometendo a repetitividade e a reprodutibilidade experimental.

Para a caracterização dos estágios de secagem, a norma inclui expressões do tipo: "tocar a película levemente", "exercer uma leve pressão", "exercendo a máxima pressão", e "pressionar a unha do polegar contra a película". Evidentemente, tais expressões possuem significados diferentes a cada operador responsável pela tarefa de caracterizar o processo.

Dessa forma, o desenvolvimento de técnicas e métodos para distinguir os estágios de secagem, independentes da percepção humana, necessita ser mais explorado para que seja evitado o toque manual do operador na superfície da tinta, eliminando o julgamento subjetivo e garantindo a integridade do filme.

Além disso, a utilização dos sensores à fibra ótica se apresenta como uma possibilidade para o acompanhamento das deformações mecânicas que ocorrem ao longo do processo de formação do filme, permitindo às indústrias de tintas, outra alternativa de verificação da qualidade da formulação de suas tintas.

Assim, essa tese objetiva apresentar uma proposta de utilização de FBGs para o sensoreamento do processo de secagem de tintas, permitindo às indústrias da área, uma forma de avaliar o processo de secagem e acompanhar as deformações mecânicas oriundas do processo de formação do filme.

1.2 ESTADO DA ARTE

Atualmente a utilização de sensores à fibra ótica não está limitada apenas ao círculo científico e as redes de Bragg, em particular, está disponível em uma série de aplicações comerciais.

Muitos projetos envolvidos no conceito de estruturas inteligentes preferem utilizar os sensores à fibra ótica. Estes sensores podem ser encontrados no interior das estruturas de modernos navios, aeronaves, pontes, barragens, túneis e plataformas.

Esta capacidade de poder inseri-los nas estruturas permite a obtenção de informações muito próxima do ambiente em que está ocorrendo o fenômeno e com isso, eliminar as influências externas que poderiam comprometer a interpretação dos resultados caso o sensor estivesse no exterior da estrutura.

Para o contínuo crescimento de utilização desta tecnologia para os sistemas de sensoreação será necessário a busca de inovadoras aplicações, que visem vantagens técnicas e econômicas para a sua empregabilidade.

1.2.1 Aplicação de fibras óticas para sensoreação

A primeira patente utilizando uma fibra ótica como sensor foi descrita na utilização de medidas de deslocamentos (KISSINGER e HOWLAND, 1976). Este sensor é baseado em uma fibra ótica bifurcada (uma extremidade comum e dois ramos), e o princípio de funcionamento é fundamentado na razão entre a energia luminosa inserida em um ramo da fibra e a energia luminosa recebida pelo outro ramo da fibra. Esta fração de energia é dependente da distância entre a superfície refletora e a extremidade comum da fibra ótica, como pode ser observado no desenho esquemático da Figura 1.



Figura 1 - Desenho esquemático do princípio de funcionamento do primeiro sensor à fibra ótica.

Originalmente o sensor foi concebido para ser utilizado com lâmpada incandescente como fonte luminosa. Como as fibras possuíam grande abertura numérica, pequenas mudanças angulares da superfície refletora não afetavam o resultado, porém, mudanças na refletividade da superfície refletora ocasionavam variações no resultado.

Esse problema foi resolvido com a utilização de mais um ramo na fibra ótica, dessa forma, a razão da intensidade de luz recebida entre os ramos que recebem a luz refletida pela superfície refletora é dependente unicamente da distância entre a extremidade comum da fibra e a superfície refletora. Sua resolução era micrométrica, realizava medida sem contato com a superfície refletora e estava livre de interferências eletromagnéticas, porém comercialmente o sensor não obteve o sucesso esperado em aplicações envolvendo sistemas de medida de proximidade (CULSHAW, 2000).

Em meados de 1977 o desenvolvimento dos sensores à fibra ótica se direciona para outros campos de aplicação e, neste momento, os custos envolvidos com fibras óticas e seus componentes começam a ser competitivos com os demais sensores já estabelecidos comercialmente.

Nesta mesma época Bucaro *et al*, (1977) descreveram um sensor à fibra ótica de alto desempenho, destinado à detecção de sinais sonoros submarinos. Neste trabalho, os autores demonstraram a viabilidade destes sensores para a detecção de determinadas frequências sonoras se propagando no interior de um recipiente com água e concluíram que a sensibilidade do sensor é equivalente aos melhores hidrofones disponíveis.

Hale, (1984) descreveu procedimentos utilizados para o monitoramento da deformação mecânica e de rachaduras em estruturas utilizando fibras óticas apenas como guia de luz. Quando ocorre uma rachadura ou uma magnitude excessiva da deformação mecânica na superfície ou no interior da estrutura em que se encontra uma fibra ótica, a mesma pode ser

rompida, ocasionando a interrupção de luz. Essa informação pode ser detectada e desencadear ações para a correção da falha estrutural.

Hofer, (1987) também utilizou fibras óticas para o guiamento de luz. Em seu trabalho, as fibras óticas foram inseridas em compósitos utilizados na fabricação de peças para aeronaves e, por meio da análise de intensidade ótica observada no final da fibra, foram detectados pontos de falhas na estrutura. O trabalho apresentou a possibilidade de mudanças na filosofia de manutenção e inspeções das estruturas de aeronaves com a utilização de fibras óticas e concluiu que as inspeções rotineiras para a detecção de falhas nas estruturas poderiam ser reduzidas devido a contínua disponibilidade destas informações estarem sendo fornecidas pelas fibras óticas. Vistorias seriam necessárias apenas no momento em que a indicação de um dano na estrutura fosse detectado pela ausência de luz no final da fibra.

1.2.2 Redes de Bragg em fibra ótica

O ano de 1978 é um marco para a sensoreação à fibra ótica. Um grupo de pesquisadores do Centro Canadense de Pesquisa em Comunicações, realizando experimentos com o objetivo de analisar efeitos não-lineares em uma fibra ótica dopada com germânio e um laser de argônio, observaram que após o lançamento de uma intensa radiação do laser no interior da fibra, havia um aumento, com o passar do tempo, da intensidade da luz refletida. Este fenômeno foi relacionado com a formação de uma rede de índice de refração no núcleo da fibra ótica devido a um intenso padrão de onda estacionária resultante da reflexão de Fresnel, aproximadamente 4%, oriunda da diferença de índice de refração do núcleo da fibra (meio onde a radiação está se propagando) e do meio exterior à fibra (ar), interface fibra/ar (KASHYAP, 1999).

Esta onda estacionária, formada pela superposição das ondas propagantes e contrapropagantes produziu regiões características de máxima e mínima intensidade. Nas regiões de intensidade máxima houve absorção desta radiação pela fibra ótica, ocasionando alterações periódicas permanentes em seu índice de refração, consequentemente causando mudanças nas características de transmissão da fibra.

O efeito da modulação do índice de refração demonstrava uma sensibilidade da fibra ótica à luz laser utilizada no experimento (488 nm, região do azul) e foi denominado

fotossensibilidade e a formação de uma rede de difração, com a mesma periodicidade espacial do padrão de interferência formado pela onda estacionária (metade do comprimento de onda da luz lançada) foi denominada "auto-organizada ou auto-induzida", "redes de Hill" e posteriormente redes de Bragg.

Porém, após a publicação do trabalho, as pesquisas referentes a esse fenômeno permaneceram incipientes e restringiram-se a poucos pesquisadores por aproximadamente uma década. Inicialmente, acreditava-se que o aparato experimental utilizado era de difícil reprodução e que a fibra ótica desfrutava de propriedades ímpares obtidas no laboratório do Centro Canadense de Pesquisa em Comunicações. Na prática, a fibra ótica "especial" possuía um diâmetro de núcleo reduzido (2,2 μ m), abertura numérica entre 0,1 e 0,2 e foi altamente dopada com germânio (10 a 15 mol %), fornecida pela *Bell Northern Research* (STONE, 1987).

Outra limitação residia no fato de que as redes produzidas por este método refletiam um espectro característico com pico de ressonância na região do visível (488 nm limitado ao comprimento de onda do laser de argônio), e não permitia que outras redes fossem inscritas com picos de ressonância na região do infravermelho (região do espectro de interesse para comunicações óticas).

Em 1989, Meltz *et al*, (1989) demonstraram que redes de Bragg em fibra ótica também poderiam ser inscritas permanentemente no núcleo de uma fibra pelo padrão de interferência de dois feixes, através da exposição de uma radiação ultravioleta coerente externamente à fibra. A inscrição de redes externamente à fibra ótica é possível devido a propriedade da casca ser transparente à radiação UV enquanto que o núcleo é altamente absorvedor.

Esta técnica permitiu o renascimento do interesse e de novas pesquisas com redes de Bragg em fibra ótica, pois contornava a limitação de inscrição de redes com picos de reflexão apenas no visível, possibilitando a inscrição de redes com picos de ressonância em quaisquer comprimentos de onda. Também era possível a inscrição de redes com diferentes comprimentos, o que permitia que a largura de banda do espectro de reflexão fosse controlada, resultando na possibilidade de inscrever redes com espectros estreitos ou largos, o que ampliou sua área de pesquisa e aplicação.

Após esta demonstração, novas abordagens para a gravação de FBGs foram aprimoradas e, devido a sua capacidade de filtrar, refletir ou dispersar um sinal luminoso lançado no interior da fibra ótica, outras áreas de aplicação surgiram e as FBGs foram sendo amplamente utilizadas em telecomunicações (ANDRÉ, NETO, TEIXEIRA *et al*, 2006; HAN e LEE, 2005), em lasers em fibra (FENG, TAM e WAI, 2006; ALLAIN, BAYON,

MONERIE *et al*, 1993) e em sensores de temperatura e deformação (SINGH e SIRKIS, 1997), vibrações (THONGNUM e TAKAHASHI, 2002), correntes elétricas (ZHAO, MENG e CHEN, 2006; CHIANG, KANCHETI, e RASTOGI, 2003), índices de refração (VILLATORO e MONZÓN-HERNÁNDEZ, 2006) entre outras grandezas físicas, químicas e biológicas.

A versatilidade das características técnicas destes sensores, como por exemplo, permitir que os parâmetros dos mensurandos sejam codificados em comprimento de onda, poder dispor de um sistema de sensoreação que pode ser pontual ou quasi-distribuído e autoreferenciado, possuir grande capacidade de multiplexação, ter imunidade à interferência eletromagnética e ser de dimensões e peso reduzidos, dentre outros, contribuiu para que sua utilização fosse preponderante em sistemas de monitoramento e controle em tempo real de estruturas e compósitos.

1.2.3 Aplicação de FBGs para sensoreação em compósitos

A utilização de sensores à fibra ótica baseados em rede de Bragg incrustado em compósitos tem sido amplamente abordada na literatura científica.

O'Dwyer *et al*, (1998) investigaram o processo de cura e deformação mecânica de um compósito de fibra de carbono reforçada com epóxi. Os pesquisadores utilizaram FBGs embebidas no compósito para acompanhar os momentos iniciais em que o compósito tornouse gelatinoso e em seguida vítreo. De posse destas informações pode-se obter um perfil de cura do compósito que apresente as menores deformações mecânicas possíveis.

Friebele *et al*, (1999) realizaram uma série de testes com FBGs embebidas no interior de compósitos utilizados em aeronaves com o objetivo de obter um mapa de deformações mecânicas ao longo da estrutura observada. Também fizeram medidas comparativas entre FBGs e extensômetros de resistência elétrica (*strain gauges*) e observaram que as FBGs obtiveram excelente desempenho. Neste trabalho, também é observado que as principais características das FBGs, e dos demais sensores óticos, em relação aos sensores tradicionais para a utilização em aeronaves, são suas propriedades de imunidade à interferência eletromagnética e sua capacidade de multiplexação.

Rao *et al*, (2002) realizaram medidas simultâneas de deformação mecânica e temperatura em compósitos reforçados resistentes à delaminação, utilizando um sistema em série de uma FBG com um sensor de deformação à fibra ótica baseados em um interferômetro extrínseco de Fabry-Pérot (EFPI). Segundo os pesquisadores, a configuração proposta no trabalho possui uma série de vantagens para a determinação da temperatura e da deformação mecânica, entre elas: as medidas são independentes das flutuações da intensidade da radiação oriundas da fonte; os dispositivos FBG e EFPI podem ser ajustados a um compacto sistema de encapsulação, o que permite sua utilização no interior dos compósitos ou demais materiais para serem utilizados em estruturas inteligentes; sensor com grande potencial de baixo custo, haja vista que sua produção pode ser em massa; sistema de fácil demodulação do sinal e possibilidade de utilização em aplicações com elevadas temperaturas (450 °C), sendo esta última um importante diferencial em relação aos extensômetros de resistência elétrica.

Wnuk *et al*, (2005) descreveram a montagem e a encapsulação de redes de Bragg em fibra ótica para a utilização em ambientes hostis. As redes de Bragg foram protegidas através de um recobrimento com um composto utilizando cerâmica e cola epóxi. Os sensores protegidos com o recobrimento foram montados sobre uma fina chapa de metal como suporte e testes de temperatura e deformação mecânica foram realizados para investigar a sensibilidade dos sensores encapsulados. As magnitudes das deformações mecânicas e temperatura variaram de - 1000 a 1000 $\mu\epsilon$ e de -20 °C a 120 °C respectivamente. A unidade $\mu\epsilon$ (*microstrain*) corresponde a uma variação relativa de 1 μ m em um comprimento de 1 metro, ou seja, 1 $\mu\epsilon$ = 1 μ m/m.

O recobrimento induziu uma deformação mecânica de compressão no sensor, sendo observado um deslocamento do pico de reflexão do espectro da rede de Bragg de -2,29 nm. Para ambos os experimentos os sensores responderam linearmente, não foi observado histerese e os resultados foram repetitivos.

Pan *et al*, (2006) descreveram três métodos de medidas em um sistema distribuído utilizando FBG no interior de compósitos. O primeiro método utilizou o sensor à fibra ótica entre duas tiras finas de poliimida. No segundo método, a fibra ótica é imersa numa solução de poliimida e após a cura o polímero adere à fibra ótica formando uma proteção. O terceiro método utiliza um sensor à fibra ótica utilizando como guia de onda, um filme fino de poliimida fluorada. O objetivo do experimento foi o de observar o comportamento dos sensores quando utilizados em testes de deformação mecânica. Os resultados demonstraram

que a utilização de filmes de poliimida não interferiu significativamente na sensibilidade dos sensores, garantindo maior robustez aos sensores quando embebidos em compósitos.

1.2.4 Sensores à fibra ótica para sensoreação de estruturas e compósitos

Além das FBGs, outros tipos de sensores à fibra ótica também são utilizados para o monitoramento de estruturas e compósitos, firmando posição de que a tecnologia dos sensores à fibra para estas aplicações são preponderantes.

Mitrovic *et al*, (1994) investigaram a fadiga de alguns compósitos utilizando sensores de deformação à fibra ótica baseados em um interferômetro extrínseco de Fabry-Pérot e sugerem a utilização destes sensores para o monitoramento de falhas em compósitos em substituição aos extensômetros de resistência elétrica, pois muitos destes sensores se deterioraram durante as fases iniciais dos testes.

Vurpillot *et al*, (1995) utilizando interferometria de baixa coerência em fibra ótica fizeram a monitoração da deformação mecânica utilizando fibras óticas embebidas em estruturas de concreto. Neste experimento foi observado todo o processo de deformação ocorrido no interior da estrutura.

De Vries *et al*, (1997) projetaram e implementaram um sensor à fibra ótica baseado no interferômetro extrínseco de Fabry-Pérot para avaliação da deformação mecânica em concretos reforçados utilizados na construção civil. Os sensores foram utilizados internamente e externamente em uma coluna para avaliação qualitativa das deformações mecânicas. No experimento é sugerido um recobrimento específico nos sensores para evitar a corrosão causada pela alta alcalinidade do concreto.

Tsuda *et al*, (1998) realizaram um teste de tração em um compósito, com o objetivo de monitorar os danos causados na amostra ao longo do experimento. Utilizando um sensor à fibra ótica baseado em um interferômetro de Michelson, os pesquisadores demonstraram que o sistema proposto foi capaz de detectar os danos ocasionados pelo excesso de força em pontos característicos do experimento através do comportamento interferométrico do sistema.

Inaudi *et al*, (2000) instalaram um conjunto de 70 sensores óticos de deformação mecânica num píer em Gênova. Os sensores permitem que as medidas de deslocamentos estruturais do píer possam ser realizadas no momento em que os navios estão atracando,

sendo carregados ou descarregados ou até mesmo quando os trabalhos de dragagem são realizados. Os sensores foram protegidos e instalados superficialmente ao concreto do píer em lugares estratégicos para o fornecimento do mapa estrutural da instalação. A análise dos dados também pode ser realizada remotamente pelos administradores do píer.

Mehrani *et al*, (2009) utilizaram 16 sensores óticos de deformação mecânica baseados no interferômetro de Fabry-Pérot para monitoração estrutural de uma ponte. A ponte é composta de um concreto reforçado e é considerada a primeira ponte com estrutura inteligente no estado da Flórida. O mapa estrutural de deformação mecânica pode ser acompanhado remotamente e os dados coletados podem ser processados e analisados em tempo real permitindo que os processos de manutenção e prevenção sejam realizados precocemente garantindo a integridade da ponte.

1.3 JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS

1.3.1 Justificativas

Atualmente, devido à ampla disponibilidade de sensores, é possível contornar muitas variáveis que interferem negativamente para a realização de medidas de determinados mensurandos (um termômetro que deve estar em contato com o mensurando, pode ser substituído por um termômetro de radiação), porém a confiabilidade dos dados resultantes das mensurações, está condicionada à especificidade do sistema de sensoreação. Os sensores à fibra ótica e principalmente as redes de Bragg em fibra ótica, estão desempenhando importantes contribuições nesta área. Nos laboratórios de pesquisas estes sensores são muito utilizados em aplicações que envolvem as medidas de grandezas estáticas e dinâmicas, tais como temperatura, deformação mecânica e pressão. Em escala comercial sua aplicação, embora promissora, é incipiente.

A utilização de redes de Bragg na indústria de tinta pode vir a ter uma excelente aplicabilidade, pois, como dito anteriormente, a indústria de tinta carece de um instrumento de medida para ser utilizado nos procedimentos de determinação dos estágios do tempo de secagem e consequentemente que acompanhe a evolução temporal das deformações mecânicas oriundas deste processo.

As características proeminentes destes sensores para a referida aplicação contemplam: resposta rápida, capacidade de multiplexação, inerte quimicamente à tinta e principalmente tamanho e peso reduzidos.

O processo de secagem de uma tinta látex se inicia após sua aplicação sobre um substrato, e a formação do filme está sujeita a uma variedade de forças e deformações mecânicas que apresentam dificuldades experimentais para serem detectadas.

PETERSEN *et al*, 1999, utilizaram um cantiléver para acompanhar as deformações mecânicas macroscópicas oriundas do processo de secagem de alguns polímeros. Um filme deste polímero foi aplicado sobre um cantiléver, e devido ao processo de secagem, o cantiléver sofreu uma curvatura, detectada via reflexão de um feixe laser incidente em uma extremidade espelhada do cantiléver.

YASUI *et al*, 2005, acompanharam o processo de secagem de uma tinta através da incidência de um pulso eletromagnético na frequência de Terahertz sobre uma superfície pintada. Estes pulsos são refletidos pelas interfaces ar-tinta e tinta-substrato devido a descontinuidade de índices de refração destas interfaces. Estas descontinuidades resultam em atrasos temporais dos pulsos, os quais foram associados ao tempo de secagem da tinta.

BRUN *et al*, 2006, e YAMAGUCHI *et al*, 2007, utilizaram imagens proveniente do espalhamento de um feixe laser incidente sobre uma superfície (padrão de *speckle*) para acompanhar o processo de secagem de tintas. As variações no padrão de *speckle* ao longo do tempo foram diretamente correlacionadas com as variações estruturais internamente a superfície. Após a completa formação do filme não foi observada variações no padrão.

O enfoque deste trabalho está direcionado para a utilização de uma aplicação inovadora das redes de Bragg na indústria de tintas, o que contribui para a pesquisa nesta área. O monitoramento temporal das deformações mecânicas ao longo do processo de secagem, permite aos formuladores de tinta compreender, por exemplo, se a adição de determinados compostos à tinta influi positivamente ou negativamente no tempo de secagem. Também apresenta uma importante constatação de que o tempo de secagem de uma tinta, descrito pela norma brasileira NBR 9558 e o tempo em que as magnitudes das deformações mecânicas atingem um patamar de estabilidade, são diferentes.

1.3.2 Objetivos

O objetivo geral desse trabalho é analisar a aplicabilidade de redes de Bragg em fibra ótica como dispositivos transdutores na monitoração de deformações mecânicas oriundas dos processos de secagem de tintas.

Os objetivos específicos são:

1°) Produzir FBGs, bem como, analisar e otimizar no processo de gravação das mesmas, os parâmetros que influenciam a refletividade e a largura de banda do espectro de reflexão, para obtenção de redes adequadas para serem aplicadas na sensoreação das deformações mecânicas inerentes ao processo de secagem de tintas.

2°) Realizar a caracterização das FBGs produzidas quanto a sensibilidade à deformação mecânica longitudinal e à temperatura, para quantificar a magnitude destas grandezas ao longo do processo de secagem.

3°) Estudar o tipo de encapsulação no transdutor à fibra ótica que demonstra a melhor transferência de informações no que tange à evolução das deformações mecânicas no processo de secagem da tinta.

4°) Analisar o desempenho das redes de Bragg em fibra ótica como elementos transdutores para a determinação dos estágios do tempo de secagem em tintas previstos na norma brasileira.

1.4 ESTRUTURA DA TESE

Esse trabalho é constituído de cinco capítulos. No capítulo 1 está descrita a importância dos sensores na ciência e na tecnologia e algumas aplicações já consolidadas destes dispositivos. No item <u>estado da arte</u>, é apresentada uma revisão bibliográfica de publicações relacionadas às primeiras aplicações de fibras óticas utilizadas como sensores e o surgimento das redes de Bragg em fibra ótica bem como sua aplicação para sensoreação. Ainda neste capítulo, consta também um item com a apresentação das justificativas e dos objetivos do trabalho.

No capítulo 2, apresenta-se a <u>fundamentação teórica</u>, onde são abordados os conceitos básicos para o entendimento do que são redes em fibras óticas e do processo de formação de um filme fino de tinta durante a secagem. O efeito da fotossensibilidade, a formação das redes de Bragg em fibra ótica, os processos de fabricação e as aplicações destas redes como sensores também são comentadas.

No capítulo 3, é apresentada a <u>metodologia</u>, onde são descritos os procedimentos experimentais, ou seja, materiais e métodos utilizados para o alcance dos objetivos propostos.

No capítulo 4, <u>resultados e discussões</u>, estão expostos os resultados obtidos e as discussões destes resultados.

E finalmente, no capítulo 5, <u>conclusões e trabalho futuros</u>, são apresentadas as conclusões e as sugestões para a continuidade de novos trabalhos.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 SENSORES À FIBRA ÓTICA

Os sensores à fibra ótica podem ser classificados pelo tipo de modulação ótica utilizado. Por esta classificação tem-se: sensores de amplitude ou intensidade, fase ou interferométrico, polarimétrico e espectroscópico. As influências externas dos mensurandos nas aplicações de sensoreação são: intensidade, fase, polarização e comprimento de onda. (LÓPEZ-HIGUERA, 1998).

Nos sensores de intensidade, como designado pelo próprio nome, a intensidade da radiação é o parâmetro modulado. Estes sensores são conceitualmente simples, fáceis de reproduzir e requerem poucos componentes para sua implementação.

A sensoreação baseada na modulação da intensidade é proporcional as perdas da intensidade luminosa, decorrentes das deformações ocorridas na fibra ótica; e como a intensidade da radiação não é totalmente conservada, devido às perdas ocorridas na propagação ao longo da fibra do feixe de luz e dos componentes óticos, somado às flutuações de intensidade inerentes da fonte ótica, há incorporação de erros significativos no sinal modulado pelo mensurando. Assim, os sensores de intensidade devem vincular-se a um sistema de referência para garantir a correta funcionalidade.

Os sensores interferométricos possuem alta sensibilidade devido à propriedade de coerência da luz. Nestes dispositivos, um padrão de interferência ocasionado pela diferença de caminho ótico percorrido pela onda eletromagnética, permite que deslocamentos da ordem do comprimento de onda da luz transmitido pela fibra sejam distinguidos.

Quando os caminhos óticos são expostos a diferentes perturbações é possível obter deslocamentos das franjas de interferência, devido às alterações na mudança da fase ou atrasos relativos.

Na maioria das aplicações utilizando estes sensores, um caminho é livre de perturbações externas e é denominado caminho de referência, enquanto o outro é utilizado para sofrer a ação da grandeza a ser medida.

Dentre os sensores interferométricos mais utilizados nos últimos anos, encontram-se aqueles baseados na interferência de múltiplas ondas, através da utilização de uma rede de difração em fibra ótica, conforme ilustra a Figura 2.



Figura 2 – Desenho esquemático de uma rede de difração uniforme em fibra ótica. Onde, $n_a e n_b$ representam os diferentes índices de refração das regiões espaciais no núcleo da fibra.

Rede de difração pode ser definida como qualquer arranjo (aberturas ou obstáculos) que provoca em uma onda incidente uma variação periódica em sua amplitude, fase ou em ambas (BORN e WOLF, 1987).

A rede de difração em fibra é oriunda de uma variação periódica de índice de refração em seu núcleo ao longo de seu comprimento. Os planos desta rede, correspondem a interfaces entre regiões com diferentes índices de refração e cada plano reflete uma porção da onda guiada pela fibra.

A superposição das componentes refletidas em cada plano (também representada na Figura 2), quando em fase, se interfere construtivamente formando uma onda refletida resultante que apresenta um máximo de amplitude em um comprimento de onda característico, que é proporcional ao espaçamento entre os planos da rede de difração. Porém, se as componentes refletidas em cada plano ficarem progressivamente fora de fase, a onda refletida resultante poderá se cancelar.

2.2 FOTOSSENSIBILIDADE EM FIBRAS ÓTICAS

O fenômeno de uma variação permanente no índice de refração em uma fibra ótica quando exposta à radiação UV, foi primeiramente observado por Hill e colaboradores em

1978, e denominado fotossensibilidade. Este fenômeno está associado a um conjunto de efeitos e parâmetros que são observados experimentalmente. Após a publicação deste primeiro trabalho, acreditava-se que este fenômeno era exclusivo às fibras dopadas com germânio, porém Dianov *et al*, 1997, inscreveram redes de Bragg em fibra ótica sem a utilização de germânio como dopante.

Quando uma fibra ótica é exposta à radiação verde, azul, UV, raios-X ou gama não são observados apenas alterações no índice de refração, mas também em outras propriedades como a absorção, o estado de tensão, a birrefringência, a densidade ou o coeficiente de expansão térmica (ARAÚJO, 1999). Assim, a amplitude da variação do índice de refração depende das características do material constituinte da fibra, da intensidade e do comprimento de onda da radiação incidente.

A mudança de índice de refração em fibras de germanosilicato pode ser associada aos defeitos pontuais na estrutura do material, pois a incorporação de átomos de germânio na sílica ocasiona uma série de defeitos.

Estes defeitos se devem à intensa banda de absorção na região espectral de 240 nm a 255 nm apresentada pelo o germânio, e a origem desta característica aparentemente está relacionada com centros de germânio com deficiência de oxigênio (GeO) que estão presentes na estrutura da sílica e que são responsáveis pela alteração das propriedades cromáticas do material.

O defeito do tipo GeO é o principal responsável pela fotossensibilidade das fibras dopadas com germânio. O átomo de germânio está ligado a três átomos de oxigênio e mais uma ligação com o átomo de silício ou de germânio Figura 3(a). A radiação UV incidente ioniza os centros GeO e dá origem à formação dos centros GeE' (ocorre quando uma das ligações Ge-Ge ou Ge-Si é quebrada, conforme Figura 3(b)), e os elétrons oriundos destes centros são integrados na estrutura de outros centros de germânio, formando os centros denominados Ge(1) e Ge(2) como mostra a Figura 3(c).

Estes comportamentos são descritos pelo modelo denominado "*centros de cor*", e este modelo presume que o índice de refração pontual está relacionado apenas com a densidade e a orientação dos defeitos na região e que é determinado simplesmente pelo seu espectro de absorção. Assim, a variação do índice de refração associada às alterações das bandas de absorção é definida pela relação de Kramers-Kronig (HILL, MALO, BILODEAU *et al.* 1993).



Figura 3 – Desenho esquemático dos tipos de defeitos em fibras de sílica dopadas com germânio: a) GeO, b) ionização do centro GeO e formação do centro GeE' e c) Ge(1) e Ge(2) com a integração do elétron.

As bandas de absorção no UV observados nos centros de germânio, fazem referência a um indicativo de consenso em relação à fotossensibilidade, porém o mecanismo das reações químicas que ocorrem em uma fibra ótica fotossensível exposta à radiação UV ainda desempenha um papel central no mecanismo da fotoindução de alterações do índice de refração, e esta área continua sendo uma fonte de debate e pesquisa na comunidade científica.

2.3 A FORMAÇÃO DAS REDES DE BRAGG EM FIBRA ÓTICA

As redes de Bragg em fibra ótica consistem de estruturas periódicas de modulação do índice de refração efetivo em seu núcleo ao longo de seu comprimento. Um feixe de luz guiado pelo núcleo da fibra será difratado por cada uma dessas estruturas e as frequências, que satisfazem à condição de Bragg, contribuem construtivamente na direção contrapropagante, formando uma banda de reflexão com comprimento de onda central específico (OTHONOS, 1997).

Estas estruturas compõem um conjunto de planos consecutivos e transversais ao núcleo da fibra, originadas por perturbações de índices de refração, e que possuem a propriedade de sintonizar o acoplamento de um modo de propagação em um outro modo de propagação.

Yariv, (1973) reproduz detalhadamente a interação e a troca de energia entre os diferentes modos de propagação em guias de onda, utilizando o formalismo da teoria dos modos acoplados para descrever o fenômeno de casamento de fase que ocorre devido a perturbações de índices de refração em estruturas periódicas corrugadas.

Esta teoria é uma importante ferramenta que tem sido utilizada com frequência para descrever o comportamento da luz lançada no interior de uma fibra ótica com uma rede de Bragg uniforme, e assim, modelar as propriedades óticas das redes com precisão.

As principais considerações realizadas na forma das equações dos modos acoplados para descrever o comportamento da radiação ao transpassar uma rede de Bragg consistem em utilizar apenas o acoplamento entre dois modos idênticos propagando-se no núcleo e em sentidos opostos (propagante e contrapropagante), e que a razão entre os índices de refração do núcleo e da casca da fibra seja aproximadamente igual a 1. Esta última consideração é denominada aproximação de guiamento fraco (OKAMOTO, 2006).

Esta aproximação permite que os modos propagantes sejam ideais (propagação em que não há perturbação de índice de refração), cujas componentes transversais possam ser expressas pela superposição destes modos.

A rede de Bragg acoplará modos de propagação diferentes desde que duas condições sejam satisfeitas, haja sincronia de fase e que os modos de propagação se superponham na região da fibra em que estejam as redes de difração. A condição de casamento de fase que assegura a troca de energia entre os modos é dada por (HILL e MELTZ, 1997):

$$\eta_{\rm eff} - \frac{\lambda}{\Lambda_{\rm z}} = \eta_{\rm eff}^{\prime} \tag{1}$$

onde η_{eff} é o índice de refração efetivo do modo propagante incidente, η_{eff} é o índice de refração do modo refletido acoplado na rede, λ é o comprimento de onda de ressonância e Λ_z é o período espacial da modulação do índice de refração na fibra.

O índice de refração efetivo define o índice de refração para cada modo de propagação e também é usualmente expresso por (OKAMOTO, 2006):

$$\eta_{\rm eff} = \frac{\beta}{k} = \frac{\beta}{\frac{2\pi}{\lambda_0}}$$
(2)

onde β é a constante de propagação do modo, k é também uma constante, denominada número de propagação da onda e λ_0 é o comprimento de onda da luz no vácuo.

Em uma rede de Bragg as magnitudes das constantes de propagação são as mesmas, porém com sinais contrários, ou seja $\beta = -\beta'$, assim se pode determinar o comprimento de onda refletido ressonante do modo de índice η_{eff} acoplado ao modo de índice η'_{eff} (ERDOGAN, 1997):

$$\lambda = \left(\eta_{\rm eff} + \eta_{\rm eff}\right)\Lambda \tag{3}$$

Simplificando a equação (3) resulta a expressão geral da condição de Bragg, ou seja:

$$\lambda_{\rm B} = 2\eta_{\rm eff}\Lambda\tag{4}$$

onde $\lambda_{\rm B}$ é o comprimento de onda de ressonância ou comprimento de onda de Bragg.

A Figura 4 mostra os espectros refletido e transmitido após um feixe de luz de banda larga (emissões em diferentes comprimentos de onda) incidir sobre uma rede de Bragg. Ainda na Figura 4 estão representados: os diferentes índices de refração n_1 (índice de refração do núcleo), n_2 (índice de refração da casca) e n_3 (índice de refração induzido pela perturbação), o comprimento da FBG (L) e seu período (Λ).


Figura 4 - Desenho esquemático do princípio de funcionamento de uma FBG.

A rede de Bragg opera como um filtro espectral reflexivo que seleciona uma estreita faixa de comprimentos de onda de uma banda larga de comprimentos de onda que tenham sido acoplados à fibra. O comprimento de onda central, chamado de comprimento de onda de Bragg (λ_B) está relacionado com a periodicidade espacial da modulação do índice de refração (Λ) e com o índice de refração efetivo do núcleo, η_{eff} .

Qualquer efeito induzido nas propriedades da fibra ótica por deformações mecânicas ou variações térmicas acarretará em mudanças na posição relativa do espectro de reflexão da rede de Bragg. Estas alterações são decorrentes de variações na geometria e no índice de refração da fibra ótica compelindo variações de fase, intensidade e polarização da onda luminosa propagante. Esta dependência permite que as FBGs sejam aplicadas como elementos sensores destas grandezas.

Diferenciando a equação (4) em relação a temperatura (T) e a deformação (l), é possível quantificar o deslocamento espacial em comprimento de onda de Bragg decorrente das variações térmicas e deformações mecânicas (OTHONOS, 1997):

$$\Delta \lambda_{B} = 2 \left(\Lambda \frac{\partial \eta_{eff}}{\partial l} + \eta_{eff} \frac{\partial \Lambda}{\partial l} \right) \Delta l + 2 \left(\Lambda \frac{\partial \eta_{eff}}{\partial T} + \eta_{eff} \frac{\partial \Lambda}{\partial T} \right) \Delta T$$
(5)

onde, *l* é o comprimento da FBG e *T* é a temperatura. $\frac{\partial n_{eff}}{\partial l}$ reflete as propriedades elastoóticas da fibra, enquanto que $\frac{\partial n_{eff}}{\partial T}$ está relacionado com as propriedades termo-óticas. Os termos $\frac{\partial \Lambda}{\partial l}$ e $\frac{\partial \Lambda}{\partial T}$ refletem a deformação mecânica e térmica da FBG, respectivamente.

Ainda na equação (5), podemos observar que uma variação em $\Delta\lambda_B$ reflete a soma das perturbações térmicas e mecânicas. Assim, a simples determinação do deslocamento espacial em comprimento de onda não permite diferenciar a contribuição de cada perturbação sobre a rede de Bragg. Este aparente problema de sensibilidade cruzada pode ser facilmente contornado, bastando para isso, por exemplo, a utilização de uma segunda FBG em série no mesmo enlace ótico, porém livre de deformações mecânicas para servir como referência e compensar os efeitos térmicos sobre o sistema.

Muitas outras técnicas tem sido utilizadas para superar a inconveniência da sensibilidade cruzada. Xu *et al*, (1994) inscreveram duas redes de Bragg com a mesma localização espacial (redes superpostas) e com diferentes comprimentos de onda de ressonância (850 nm e 1300 nm). Esta abordagem desempenha uma importante solução na aplicação de sensores, pois devido à superposição das redes, ambas estarão localizadas espacialmente sobre o mesmo ponto do mensurando, e como os coeficientes elasto-ótico e termo-ótico de uma fibra são dependentes do comprimento de onda de ressonância, os deslocamentos em comprimento de onda de cada rede serão diferentes, embora as redes estejam sujeitas ao mesmo nível de deformação. Com isso é possível determinar simultaneamente as medidas de deformação mecânica e temperatura, e através da combinação de um sistema linear de duas equações estabelecer a contribuição de cada grandeza.

Cavaleiro *et al*, (1999) inscreveram redes de Bragg em duas fibras com geometrias idênticas, porém com materiais diferentes; uma de germano silicato e a outra de germano silicato dopada com boro. A dopagem com boro no núcleo de uma fibra ótica aumenta significativamente sua fotossensibilidade, (WILLIAMS, AINSLIE, ARMITAGE *et al*, 1993).

As redes de Bragg possuíam comprimentos de onda de ressonância próximos (1280 nm e 1300 nm) e após a emenda das fibras o comprimento total do elemento sensor ficou com aproximadamente 15 mm. As fibras apresentaram diferentes sensibilidades à temperatura, porém a sensibilidade às deformações mecânicas foram similares. Isto se deve às alterações de algumas propriedades da fibra ao ser dopada, resultando em uma diminuição em seu índice de refração e em seu coeficiente termo-ótico, alterando consequentemente sua sensibilidade as variações de temperatura. Como as propriedades mecânicas e elasto-óticas da fibra não são afetadas pela dopagem, não há alteração de sensibilidade às deformações mecânicas, e assim, também é possível mensurar simultaneamente variações de temperatura e as deformações

mecânicas, e através da combinação de um sistema linear de duas equações discriminar os efeitos induzidos de cada grandeza sobre o sensor.

2.3.1 Sensibilidade da rede de Bragg ao meio externo

Uma representação dos efeitos de tração e compressão sobre uma rede de Bragg, pode ser visualizada na Figura 5, que mostra o exemplo de uma rede de Bragg quando submetida a deformações mecânicas. Estes deslocamentos em função das deformações são os responsáveis por sua utilização como sensor. Nesta figura, pode-se observar que ocorre um deslocamento no comprimento de onda de Bragg quando a fibra ótica está submetida a uma tração ou compressão. No caso da tração, uma variação positiva do comprimento de onda de ressonância será obtida como consequência dos efeitos combinados das variações de índice de refração efetivo (propriedade elasto-ótica) e da elongação ocorrida na rede de Bragg. Já para uma rede de Bragg submetida a compressão, a variação do comprimento de onda será negativa, devido ao efeito inverso, resultado da compressão sobre a rede de Bragg.



Figura 5 – Gráficos dos espectros de reflexão simulados de FBGs, demonstrando o efeito do deslocamento em comprimento de onda decorrente de deformações térmicas ou mecânicas sobre uma FBG.

A sensibilidade das redes de Bragg à deformação longitudinal sobre uma fibra ótica é representada pelo primeiro termo do segundo membro da equação (5). Este termo também

pode ser expresso de modo a relacionar as componentes do tensor elasto-ótico (p_{ij}) para sílica, as deformações longitudinais e transversais (ε_l e ε_t) respectivamente, o comprimento de onda de Bragg (λ_B) e o índice de refração efetivo do núcleo da fibra ótica (n), e é dado por (HILL e MELTZ, 1997):

$$\frac{\delta \lambda_{\rm B}}{\lambda_{\rm B}} = \varepsilon_l - \left(\frac{n_{eff}^2}{2}\right) [p_{11}\varepsilon_t + p_{12}(\varepsilon_l + \varepsilon_t)]$$
(6)

Quando apenas a deformação longitudinal ao longo da fibra é considerada em um material isotrópico homogêneo, ou seja, material com as mesmas propriedades em todas as direções, também ocorrerá uma contração ou expansão lateral (transversal) perpendicular a direção da deformação. A relação entre o valor absoluto da deformação na direção transversal e a deformação na direção longitudinal é o coeficiente de Poisson, isto é (POPOV, 2001):

$$V = -\frac{\mathcal{E}_x}{\mathcal{E}_z} = -\frac{\mathcal{E}_y}{\mathcal{E}_z}$$
(7)

onde v é o coeficiente de Poisson, ε_x e ε_y são as deformações transversais e ε_z é a deformação longitudinal.

Substituindo na equação (6) a relação $\varepsilon_t = -v\varepsilon_l$ e permanecendo a temperatura constante, chega-se a sua forma simplificada e comumente utilizada (HILL e MELTZ, 1997):

$$\frac{\delta \lambda_{\rm B}}{\lambda_{\rm B}} = [1 - p_e] \varepsilon \approx 0.78\varepsilon \tag{8}$$

onde a constante elasto-ótica (p_e) é:

$$p_{e} = \left(\frac{n_{eff}^{2}}{2}\right) \left[p_{12} - \nu \left(p_{11} + p_{12}\right)\right]$$
(9)

A cinética da rede de Bragg segue o mesmo comportamento em relação à variação de temperatura. Com o aumento da temperatura, o deslocamento no comprimento de onda de Bragg se dará para maiores comprimento de onda, devido aos efeitos combinados das variações de índice de refração efetivo (propriedade termo-ótica) e da expansão térmica. Quando há uma diminuição na temperatura, ocorrem deslocamentos para menores comprimentos de onda.

O segundo termo do segundo membro da equação (5), representa a sensibilidade das redes de Bragg a temperatura, e o deslocamento em comprimento de onda pode ser expresso por (OTHONOS, ALAVIE, MELLE *et al*, 1993):

$$\Delta\lambda_{\rm B} = \lambda_{\rm B} (\alpha + \xi) \Delta T \tag{10}$$

onde $\xi = \left(\frac{1}{n_{eff}}\right) \left(\frac{\partial n_{eff}}{\partial T}\right)$ é o coeficiente termo-ótico e $\alpha = \left(\frac{1}{\Lambda}\right) \left(\frac{\partial \Lambda}{\partial T}\right)$ é o coeficiente de

expansão térmica. Valores aproximados destas constantes são 8,3 x 10^{-6} °C⁻¹ para fibras de sílica com o núcleo dopado com germânio e 0,55 x 10^{-6} °C⁻¹ para sílica respectivamente. Destes valores se observa que o coeficiente termo-ótico é uma ordem de grandeza superior ao coeficiente de expansão térmica, sendo portanto, o efeito termo-ótico (variação de índice de refração) o principal responsável pelo deslocamento no comprimento de onda de ressonância (OTHONOS, ALAVIE, MELLE *et al*, 1993).

Estes deslocamentos dependem das características da fibra ótica, porém valores médios encontrados na literatura para estes deslocamentos são de 1,2 pm quando a rede é submetida a uma deformação relativa de 1 µε e 10 pm quando a variação de temperatura é de 1°C. Estes valores de sensibilidades são considerados para redes de Bragg para comprimentos de onda de ressonância próximos de 1550 nm.

Como se pode observar, efeitos de temperatura e deformação mecânica alteram o valor do comprimento de onda de Bragg. Estas variações podem ser correlacionadas com as alterações destes parâmetros, tornando-os em excelentes dispositivos para sensoreação, e o monitoramento destas variações é o princípio de operação comumente utilizados em sistemas de sensoreação que utilizam FBGs.

Se as informações dos mensurandos forem codificadas em comprimento de onda de Bragg pelos transdutores, flutuações na potência ótica da fonte de luz e perdas ocasionadas por emendas e conectores na fibra ótica são irrelevantes em sua resposta. Esta característica traz consigo a facilidade da multiplexação em comprimento de onda (WDM – *Wavelength Division Multiplexing*), pois cada sensor é identificado por um comprimento de onda específico.

2.4 FABRICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG EM FIBRAS ÓTICAS

O processo de fabricação das redes de Bragg pode ser classificado pelas técnicas de inscrição interna ou externa à fibra ótica. A técnica de inscrição interna foi amplamente substituída devido às dificuldades e limitações de inscrição, como mencionadas no item 1.2.2.

As principais técnicas de gravação de redes externamente a fibra são as interferométricas (que se utilizam de um interferômetro) e ponto a ponto. Dentre as interferométricas, a técnica com máscara de fase é frequentemente utilizada.

Na interferométrica, o perfil de modulação do índice de refração na fibra ótica é realizado pela interferência de dois feixes de luz coerente. O interferômetro de divisão de amplitude é o mais utilizado para esta tarefa, embora os interferômetros de divisão de frente de onda (biprisma de Fresnel e espelho de Lloyd), também possam ser utilizados.

Na ponto a ponto, a modulação de índice de refração é proporcionada pela iluminação direta ponto a ponto, deslocando o feixe sobre a fibra ótica para formar a estrutura da rede. A utilização desta técnica requer um sistema de motores posicionadores extremamente precisos e estáveis para o controle da periodicidade espacial da rede, além do inconveniente de ser uma tarefa morosa.

Malo *et al*, (1993), utilizando esta técnica, produziram redes com periodicidade espacial de 1,59 μ m, resultando em uma rede com 225 pontos e 360 μ m de comprimento. O comprimento de onda de ressonância foi centrado em 1536 nm, largura de banda a meia altura de 2,7 nm e refletividade de 70%.

A técnica com máscara de fase é o método mais prático para a gravação de redes, este dispositivo reduz significativamente a complexidade do sistema de fabricação. A máscara de fase é uma rede de difração de transmissão em fase, ou seja, é utilizada para modular espacialmente o feixe da radiação incidente, através da variação periódica da fase dos feixes difratados. Com isso, o padrão de interferência oriundo destes feixes pode ser impresso permanentemente o núcleo de uma fibra.

2.4.1 Iluminação direta sobre a máscara de fase

A iluminação direta através de uma máscara de fase é uma técnica de gravação acessível para a gravação de redes de Bragg em fibra ótica. A utilização de uma máscara de fase permite que o processo de gravação das redes de Bragg se torne mais simples e com alta capacidade de reprodutibilidade.

Máscara de fase é um elemento ótico difrativo que possui uma série de depressões longitudinais periodicamente espaçadas. Máscaras que possuem um período não-uniforme ao longo de seu comprimento são denominadas máscara de fase com *chirp* e as redes produzidas com estas máscaras são muito utilizadas para a compensação de dispersão em sistemas de comunicação (CHEN, LI, YANG *et al*, 1996; OUELLETTE, CLICHE e GAGNON, 1994).

A profundidade e o espaçamento entre as depressões são cuidadosamente controlados em sua confecção, pois estas características são determinantes para sua eficiência. Quando a radiação incide normalmente sobre o dispositivo, a radiação é difratada em várias ordens, embora a máscara de fase seja projetada para que as ordens ± 1 dominem as maiores parcelas da potência transmitida. Na prática, a radiação difratada de ordem zero é reduzida a menos de 5% da radiação incidente e cada um dos feixes de ordens ± 1 contém aproximadamente 35% da radiação difratada pela máscara de fase (HILL, MALO, BILODEAU *et al*, 1993).

As ordens difratadas pela máscara formam um padrão de interferência sobre a fibra ótica. Sendo assim, é possível inscrever redes de Bragg de forma muito simples e com alta reprodutibilidade, bastando para isso manter a fibra ótica junto à superfície da máscara de fase alinhada transversalmente às depressões, e incidir diretamente radiação ultravioleta sobre a máscara de fase, conforme o desenho esquemático da Figura 6.



Figura 6 – Desenho esquemático do padrão de interferência formado pelas ordens ± 1 sobre o núcleo de uma fibra ótica após o feixe de luz ser difratado pela máscara de fase.

O padrão de interferência resultante da superposição destes feixes é o responsável pela modulação de índice de refração no núcleo da fibra ótica e a utilização de uma lente cilíndrica melhora significativamente a eficiência da gravação, devido a sua capacidade de convergir a radiação longitudinalmente sobre a fibra.

O período espacial da modulação de índice de refração causado pela interferência dos feixes difratados define o período espacial da rede de Bragg inscrita na fibra ótica e o comprimento de onda de ressonância pode ser representado em termos do comprimento de onda da radiação incidente e do ângulo de difração dos feixes (OTHONOS, 1999).

$$\lambda_{\rm B} = \frac{\eta_{\rm eff} \lambda_{\rm w}}{\rm sen}(\varphi) \tag{11}$$

onde, $\lambda_{\rm B}$ é o comprimento de onda de Bragg, $\eta_{\rm eff}$ o índice de refração efetivo do núcleo da fibra, $\lambda_{\rm w}$ é o comprimento de onda da radiação incidente e φ é o ângulo de difração de ordem 1.

Ao substituir a equação (4) ($\lambda_{\rm B} = 2\eta_{eff}\Lambda$) na equação (11) também se pode perceber a dependência do período espacial da rede de Bragg (Λ), em função do comprimento de onda da radiação incidente (λ_w) e do ângulo de difração dos feixes (φ).

$$\Lambda = \frac{\lambda_w}{2sen(\varphi)} \tag{12}$$

A periodicidade espacial da máscara de fase (Λ_{mf}) pode ser determinada pela equação geral da rede de difração (KASHYAP, 1999):

$$\Lambda_{\rm mf} = \frac{m\lambda_{\rm uv}}{\left(sen\left(\frac{\theta_m}{2}\right) - sen\theta_i\right)} \tag{13}$$

onde *m* é a ordem do feixe difratado ($m = 0, \pm 1, \pm 2, ...$), λ_{uv} o comprimento de onda da radiação incidente, ($\theta_m / 2$) o ângulo da ordem difratada e θ_i o ângulo da radiação incidente.

Quando a radiação incide perpendicularmente à máscara de fase ($\theta_i = 0$), ao substituir a equação (12) na equação (13) se pode constatar que a periodicidade espacial da rede de Bragg inscrita com uma máscara de fase terá comprimento equivalente a metade do espaçamento entre as depressões da máscara e este período é independente do comprimento de onda da radiação incidente:

$$\Lambda = \frac{\Lambda_{\rm mf}}{2} \tag{14}$$

onde Λ é o período espacial da rede de Bragg e Λ_{mf} é o período espacial da máscara de fase.

Porém, a simplicidade deste método de gravação possui como inconveniência a impossibilidade de gravação de redes de Bragg com diferentes comprimentos de onda de ressonância utilizando-se a mesma máscara de fase.

2.4.2 Técnica interferométrica com máscara de fase

Como visto anteriormente, a equação (11) demonstra a dependência do comprimento de onda de Bragg em função apenas do comprimento de onda da radiação incidente, do índice de refração efetivo e do ângulo de intersecção entre os feixes sobre a fibra ótica. Como o comprimento de onda da radiação incidente é limitado à região de fotossensibilidade da fibra ótica, a variação no ângulo de intersecção entre os feixes é o parâmetro de interesse prático para a determinação do comprimento de onda de Bragg de projeto.

Sendo assim, a utilização de um sistema interferométrico para a inscrição de redes em fibra ótica permite ampla flexibilidade para sua produção, porém este sistema requer precisão

de todos os dispositivos constituintes do interferômetro. Vibrações mecânicas, mesmo que, de baixa intensidade, deslocamentos micrométricos nas posições dos espelhos e até mínimas diferenças de índice de refração do ar ao longo do caminho ótico dos feixes de radiação afetam negativamente a qualidade da visibilidade das franjas de interferência.

A inclusão de uma máscara de fase no interferômetro tem como principal vantagem a possibilidade de poder variar o comprimento de onda de inscrição de redes de Bragg, com a mesma máscara de fase, bastando para isso alterar o ângulo dos espelhos em que os feixes são refletidos, (θ_m na Figura 7). Caso se deseje redes de Bragg com comprimentos de onda similares ao pré-definido pela máscara de fase, basta que θ_m seja zero. Isso faz deste arranjo interferométrico o método mais flexível, prático e eficaz de gravação de redes de Bragg em fibra ótica.

Esta técnica utiliza a configuração de um interferômetro de Talbot modificado. Este interferômetro consiste de dois espelhos planos móveis e paralelos e de um elemento difrativo (máscara de fase), e permite a ampla possibilidade de inscrever redes de Bragg em quaisquer comprimentos de onda, pois a recombinação dos feixes difratados pela máscara de fase sobre a fibra ótica é ajustada através do ângulo de intersecção entre os feixes. A Figura 7 mostra o desenho esquemático de um interferômetro de Talbot modificado para a inscrição de rede de Bragg em fibra ótica.



Figura 7 – Desenho esquemático de um interferômetro de Talbot modificado para inscrição de redes de Bragg em fibra ótica.

A relação entre os ângulos do interferômetro da Figura 7 é (DOCKNEY, JAMES e TATAM):

$$\theta_{\rm c} = \theta_{\rm p} + 2\theta_{\rm m} \tag{15}$$

onde θ_{c} é a metade do ângulo de intersecção dos feixes sobre a fibra ótica, θ_{p} é a metade do ângulo entre os feixes difratados de ordens ± 1 e θ_{m} é o ângulo do espelho.

Substituindo a equação (15) na equação (11) se tem a dependência do comprimento de onda de Bragg ($\lambda_{\rm B}$) em função da geometria do interferômetro:

$$\lambda_{\rm B} = \frac{\eta_{eff} \lambda_{w}}{sen(\theta_{\rm p} + 2\theta_{\rm m})} \tag{16}$$

onde η_{eff} é o índice de refração efetivo da fibra, λ_w o comprimento de onda da radiação incidente, θ_p a metade do ângulo entre os feixes difratados de ordens ± 1 e θ_m é o ângulo do espelho.

2.5 COMPOSIÇÃO BÁSICA DAS TINTAS À BASE DE ÁGUA

A correta escolha de uma tinta para uma dada aplicação passa pela compreensão de suas propriedades físico-químicas gerais e pela definição do termo "tinta" (FAZENDA, 2005). Podemos definir tinta como um produto líquido ou em pó que, quando aplicado sobre um substrato, forma uma película com características protetoras decorativas ou técnicas particulares. Em sua composição líquida, geralmente viscosa, constituída de um ou mais pigmentos dispersos em um aglomerante líquido que, ao sofrer um processo de transformação em película fina, forma um filme aderente ao substrato.

Seus principais componentes são resinas, pigmentos, aditivos e solventes.

As resinas constituem a parte não volátil da tinta, sua principal função é a de aglomerar as partículas de pigmentos.

Os pigmentos são materiais sólidos finamente divididos, insolúveis ao meio e utilizado com a finalidade de conferir cor, opacidade e certas características de resistência entre outros efeitos.

Os aditivos são incorporados às tintas para proporcionar melhorias significativas em suas propriedades. São muito utilizados para auxiliar nas diversas fases de fabricação e conferir características necessárias à aplicação.

Solventes são líquidos voláteis, utilizados principalmente para dissolver as resinas.

A secagem de uma camada de tinta corresponde a uma mudança de estado físico do líquido para sólido. Durante a formação do filme em um substrato, uma dispersão coloidal se transforma em um filme contínuo e mecanicamente estável. Obviamente que as características deste filme são determinadas pelas características do látex, mas também são determinadas pela composição deste substrato e pelo seu processo de pré-tratamento (limpeza de contaminantes como poeira, ferrugens, óleos, graxas entre outros), bem como, pela completa formulação da tinta e o método de aplicação utilizado. Fatores ambientais como temperatura, umidade relativa do ar e velocidade do vento também influenciam nas características da formação do filme.

O mecanismo de formação de um filme de látex tem sido abordado na literatura há mais de 50 anos, porém foram nos últimos 10 anos, através da utilização de modernos métodos instrumentais (microscopia moderna, espectroscopia entre outros) que o entendimento básico do processo de formação de um filme de látex começou a convergir, conforme síntese apresentada por Winnik (1997).

Trabalhos precursores, como Henson *et al*, (1953), afirmam que o mecanismo detalhado de formação de um filme de tinta látex ainda permanece sendo investigado, porém propõem que o processo é constituído de dois estágios. No primeiro estágio, ocorre uma aproximação entre as partículas, devido à perda de água e se estabelece um contato irreversível entre as partículas da tinta. O segundo estágio é descrito como a fusão das partículas dispersas para a formação de um filme contínuo e coeso.

A ação de forças no processo de formação do filme também é abordada por alguns pesquisadores. Dillon *et al*, (1953) consideram que o processo de secagem e a deformação das partículas e consequentemente a formação do filme ocorrem em momentos distintos e declaram que a deformação se deve principalmente às tensões superficiais entre as partículas, considerando que a ação de outras forças no processo de formação de um filme de látex seja irrelevante. Neste modelo, as partículas poliméricas são consideradas como esferas viscosas.

Por outro lado, Brown (1956), observou que o término da evaporação da água e o processo de formação do filme são idênticos. Além disso, afirma que as interfaces polímeroágua e água-ar são relevantes no processo de formação do filme. Neste modelo, outras forças foram consideradas, dentre elas: tensão superficial, força capilar, força gravitacional, força eletrostática e força de resistência à deformação das partículas poliméricas. Sendo que as três primeiras são forças de tendência à formação do filme e as duas restantes, de oposição à formação do filme. Segundo este modelo, para que ocorra a formação do filme, o somatório das forças que contribuem para a deformação das partículas deve ser maior do que o somatório das forças de oposição à formação do filme. Porém, a magnitude de algumas dessas forças é irrelevante no processo, sendo responsáveis pela formação do filme apenas duas forças: força capilar e força de resistência à deformação das partículas poliméricas. Neste modelo, as partículas poliméricas são consideradas elásticas.

Sheetz (1965), apresentou um modelo considerando a pressão osmótica para descrever a formação de uma fina camada de partículas deformadas na superfície do látex, oriundas da pressão de capilaridade. Assim, esta camada exerce forças de compressão sobre as partículas inferiores (perpendicular à superfície), levando a uma compactação e consequentemente deformando as partículas poliméricas, promovendo a coalescência (LUDWIG, 2008).

Review articles, publicados por Keddie (1997), Winnik (1997) e Steward *et al*, (2000) abordam a formação de um filme de látex e os recentes trabalhos reportam que o mecanismo de formação de filme consiste de três estágios.

O processo de formação de um filme fino de uma tinta látex é um fenômeno físicoquímico que acontece através da coalescência e pode ser descrito basicamente em três estágios (STEWARD, HEARN e WILKINSON, 2000):

Estágio I – evaporação da água. Este processo se inicia no momento da aplicação do filme, as moléculas de água podem deixar o interior do filme fino da tinta através da evaporação para o ambiente atmosférico bem como pela absorção do substrato. Neste momento as moléculas estão dispersas, separadas pela água e pelos demais constituintes da dispersão como mostrado na Figura 8.



Figura 8 – Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex anteriormente ao processo de secagem sobre um substrato.

Estágio II – Tem início no momento em que as partículas iniciam um contato irreversível. Devido à evaporação da água, as partículas tendem a se aproximar entre si primeiramente se tocando para em seguida se fundirem, como mostra a Figura 9. O filme adquire uma estrutura de gel, momento em que as partículas estão muito próximas iniciando o

processo de coalescência. As deformações irreversíveis das partículas são influenciadas por efeitos de tensões superficiais e de capilaridade.



Figura 9 – Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex após a evaporação da água.

Estágio III – Inicia-se a formação do filme. A película do filme é oriunda da coalescência e a acomodação das partículas poliméricas neste processo é de fundamental importância para obtenção de um filme com características satisfatórias, conforme a Figura 10. Por exemplo, se a velocidade de evaporação na superfície do líquido é rápida, provoca a formação de uma camada superficial que dificulta a saída da água da parte mais interna, ocasionando problemas no filme de não-uniformidade do acabamento e trincamento do filme. Se a velocidade de evaporação é lenta (ambiente com elevada umidade relativa do ar), provoca escorrimento na pintura de superfícies verticais, também comprometendo as características do filme.



Figura 10 – Desenho esquemático da formação de um filme de tinta látex contínuo e uniforme.

A Temperatura Mínima de Formação do Filme (TMFF) é a temperatura mínima a partir da qual a resina possui mobilidade, sendo possível a fusão de suas moléculas. Abaixo desta temperatura a película não é obtida de forma adequada, e é uma grandeza de fundamental importância. Esta Temperatura Mínima depende das características do polímero, da temperatura de transição vítrea, da presença de coalescentes, de colóides e, em menor grau, da viscosidade do polímero. Se a temperatura estiver acima de sua TMFF, a coalescência entre as partículas poderá acontecer, porém se a temperatura estiver abaixo da TMFF, podem se formar fragmentos descontínuos ou uma compactação em forma de pó (FAZENDA, 2005).

2.5.2 Secagem e cura de tintas

Secagem é a mudança de estado da película, de líquida para sólida. Em alguns tipos de tintas, esta alteração envolve apenas a evaporação do solvente. A cura se distingue da secagem por reações entre a resina e um agente endurecedor. Esse agente pode ser o oxigênio do ar, resinas reativas (catalisadores) e até mesmo o calor. Uma tinta pode se apresentar seca e ainda não estar totalmente curada.

Como dito anteriormente, a passagem da tinta do estado líquido para o completamente solidificado ocorre em estágios cuja duração depende do tipo de solvente e resina utilizados, do substrato, da temperatura e da umidade relativa do ar, além da espessura da camada de tinta. Sendo assim, o procedimento experimental para a determinação dos estágios de secagem de uma tinta obedece uma padronização ditada pela norma NBR 9558. As condições ambientais das grandezas temperatura e umidade relativa são fixadas pela norma, e a espessura do filme é determinada pelas respectivas especificações ou fichas técnicas dos fabricantes.

No Brasil, o método de determinação do tempo de secagem, definido em norma, consiste na aplicação de um filme de tinta úmido sobre uma placa de vidro na espessura recomendada pelo fabricante da tinta e da verificação temporal, através do tato, dos estágios envolvidos na passagem da tinta do estado líquido para o sólido.

2.5.3 Norma ABNT NBR 9558

A norma brasileira NBR 9558 estabelece os estágios do tempo de secagem de tintas, que compreendem: seca ao toque, livre de pegajosidade, endurecida, endurecida ao manuseio e completamente endurecida. Os procedimentos para a caracterização destes estágios de secagem são assim caracterizados: <u>Seca ao toque</u>: tocar a película levemente com o dedo limpo e desengordurado. A película será considerada seca ao toque quando não houver transferência de tinta para o dedo.

<u>Livre de pegajosidade</u>: exercer uma leve pressão com o dedo limpo e desengordurado, puxando-o sobre a película. A película é considerada livre de pegajosidade quando não forem deixadas marcas na superfície.

<u>Endurecida</u>: segurar a placa de vidro entre o polegar e o indicador, exercendo a máxima pressão. A película é considerada endurecida quando não apresentar marcas ou estas puderem ser removidas através de polimento com um pano macio.

<u>Endurecida ao manuseio</u>: manter a placa de vidro em posição horizontal, colocando o polegar sobre a película de maneira que o braço fique paralelo a superfície da placa. Exercer máxima pressão com o braço e, ao mesmo tempo, girar o dedo no plano da película a um ângulo de 90°. A película é considerada seca ao manuseio quando não houver nenhuma alteração na superfície.

<u>Completamente endurecida</u>: pressionar a unha do polegar contra a película, puxando-a sobre a mesma. A película é considerada completamente endurecida quando não houver transferência de tinta para a unha, ou seja, quando não for mais possível arrancar a tinta por esse método (ABNT NBR 9558, 1986).

3 METODOLOGIA

3.1 SISTEMAS DE GRAVAÇÃO E LEITURA DE FBG DA UTFPR

O processo de fabricação de redes utilizado nesse trabalho empregou duas metodologias para a utilização da máscara de fase no sistema de gravação, como abordado nos itens 2.4.1 e 2.4.2. No primeiro, a máscara de fase é iluminada diretamente por um feixe laser e no segundo a máscara de fase é utilizada como um divisor de feixe em um interferômetro. Cada metodologia possui suas particularidades de prós e contras, porém a qualidade das FBGs produzidas é equivalente. A utilização destas metodologias para a gravação dos dispositivos se deu pela disponibilidade do grupo de pesquisa ter acesso a dois sistemas independentes para a fabricação de FBGs em fibra ótica.

3.1.1 Interferômetro com máscara de fase

A produção das redes de Bragg foi realizada no Núcleo de Dispositivos Fotorrefrativos (NUFORE) da UTFPR, através das técnicas descritas nos itens 2.4.1 e 2.4.2.

O sistema experimental utilizado para a gravação das redes de Bragg denominado interferômetro com máscara de fase foi aprimorado por Kuller (2008), tornando-o mais prático, eficiente, flexível, reprodutível e versátil. Com a automatização do sistema foi possível produzir redes de Bragg com diferentes comprimentos de onda utilizando-se de poucos ajustes manuais. O alinhamento ótico dos espelhos, que é condição imprescindível para a gravação de redes eficazes, é controlado por motores de precisão com resolução micrométrica via computador.

A cinética de crescimento da rede pode ser acompanhada, em tempo real, através de um analisador de espectro ótico (OSA), permitindo ao usuário observar as principais características de uma rede de Bragg: refletividade, largura de banda a meia altura, comprimento de onda do pico central. O intervalo de tempo para este acompanhamento está limitado apenas ao tempo de aquisição e amostragem do OSA, que dependendo de suas configurações pode ser realizado entre 1 e 5 segundos.

A Figura 11 apresenta um diagrama esquemático do primeiro sistema de leitura e gravação de FBGs da UTFPR, localizado no Laboratório de Laser, utilizado neste trabalho.



Figura 11 – Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método interferométrico com máscara de fase.

O sistema apresentado na Figura 11, é composto por um laser (*New Wave, Tempest-20 Nd: YAG*) que emite radiação UV em comprimento de onda de 266 nm.

O feixe de luz laser é parcialmente bloqueado por um diafragma ajustável (íris), onde é possível controlar o diâmetro do feixe (*spot size* – parâmetro determinante para o comprimento da rede que será inscrita) e selecionar sua região espacial de melhor qualidade espectral.

O feixe é desviado com a utilização de dois espelhos fixos posicionados a 45° os quais proporcionam um caminho ótico resultando em um feixe paralelo à saída do laser. Ao incidir sobre a máscara de fase (IBSEN PHOTONICS – período: 1050,5 nm), que está montada sobre um suporte acoplado a um goniômetro (OPTRON – GN1-60), o feixe é difratado nas ordens 0 e \pm 1. Embora a máscara de fase seja projetada para que a difração do feixe de ordem zero seja minimizada, esta porção difratada ainda contém aproximadamente de 3 % a 4% da intensidade da radiação incidente. Assim, para evitar que esta porção de energia interfira negativamente na visibilidade das franjas de interferência produzidas sobre a fibra ótica optou-se por suprimi-la através de um anteparo opaco.

Os feixes de ordem ± 1 então são refletidos pelos espelhos móveis montados sobre motores (NEWPORT - M495CC) com estágios de rotação (a rotação nestes espelhos

determinam o ângulo θ_m descrito na Figura 7), em direção a uma lente cilíndrica planoconvexa, de sílica fundida (NEWPORT CSX050 – dimensões (50,8 x 25,4 mm) e distância focal efetiva de (50,2 mm)), utilizada para convergir os feixes sobre uma estreita linha focal, e consequentemente aumentar a densidade de potência, em determinado segmento da fibra ótica fotossensível (SMF - NUFERN), que está fixamente posicionada por meio de ímãs em um suporte regulável.

Durante todo o processo de inscrição de uma rede de Bragg no núcleo da fibra ótica o espectro de reflexão é acompanhado por um analisador de espectros óticos (OSA – *Optical Spectrum Analyzer*, da Anritsu modelo MS9710B), com resolução máxima de 0,07 nm e estabilidade mínima em comprimento de onda de ± 5 pm.

Para iluminação da rede é utilizado como fonte ótica um LED superluminescente (Superlum Pilot 2), operando na faixa de 1445 nm a 1645 nm.

O sinal emitido pelo LED é acoplado à porta de entrada de um circulador ótico de três portas, dispositivo este utilizado para separar as parcelas propagante e contrapropagante da radiação transmitida na fibra ótica. Nas demais portas do circulador, são acopladas a fibra ótica (onde é gravada a rede de Bragg) e o analisador de espectros óticos.

Após estas conexões a monitoração do espectro de reflexão é acompanhada em tempo real, permitindo que a evolução do processo de escrita seja constantemente examinada e que possíveis diferenças significativas no comprimento de onda central ou no alinhamento da fibra ótica ao padrão de interferência, por exemplo, sejam corrigidas.

3.1.2 Iluminação direta sobre máscara de fase

A Figura 12 apresenta um diagrama esquemático do segundo sistema de leitura e gravação de FBGs da UTFPR, localizado no Laboratório de Nanoestruturas.



Figura 12 - Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método de iluminação direta sobre a máscara de fase.

O sistema apresentado na figura Figura 12, é composto por um laser de excímero (*Coherent, Xantos XS - KrF*) que emite radiação UV em comprimento de onda de 248 nm.

As funções do diafragma ajustável (íris), dos espelhos e da lente cilíndrica neste segundo sistema são idênticas às desempenhadas no primeiro sistema. Assim, com o diafragma ajustável (íris), é possível controlar o diâmetro do feixe e também selecionar sua região espacial de melhor qualidade espectral. Os espelhos são utilizados para proporcionar um caminho ótico em direção a uma lente cilíndrica, que por sua vez, converge o feixe incidente em uma estreita linha focal sobre a fibra ótica.

Ao atravessar a máscara de fase, um padrão de interferência é produzido pela sobreposição dos feixes difratados, em uma região próxima da máscara de fase. Estando uma fibra ótica fotossensível nesta região, este padrão de interferência pode ser projetado no núcleo da fibra, resultando em uma modulação espacial do índice de refração da fibra.

Durante todo o processo de inscrição o espectro de reflexão é acompanhado pelo interrogador sm125 (*Optical Sensing Interrogator* – sm125), dispositivo utilizado para aquisição e o processamento dos sinais oriundos da FBG.

3.2 APLICAÇÃO DAS FBGs COMO SENSOR DE DEFORMAÇÃO MECÂNICA NO PROCESSO DE SECAGEM DE TINTAS LÁTEX

Os experimentos deste trabalho tiveram como objetivo verificar a viabilidade da utilização de FBGs para a monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem e a determinação do tempo de secagem de tintas. Visando atingir os objetivos, um ensaio preliminar e duas montagens experimentais foram realizadas.

No ensaio preliminar, que será descrito no próximo item 3.2.1, não foi possível observar alterações significativas no espectro da FBG. Assim, o emprego de uma metodologia simples (deposição de uma camada de tinta sobre a FBG), se mostrou incapaz de mensurar as deformações mecânicas inerentes do processo de secagem.

Com a primeira montagem experimental, descrita no item 3.2.2, foi possível perceber alterações no espectro da FBG embebida na tinta. Porém houve a necessidade de alterar o arranjo experimental, principalmente devido ao volume de tinta utilizado nestes primeiros ensaios, que estava muito além das aplicações convencionais. Com esta primeira montagem, o ensaio para a determinação do tempo de secagem descrito pela norma não foi realizado.

Com a segunda montagem experimental, descrita no item 3.2.3, o volume de tinta utilizado está de acordo com as aplicações convencionais e assim, também foi possível realizar, parcialmente, a metodologia utilizada para a determinação dos estágios do tempo de secagem de uma tinta, como descrito pela norma. Para a completa realização da metodologia recomendada pela norma, o ensaio para determinar os estágios do tempo de secagem, as grandezas temperatura e umidade relativa do ar devem estar compreendidas entre os valores de $(25 \pm 2)^{\circ}$ C e $(55 \pm 5)^{\circ}$, respectivamente. No ambiente em que foram realizados os experimentos dos estágios do tempo de secagem estas grandezas não foram controladas, porém foram mensuradas em todo o processo. É importante ressaltar que não houve extrapolação da faixa de variação das grandezas permitida pela norma nos experimentos realizados.

Ainda com esta segunda montagem experimental, também foi investigado o processo de secagem de duas diferentes tintas comerciais em dois cenários distintos. No primeiro, as tintas utilizadas não foram diluídas, no segundo as tintas foram diluídas conforme recomendação dos fabricantes. Este experimento também visou quantificar as deformações mecânicas oriundas no processo. Para isso, o transdutor foi caracterizado quanto à deformação mecânica longitudinal.

O número de demãos a serem aplicadas sobre um substrato não segue um padrão, devido aos inúmeros fatores que compreendem um sistema completo de pintura. Porém, no rótulo das tintas, os fabricantes informam o tempo mínimo que deve ser respeitado entre demãos. De posse desta informação, e com a mesma metodologia utilizada na segunda montagem experimental, o transdutor também foi utilizado em dois experimentos distintos, como descrito no item 3.2.4 para acompanhar o processo de secagem de uma segunda demão de tinta.

3.2.1 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem de tintas (ensaio preliminar)

Após a inscrição da FBG na fibra ótica, a mesma foi estirada e colada em um suporte fixo. A fibra foi conectada a uma porta do circulador ótico e nas demais portas foram acoplados o sinal emitido pelo LED e o OSA (as funções e características destes componentes foram abordadas no item 3.1.1), como mostrado na Figura 13.



Figura 13 – Desenho esquemático do arranjo experimental utilizado no ensaio preliminar.

O segmento de fibra onde foi inscrita a FBG foi pintado com tinta látex de cor branco neve, e seu espectro de reflexão foi monitorado ao longo de 4 horas em intervalos regulares de 1 minuto. A temperatura ambiente foi monitorada com um termômetro digital com termistor.

O sistema de medida com o termistor, construído para este experimento, consiste de um circuito eletrônico que converte as mudanças na resistência elétrica do sensor em uma relação direta através da linearização da resposta do termistor utilizando um divisor de tensão. A diferença de potencial contínua resultante da configuração do circuito baseado em um

amplificador operacional, após o condicionamento do sinal, possui resolução de 0,1 °C (GUADAGNINI e BARLETTE, 2005).

3.2.2 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem de tintas (primeira montagem experimental)

Nos primeiros ensaios realizados com esta montagem experimental, duas FBGs, com diferentes comprimentos de onda de Bragg, foram inscritas em dois segmentos de fibra ótica fotossensível SMF (fibra monomodo padrão de telecomunicações) por meio da técnica interferométrica com máscara de fase. Esses dispositivos foram inseridos separadamente em dois recipientes de alumínio, em forma de paralelepípedo retângulo, com as seguintes dimensões: comprimento 8,00 cm, largura 1,00 cm e profundidade de 0,80 cm.

Uma dessas redes, denominada (FBG1) foi simplesmente colocada no recipiente vazio, livre de deformações mecânicas, a fim de monitorar apenas variações de temperatura. A outra rede (FBG2) foi encapsulada, conforme será descrita no item 3.2.5, antes de ser introduzida no recipiente a ser preenchido com tinta.

As FBGs foram colocadas em série e conectadas a um interrogador *Optical Sensing Interrogator* – sm125, (dispositivo utilizado para aquisição e o processamento dos sinais oriundos das FBGs), conforme a Figura 14. Uma fonte de radiação laser sintonizável, interna ao interrogador, operando na faixa de 1520 nm a 1570 nm ilumina as FBGs e a luz refletida pelas redes é demodulada pelo mesmo, que possui resolução de 0,01 nm e estabilidade mínima em comprimento de onda de ± 5 pm.

O recipiente que continha a FBG2 foi completamente preenchido com tinta látex de cor branco neve, sendo seu espectro de reflexão monitorado ao longo de 57 horas em intervalos regulares de 1 minuto. As variações de temperatura ocorridas durante este intervalo de tempo e que afetam a resposta da FBG2 foram compensadas em função da resposta da FBG1. A temperatura ambiente também foi monitorada com um termômetro digital com termistor.



Figura 14 - Desenho esquemático da primeira montagem experimental.

3.2.3 Verificação da viabilidade do uso de FBG para determinação dos estágios de secagem descritos pela norma brasileira NBR 9558 (segunda montagem experimental)

A segunda montagem experimental visou alterações para implementar a metodologia empregada para a caracterização dos estágios do tempo de secagem da tinta. Para isso, foi necessário utilizar um volume de tinta condizente com a realidade das aplicações e evitar variações bruscas de alguns parâmetros ambientais.

As alterações consistiram na retirada do recipiente para tinta e a inclusão de uma campânula acrílica, em forma de paralelepípedo retângulo de dimensões 30,0 cm (comprimento), 35,0 cm (largura) e 35,0 cm (altura). A campânula foi utilizada com a finalidade de evitar flutuações significativas nas grandezas temperatura e umidade relativa do ar, pois estes parâmetros devem estar compreendidos entre os limites estabelecidos pela NBR 9558, além de contribuir para a proteção do ambiente experimental.

A encapsulação da FBG, como descrita no próximo item 3.2.5, foi executada com o objetivo principal de garantir a aderência da tinta sobre o substrato, permitindo com isso uma melhor determinação das deformações mecânicas inerentes ao processo de secagem da tinta.

Então usando um pequeno pincel, a mola que é utilizada para encapsular a FBG foi completamente pintada com uma fina camada de tinta e a evolução da deformação mecânica oriunda do processo de secagem foi analisada. A Figura 15 mostra o diagrama esquemático da segunda montagem experimental e no detalhe a fotografia da cabeça sensora antes e após ser pintada.



Figura 15 – Desenho esquemático da segunda montagem experimental. No destaque a cabeça sensora antes e após o experimento.

Para reproduzir o método de caracterização dos estágios de secagem descrito pela norma, e não interferir no experimento em andamento no interior da campânula, uma segunda mola com as mesmas características da utilizada para encapsular a fibra ótica também foi pintada. Em intervalos regulares de tempo (10 minutos), esta segunda mola foi apalpada com os dedos limpos e desengordurados e a sensação observada.

3.2.4 Verificação da viabilidade do uso de FBG no processo de secagem após a aplicação da segunda demão de tinta

Estes experimentos também foram realizados com a mesma metodologia utilizada na segunda montagem experimental, descrita no item 3.2.3. A segunda demão foi aplicada 240 minutos após aplicação da primeira demão, como recomendado pelo fabricante.

A influência da adição de água no processo de secagem da tinta também foi investigada com este experimento. Para isso, o experimento abordou dois cenários distintos de aplicação da tinta: (a) primeira demão com tinta diluída (uma parte de tinta e uma parte de água – 50% tinta. Máxima diluição recomendada pelo fabricante) e segunda demão com tinta não diluída; (b) primeira e segunda demãos com tinta não diluída.

Para acompanhar a deformação mecânica durante o processo de secagem, o transdutor foi completamente pintado, utilizando um pequeno pincel. Na primeira demão, os valores dos comprimentos de onda de Bragg foram monitorados durante 240 minutos em intervalos regulares de um minuto. Após este tempo, como recomendando pelo fabricante da tinta, a segunda demão de tinta foi aplicada sobre o transdutor e os valores do comprimento de onda de Bragg foram monitorados, também em intervalos regulares de um minuto. Os valores dos comprimentos de onda foram mensurados pelo interrogador sm125.

3.2.5 Encapsulação da FBG

A encapsulação foi executada visando garantir a aderência da tinta. Para tanto, a fibra ótica contendo uma FBG foi inserida no interior de duas agulhas de seringas comerciais, cujos metais das agulhas possuíam diâmetros externos de 1,20 mm e 0,80 mm. A agulha de diâmetro menor encontra-se no interior da agulha de diâmetro maior. Entre as extremidades externas das agulhas foi posicionada uma mola com constante elástica de aproximadamente 1 N/m, diâmetro do arame de 0,45 mm, diâmetro externo de 7,00 mm e comprimento total de 60,00 mm. A Figura 16 (a) mostra os materiais que foram utilizados para a encapsulação da fibra ótica. A Figura 16 (b) também mostra o aparato utilizado para comprimir a mola anteriormente ao processo de colagem da fibra sobre as extremidades de plástico das seringas. Após a compressão da mola pelo aparato é realizada a colagem da fibra ótica no interior das extremidades plásticas. Com este procedimento, após a colagem, o dispositivo é retirado do aparato e utilizado como transdutor das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem da tinta, como mostrado na Figura 16 (c).







Figura 16 – Fotografia do sistema de encapsulação da FBG: materiais utilizados (a), aparato utilizado para a compressão da mola anteriormente ao processo de colagem (b) e dispositivo transdutor (cabeça sensora) (c).

3.2.6 Efeito da encapsulação no espectro da FBG (faixa de operação da cabeça sensora)

No processo de encapsulação da FBG, a colagem da fibra ótica nas extremidades plásticas internamente às agulhas de seringa é realizada somente após a mola ter sido comprimida pelo aparato. O ajuste desta pré-compressão é de fundamental importância para a definição da faixa dinâmica de operação da cabeça sensora, e deve ser cuidadosamente dimensionado.

Num cenário em que a fibra seja colada quando a mola esteja muito comprimida (máxima compressão), ao retirar a cabeça sensora do aparato de pré-compressão poderá ocorrer a ruptura da fibra ótica. Por outro lado, caso a fibra seja colada quando a mola esteja pouco comprimida (mínima compressão), a faixa dinâmica de operação do transdutor ficará comprometida. Deformações mecânicas oriundas da contração da cabeça sensora poderão ocasionar o encurvamento da fibra ótica no interior das agulhas de seringa, comprometendo as mensurações.

Assim, o ajuste da pré-compressão realizada pelo aparato define a faixa dinâmica de operação do sensor. Comprimentos de onda de Bragg de algumas FBGs e seus respectivos deslocamentos antes e após sua encapsulação são mostrados na Tabela 1.

Transdutor	$\lambda_B(\mathbf{nm})$	$\lambda_B(\mathbf{nm})$	$\delta\lambda$ (nm)
	(Antes da encapsulação)	(Após a encapsulação)	
FBG_A	1540,18	1540,58	0,40
FBG_B	1541,52	1542,22	0,70
FBG_C	1540,11	1540,71	0,60
FBG_D	1540,33	1540,77	0,44
FBG_E	1539,91	1540,35	0,44

 $\label{eq:labela} \begin{array}{l} Tabela \ 1-Comprimento \ de \ onda \ de \ Bragg \ (\lambda_B), \ antes \ e \ após \ a \ encapsulação \ e \ a \ magnitude \ do \\ deslocamento \ (\delta\lambda) \ provocada \ pela \ mola \ na \ encapsulação. \end{array}$

Nestas cabeças sensoras, a magnitude do deslocamento em comprimento de onda $(\delta\lambda)$, define o limite inferior da faixa de operação do transdutor para medição de contração. Para medição de estiramento esta magnitude inicial de deslocamento é irrelevante, sendo o limite superior da faixa dinâmica definido pela rigidez mecânica do transdutor.

Desta forma, as forças de tração ou de compressão que ocorrem durante a secagem da tinta são transferidas para a mola, pois ao realizar a pintura sobre a mesma as espiras são interligadas pelo filme de tinta. A transferência das deformações, por sua vez, atua sobre a fibra ótica resultando em alterações na resposta espectral da FBG.

3.2.7 Caracterização da cabeça sensora quanto à deformação mecânica longitudinal

Após a encapsulação da fibra ótica, a cabeça sensora foi caracterizada quanto à deformação mecânica longitudinal. Para os ensaios destas caracterizações foi utilizado um estágio de translação linear o qual está acoplado a um relógio comparador analógico (Mitutoyo 2046F) com resolução de 0,005 mm. O estágio de translação linear é composto de uma base fixa e uma base móvel. A base móvel está sobre um motor DC microposicionador (Micro-Controle, MF 04CC), cujo deslocamento é controlado eletronicamente. A Figura 17

mostra a montagem experimental utilizada para a determinação da sensibilidade do transdutor referente à deformação mecânica longitudinal.



Figura 17 – Fotografia da montagem experimental para a caracterização da cabeça sensora quanto à deformação longitudinal.

Neste ensaio as extremidades da cabeça sensora foram fixadas em ambas as bases, resultando em uma distância de 50,0 mm, e a ponta de contato do relógio comparador foi encostada na base móvel. Com esta configuração, o relógio comparador é utilizado para mensurar a deformação do transdutor (Δ L). A posição do comprimento de onda de Bragg da FBG, para cada deformação realizada, foi determinada via interrogador sm125 e as deformações foram obtidas para variações de 0 µε a 1000 µε em intervalos de 200 µε.

De posse destes dados foi construído um gráfico (Figura 23), dos comprimentos de onda de Bragg em função das deformações longitudinais para a determinação da sensibilidade da cabeça sensora quanto à deformação mecânica.

3.2.8 Caracterização térmica de FBGs utilizadas como referência de temperatura

Para a caracterização térmica da FBG, foi utilizado o arranjo experimental mostrado na Figura 18.



Figura 18 – Fotografia da montagem experimental para a caracterização térmica da FBG.

Para os ensaios de caracterizações térmicas, as variações de temperatura foram controladas através de uma célula Peltier. A FBG foi posicionada sobre a célula Peltier, a qual também possuía fixada sobre sua superfície um termopar tipo K, que por sua vez estava conectado em um termômetro digital (Minipa, MT-520) com resolução de 0,1 °C. Os valores da temperatura foram mensurados por este termopar e o valor do comprimento de onda de Bragg da FBG, para cada temperatura devidamente estabilizada, foi determinado via interrogador sm125. As temperaturas foram obtidas para variações de 0,0 °C a 50,0 °C em intervalos de 5,0 °C.

De posse destes dados foi construído um gráfico (Figura 21), dos comprimentos de onda de Bragg em função das temperaturas para a determinação da sensibilidade térmica do transdutor.

3.2.9 Sensor de temperatura e umidade relativa do ar SHT 75

Para as medidas da umidade relativa do ar, foi utilizado um sensor comercial de alta precisão (SHT 75). Este sensor possui um certificado de calibração emitido pelo fabricante das grandezas temperatura e umidade relativa do ar, porém, ensaios de calibração para a umidade relativa foram realizados para confirmar a acurácia das medidas.

Os dados de temperatura não são coletados via este sensor, pois estas medidas são monitoradas e analisadas através da FBG 1. O método de calibração consistiu na utilização de sais saturados descrito por Greenspan, (1977). Neste método, cada sal puro, foi misturado com uma pequena quantidade de água destilada para formar uma solução supersaturada. Esta solução foi colocada em um pequeno recipiente de vidro (10 ml) hermético juntamente com o sensor.

Nestas condições, a umidade relativa que se forma sobre a solução converge para um valor específico, que depende do tipo de sal utilizado. Foram utilizados seis soluções aquosas com diferentes quantidades de sal, com pureza de 99% para a calibração do sensor, como mostra a Figura 19.

Embora os sais saturados produzam umidades relativas que variam pouco com a temperatura, diferenças de temperatura entre a solução e o ar acima da solução podem levar a erros significativos. Então, o recipiente foi envolto com material isolante para evitar flutuações significativas de temperatura.



Recipiente hermético

Figura 19 - Desenho esquemático da montagem experimental utilizada para calibrar o sensor SHT 75.

Os valores da umidade relativa e da temperatura foram transmitidos a um microcontrolador 8051 conectado à porta serial de um microcomputador.

3.2.10 Amostras de tintas utilizadas nos experimentos

Do volume total de tintas látex produzidas no Brasil, cerca de 40% são tintas "econômicas", 20% são tintas "standard" e 40% são tintas "premium". As tintas classificadas de acordo com esses três níveis de desempenho atendem a consumidores de todas as classes sociais. Uma ressalva é que, independente do diferencial de cada produto e do poder aquisitivo do público-alvo, todos os produtos devem atender a requisitos mínimos de qualidade, sob pena de acarretar gastos excessivos para o consumidor e danos ao seu patrimônio, além de prejudicar o ambiente de concorrência justa entre os fabricantes (Inmetro, 2008).

A tinta látex utilizada no experimento que será descrito no item 4.5.1, é comumente encontrada no mercado de tintas, da classe "premium". É de cor branco neve e em seu rótulo a composição básica é descrita como constituintes: resina acrílica modificada, pigmentos ativos e inertes, coalescentes, espessantes, microbicidas não metálicos, outros aditivos e água. A composição completa da formulação é evidentemente uma informação protegida por segredo industrial e neste texto é denominada tinta1.

A outra tinta látex utilizada no experimento que será descrito no item 4.5.3 difere da utilizada no experimento anterior, mas também é comumente encontrada no mercado de tintas e se classifica como "premium". A cor é denominada branco neve, e em seu rótulo a composição básica é descrita como constituintes: resina a base de dispersão aquosa de polímeros acrílicos e vinílicos, pigmentos isentos de metais pesados, cargas inertes, glicóis e tenso-ativos etoxilados e carboxilados, bactericida e fungicida a base de isotiazolonas. A composição completa da formulação também é desconhecida e caracterizada como segredo industrial e neste texto é denominada tinta2.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE TEMPERATURA E UMIDADE RELATIVA DO AR SHT 75

A norma NBR 9558 que descreve o método para caracterizar as etapas do tempo de secagem de uma tinta, determina que as grandezas temperatura e umidade relativa do ar devem estar compreendidas entre os valores 25 °C \pm 2 °C e 55 % \pm 5 % respectivamente.

A utilização do sensor SHT75 tem por objetivo mensurar a umidade relativa sob a campânula onde foram realizados os experimentos.

Conforme a metodologia apresentada no item 3.2.9, se observa que o tempo necessário para que a umidade alcance o equilíbrio é dependente do volume de ar no recipiente, e a velocidade com que cada sal retira a umidade do ambiente é dependente de sua composição. A variação de tempo para que a umidade relativa do ar atingisse o equilíbrio pode ser observado na Figura 20.



Figura 20 - Gráfico do comportamento da umidade relativa em função do tempo.

A Tabela 2 mostra os valores teóricos da umidade relativa do ar e os valores medidos no interior do recipiente hermético pelo sensor comercial e seu respectivo erro.

Os valores medidos foram obtidos pela análise do ajuste de curvas, para cada sal foi ajustada uma curva sigmóide e os valores da umidade relativa do ar resultaram da extrapolação dos dados até o limite máximo de 800 minutos, conforme o gráfico da Figura 20.

Umidade Relativa do ar			
Sal puro	Teórico (%)	Medido (%)	
LiCl	11,30	$14,4 \pm 1,8$	
CH ₃ COOK	22,50	$25,4 \pm 1,8$	
MgCl ₂	32,84	$34,4 \pm 1,8$	
K ₂ CO ₃	43,16	$44,5 \pm 1,8$	
NaCl	75,24	$74{,}8\pm1{,}8$	
KCl	84,34	83,9 ± 1,8	

Tabela 2 - Valores determinados por Greenspan (1977) e medidos pelo sensor a temperatura de 25 °C.

Após este ensaio se pode perceber os limites de aproximação dos valores teóricos e confirmar a qualidade do sensor.

4.2 RESULTADO DA CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA DAS FBGs UTILIZADAS COMO REFERÊNCIA DE TEMPERATURA

A Figura 21 mostra a resposta da FBG em função apenas da variação de temperatura, conforme metodologia apresentada no item 3.2.8. Pode-se observar que variações positivas de temperatura sobre a rede de Bragg resultaram também em variações positivas lineares em comprimentos de onda. O ajuste da reta proveniente do conjunto de pontos experimentais resultou em um coeficiente de correlação muito próximo de 1, indicando forte aproximação dos pontos experimentais à reta.

A sensibilidade térmica da rede é determinada através do coeficiente angular da reta de ajuste, que foi de $10,13 \pm 0,14$ pm/°C. Para o cálculo do valor da incerteza combinada desta medição foram consideradas as incertezas de tipo A (aleatórias) e de tipo B (sistemáticas), conforme descritas por Vuolo (1996).

Este experimento foi realizado em três ciclos com 11 pontos experimentais. Em cada ciclo, os pontos experimentais foram determinados em cinco medidas independentes, resultando em 55 medidas por ciclo. A maior magnitude do desvio padrão no valor médio

destes pontos representou a incerteza do tipo A. Para a incerteza de tipo B, duas componentes foram consideradas: a estabilidade em comprimento de onda do interrogador sm125 (5 pm), e a resolução do termômetro digital (0,1 °C). Uma distribuição retangular de erros foi considerada para a determinação da incerteza (desvio padrão) destes componentes.



Figura 21 – Gráfico da resposta da FBG em função das variações de temperatura.

Como se pode perceber ainda na Figura 21, ambas as grandezas representadas nos eixos do gráfico possuem erros experimentais e portanto, as incertezas também devem ser associadas às duas variáveis. Assim, o gráfico poderia ser representado com barras de incerteza horizontal e vertical.

As barras de incerteza na horizontal foram transferidas para as barras de incerteza na vertical conforme metodologia apresentada por Vuolo (1996). Assim, a incerteza da grandeza representada na abscissa do gráfico (temperatura) foi transferida para a grandeza representada pela ordenada do gráfico (comprimento de onda), resultando consequentemente em um aumento de sua incerteza.

Finalmente, a incerteza global da medição da temperatura (± 0,14 pm/°C) foi obtida pelo ajuste linear aos dados experimentais pelo método dos mínimos quadrados.
4.3 FAIXA DINÂMICA DA CABEÇA SENSORA

A Figura 22 mostra o efeito do processo de encapsulação no espectro da FBG. Como pode ser observado, ocorre um deslocamento para maiores comprimentos de onda no espectro de reflexão da rede e a magnitude deste deslocamento é dependente da intensidade do tracionamento provocado pela mola (ajuste da compressão no aparato). Por outro lado, a refletividade do espectro não sofre alterações significativas e neste processo, a refletividade da rede antes e após a encapsulação é de aproximadamente 20,0 dB.

Comportamentos similares ao da Figura 22 foram observados em outros processos de encapsulação.



Figura 22 – Gráfico do espectro de reflexão de uma FBG antes (em vermelho) e após (em preto) a encapsulação.

4.4 RESULTADO DA CARACTERIZAÇÃO QUANTO À DEFORMAÇÃO MECÂNICA DA CABEÇA SENSORA

A Figura 23 mostra a resposta do transdutor encapsulado (cabeça sensora) (FBG_A) em função apenas da variação de deformações mecânicas, conforme metodologia apresentada no item 3.2.7. Também se pode observar uma relação linear entre as variações em comprimento de onda do transdutor em função das variações positivas das deformações mecânicas longitudinais sobre o dispositivo.

O ajuste da reta proveniente do conjunto de pontos experimentais também resultou em um coeficiente de correlação muito próximo de 1, indicando forte aproximação dos pontos experimentais à reta.

A sensibilidade quanto à deformação mecânica longitudinal do transdutor é determinada através do coeficiente angular da reta de ajuste, que foi de $0,96 \pm 0,07$ pm/µε. Os mesmos procedimentos adotados para a determinação da incerteza da temperatura, foram utilizados para a determinação da incerteza quanto à deformação mecânica. Com a particularidade de que neste experimento a incerteza referente ao termômetro é substituída pela estimativa da incerteza referente ao estágio de translação linear.



Figura 23 - Gráfico da resposta relativa da cabeça sensora em função das variações de deformações mecânicas longitudinais.

Também foram desenvolvidas caracterizações quanto à deformação mecânica de FBGs sem encapsulação e após as mesmas serem encapsuladas. As sensibilidades quanto à deformação em ambas as situações estiveram na faixa de incerteza do experimento, indicando que a encapsulação utilizada não interfere na sensibilidade da FBG.

Estas caracterizações também indicaram que diferentes magnitudes do estiramento inicial provocado pela mola, que resultam no deslocamento em comprimento de onda ($\delta\lambda$ na Tabela 1), também não interferem nas sensibilidades dos dispositivos.

4.5 FBGs UTILIZADAS PARA VERIFICAÇÃO DA VIABILIDADE DE SENSOREAÇÃO NO PROCESSO DE SECAGEM DE TINTAS

Com a metodologia utilizada no ensaio preliminar, descrito no item 3.2.1, se pôde perceber que a simples deposição de uma fina camada de tinta látex, através da pintura sobre a fibra ótica produziu a formação de um filme fino frágil, quebradiço e de fácil remoção. Os deslocamentos em comprimento de onda mensurados pelo analisador de espectros óticos (OSA), e que representam as magnitudes das deformações mecânicas decorrentes do processo de secagem, estiveram próximos da resolução do dispositivo.

A aderência da tinta sobre a fibra ótica também fica comprometida devido às pequenas dimensões características das fibras. Um segmento de fibra de 1 cm de comprimento, oferece uma área de contato superficial da ordem de apenas 4 μ m². Portanto, optou-se por montagens experimentais alternativas, considerando que a aderência da tinta sobre a fibra ótica seria um empecilho a ser explorado e superado.

Um novo arranjo experimental visou alterações à metodologia utilizada no ensaio preliminar. A primeira montagem experimental, descrita no item 3.2.2 foi então implementada. A Figura 24 ilustra os espectros de reflexão dos transdutores óticos, (FBG1 e FBG2) medidos no instante inicial do experimento, momento em que os recipientes estavam vazios, os quais foram tomados como referência. As FBGs apresentaram comprimentos de onda central de 1545,75 nm e 1549,41 nm, ambas à temperatura de 21 °C e largura de banda de 0,32 nm e 0,39 nm respectivamente, sendo a resolução do OSA de 0,07 nm. As posições em comprimento de onda desses picos foram monitoradas temporalmente com o objetivo de

acompanhar as variações de temperatura (FBG1) e o comportamento de secagem da tinta (FBG2).



Figura 24 - Espectros de reflexão das FBG 1 e FBG 2 no início do experimento.

Na Figura 25 os gráficos (b, c e d) possuem nos eixos das ordenadas os valores relativos do comprimento de onda de Bragg das FBGs, representados por $\Delta\lambda$. Estes valores são definidos pela subtração do valor do comprimento de onda de Bragg em cada intervalo de tempo pelo comprimento de onda de Bragg no início do experimento.

Ainda na Figura 25, como dito anteriormente, os dados foram registrados em intervalos regulares de tempo de 1 minuto, porém, para tornar os gráficos mais nítidos, os mesmos foram apresentados em intervalos de aproximadamente 90 minutos.

Na Figura 25 (a) são apresentadas as variações da temperatura ambiente ao longo do experimento, medidas com o termistor. Houve gradientes crescentes e decrescentes de temperatura que proporcionaram variação de até 4 °C. Essas mudanças foram proporcionalmente acompanhadas pelas duas FBGs, apesar de suas diferentes respostas, como pode ser visto nas Figura 25 (b) e na Figura 25 (c). Isso ocorreu porque além da temperatura, a FBG 2 também sofreu influência de deformações mecânicas induzidas pela secagem da tinta.

Desta forma, subtraindo da FBG2 a contribuição referente à temperatura que foi mensurada com a FBG1 (visto que a mesma se encontrava isenta de deformações mecânicas) se evidenciaram apenas os deslocamentos em comprimento de onda influenciados pelas deformações mecânicas oriundas do processo de secagem da tinta, os quais, são apresentados na Figura 25 (d). Após 13 horas de contato com a tinta, a posição do pico de reflexão da FBG2 corrigida sofreu um deslocamento de 0,25 nm no sentido de menores comprimentos de onda, mantendo-se aproximadamente constante a partir desse instante e, consequentemente,

indicando que a tinta, antes no estado líquido, estava seca. Constatou-se, através do tato, que após este período de tempo a superfície da camada de tinta no recipiente estava completamente seca, porém com esta metodologia foi possível apenas extrair um indicativo do estado completamente seco da tinta, pois o transdutor estava imerso sobre uma camada de tinta.

O sentido do deslocamento para menores comprimentos de onda da FBG2 demonstra que a rede de Bragg está sendo comprimida, ou seja, as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem da tinta transferidas à FBG são de contração. Isso indica que o mecanismo de aproximação das moléculas do látex e, por conseguinte, a coalescência destas moléculas presente na formação de um filme fino uniforme resulta em uma diminuição de sua área superficial.

As medidas realizadas com este arranjo experimental indicaram que a FBG foi sensível às deformações mecânicas oriundas do processo de secagem, porém esta configuração envolvia um volume de tinta excessivo comparado às suas aplicações cotidianas e portanto a metodologia experimental necessitava de alterações.



Figura 25 - Evolução temporal: da temperatura ambiente mensurada pelo termistor (a); da temperatura ambiente mensurada pela FBG 1 (b); da deformação mecânica e da temperatura mensurada pela FBG 2 (c); apenas da deformação mecânica mensurada pela FBG2(d).

4.5.1 Verificação da viabilidade das FBGs para a determinação dos estágios de secagem de tintas

Com a segunda montagem experimental, descrita no item 3.2.3, o volume de tinta empregado reflete as aplicações práticas de utilização, porém ainda não há o controle no ambiente sob a campânula das grandezas temperatura e umidade relativa do ar. Contudo, para a realização deste ensaio essas grandezas também foram monitoradas ao longo do experimento.

As FBGs gravadas apresentaram comprimentos de onda central de 1541,52 nm e 1546,57 nm, ambas à temperatura de 20 °C e largura de banda de 0,41 nm e 0,29 nm respectivamente, sendo a resolução do OSA de 0,07 nm.

A Figura 26 mostra os espectros das FBG3 e FBG4 em série no mesmo enlace ótico, porém, em duas situações de tempo distintas. O espectro de cor preta é referente ao momento em que a FBG3 ainda não está encapsulada e o espectro de cor vermelha corresponde ao momento posterior à encapsulação da FBG3.

Quando a FBG3 foi encapsulada, observou-se um deslocamento de 0,7 nm para maiores comprimentos de onda, este deslocamento indica que a mola está tracionando esta rede. O objetivo principal desta tração inicial é garantir que a rede de Bragg permanecerá sempre estirada ao longo de todo experimento. Por outro lado, ainda na Figura 26, o espectro de reflexão da FBG4 permaneceu o mesmo em ambas as situações (espectros sobrepostos), isto se deve ao fato de que a FBG4 não está sofrendo nenhuma deformação mecânica ou térmica.

O detalhe da Figura 26 mostra o deslocamento de 0,7 nm da FBG3 encapsulada. É a partir deste momento que o experimento tem início com a aplicação da camada de tinta no transdutor encapsulado (cabeça sensora).



Figura 26 - Espectros das FBGs 3 (antes e após a encapsulação) e FBG 4. No destaque uma estreita faixa do espectro.

Na Figura 27 são mostrados os valores dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs (λ), relativamente ao comprimento de onda de Bragg do início do experimento (λ_0) ao longo do experimento.



Figura 27 – Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem de uma tinta látex.

A FBG4 (quadrados pretos) mede apenas as variações de temperatura e ao longo de todo o experimento seu deslocamento relativo é da ordem de 15 pm, que representa um pequeno acréscimo de temperatura de 1,5 °C.

A FBG3, embora esteja no mesmo enlace ótico, apresenta um comportamento diferenciado. Isto se deve ao efeito combinado de variações de temperatura e deformações mecânicas. Para isolar apenas o efeito das deformações mecânicas inerentes ao processo de secagem sobre a FBG3 é necessário remover o efeito da temperatura. Portanto, a diferença algébrica entre os valores de comprimento de onda mensurados pela FBG3 e os valores de comprimento de onda mensurados pela FBG3 e os valores de comprimento de onda mensurados pela FBG4 refere-se apenas ao efeito das deformações mecânicas. No gráfico da Figura 27, a curva representada por (FBG4 – FBG3, triângulos vermelhos) está associada à deformação mecânica detectada pela FBG3.

A evolução da deformação mecânica durante a formação do filme é mostrada por comprimentos de onda relativo da FBG3. É observado que ao final do processo de secagem, o valor relativo do comprimento de onda de Bragg teve um valor corrigido de 0,28 nm para menores comprimento de onda, o que indica que a fibra está sempre sendo comprimida devido à contração da tinta.

A cinética observada no processo de secagem de uma tinta látex mostrou um perfil que pode ser associado aos três estágios de formação de um filme fino.

No estágio I é observada uma fraca deformação mecânica no filme (se comparada com a deformação total), e o deslocamento relativo do comprimento de onda de Bragg é de apenas 0,05 nm. Neste estágio, há a evaporação da água da superfície da tinta, concentrando as partículas do látex, aumentando a densidade da tinta.

No estágio II é observada a deformação mecânica mais significativa, o deslocamento relativo do comprimento de onda de Bragg é de 0,20 nm. Há uma aproximação intensa das partículas de látex, esta aproximação faz com que as partículas deformem-se ocorrendo um contato irreversível entre elas. A taxa de evaporação continua, porém em uma taxa menor.

É importante salientar, que neste estágio também se pode observar em dois momentos distintos, uma espécie de relaxação na deformação mecânica. Como dito anteriormente, nesse estágio está ocorrendo deformações de partículas, devido as suas proximidades ocasionadas principalmente pela evaporação da água. Este contato resulta na coalescência destas partículas, porém este processo não ocorre uniformemente em toda a extensão do filme. A existência de outros agentes químicos na formulação da tinta (coalescentes, espessantes, surfactantes, antiespumantes entre outros), e que são utilizados para a melhoria de diversas

propriedades da tinta contribuem, em momentos de tempo específicos, para com o processo de secagem, essencialmente devido às suas diferentes volatilidades.

Alguns coalescentes tem a importante propriedade de alterar a maciez das cadeias poliméricas das resinas, o que contribui para aumentar a mobilidade destes polímeros, permitindo que ocorram ligações químicas com as outras cadeias poliméricas constituintes da tinta, tornando o processo da coalescência e consequentemente a formação do filme mais eficiente. Porém, quando o coalescente evapora do interior do filme, estas cadeias poliméricas voltam a sua dureza inicial, com a finalidade de garantir a produção de um filme homogêneo. Portanto, a permanência deste composto deve estar compreendida em um determinado intervalo de tempo característico para a formação do filme.

Assim, a hipótese é de que estes intervalos de tempo em que é observada a relaxação da deformação mecânica, podem estar associados à evaporação de outros compostos constituintes da tinta, principalmente do agente químico coalescente utilizado na formulação da tinta, tornando as moléculas das resinas mais duras e com isso diminuindo a taxa com que as moléculas coalescem.

Finalmente, no estágio III também é observada uma fraca deformação mecânica (se comparada com a deformação total), e o deslocamento relativo do comprimento de onda de Bragg é de 0,03 nm. As descontinuidades entre as partículas desaparecem através da interdifusão das cadeias poliméricas através das interfaces de contato, coalescendo as partículas e iniciando a formação do filme. É neste estágio que o látex se torna mais homogêneo e adquire suas propriedades mecânicas finais.

4.5.2 Teste de determinação do tempo de secagem

O teste de determinação do tempo de secagem, descrito pela NBR 9558, também foi realizado com uma segunda mola em um experimento paralelo, simultaneamente ao experimento descrito no item 4.5.1. Porém, as grandezas temperatura e umidade relativa do ar ao longo do ensaio também não foram controladas, e sim mensuradas.

Todas as quatro etapas descritas (seca ao toque, livre de pegajosidade, endurecida ao manuseio e completamente endurecida) foram observadas e interpretadas.

A Figura 28 mostra os comportamentos temporais das FBGs, da umidade relativa do ar e da temperatura relativos apenas ao estágio I da Figura 27, pois os tempos referentes ao processo de secagem da tinta observados com base na norma NBR 9558 ocorreram nos tempos de 60, 85, 90 e 95 minutos respectivamente desde o início do experimento.

No final do processo de secagem interpretado pelos toques sobre a tinta, Figura 28(a), o valor relativo do comprimento de onda de Bragg teve um valor de 0,06 nm para menores comprimento de onda, o que indica que a fibra está sempre sendo comprimida devido à contração da tinta. O processo de contração é observado desde o início do ensaio e nos primeiros 60 minutos, período em que a tinta está "molhada", o fenômeno de secagem apresenta um comportamento aproximadamente linear. De 60 a 85 minutos, período em que se verifica a pegajosidade da tinta, se observa uma relaxação da contração, o que pode estar associada a maciez do polímero de látex, devido a presença do agente coalescente. De 85 a 95 minutos, período compreendido entre endurecida ao manuseio e completamente endurecida, novamente se observa contração com comportamento linear e diferenciando-se da primeira pela maior inclinação. Após este período, a sensibilidade dos toques com o dedo sobre a tinta é sempre caracterizada pela mesma sensação. Porém, como pode ser observado na Figura 27, a última etapa do processo de secagem, completamente endurecida, descrito pela NBR 9558 e que está localizada no final do estágio I, é apenas uma percepção humana muito limitada do processo de secagem. Ao final do estágio I, apenas 20% do total das deformações mecânicas mensuradas pelo transdutor aconteceram. Deve ser ressaltado que há uma importante diferença entre o tempo de secagem descrito pela NBR 9558 e o momento em que realmente as magnitudes das deformações mecânicas atingem um patamar de estabilidade.

Na Figura 28(b) e (c) é mostrado o comportamento temporal da umidade relativa do ar e da temperatura, revelando que no período considerado não houve variações destas grandezas superiores aos limites estabelecidos pela norma.



Figura 28 – Comportamentos temporais dos comprimentos de onda de Bragg das FBG referente ao estágio I (a), da umidade relativa do ar (b) e da temperatura (c).

4.5.3 Monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem em tintas diluídas e não diluídas.

Estes experimentos também foram realizados com a mesma metodologia utilizada na segunda montagem experimental, descrita no item 3.2.3. Neste experimento foram utilizadas as FBGs (FBG_C, FBG_D e FBG_E) descritas na Tabela 1, para mensurar as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem das tintas.

Na Figura 29 são mostrados os valores relativos ao comprimento de onda de Bragg das FBGs em todo o experimento para acompanhamento da secagem sem que a tinta fosse diluída. Para remover o efeito da temperatura sobre as medidas com a FBG_C, os mesmos procedimentos citados anteriormente foram também utilizados neste experimento. Também pode ser observado um perfil de três estágios com distintas deformações ao longo do processo de secagem. Exceto pelo estágio I, as tintas apresentam um comportamento similar de deformação mecânica durante a formação do filme.

Para esta tinta, o estágio I se apresenta com um efeito de estiramento da FBG_C, devido ao deslocamento para maiores comprimento de onda do pico de reflexão de aproximadamente 26 pm durante os primeiros 100 minutos. Isto representa uma deformação de 27 με sobre a mola, resultando em um estriramento de aproximadamente 1,4 μm.

As tintas látex comerciais são materiais compostos de uma série de agentes químicos, e cada componente da fórmula cumpre importantes funções que refletem na melhoria do desempenho de diversas propriedades do produto final. Embora as resinas contituintes das tintas látex representem os agentes responsáveis pela qualidade desejada nas propriedades de formação do filme, a quantidade e a qualidade dos outros agentes utilizados nas formulações também exercem suas influências.



Figura 29 – Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem de uma tinta látex.

Schweitzer (2006) afirma que as resinas vinílicas possuem alta polaridade elétrica. Assim, estas resinas tendem a se ligar quimicamente, por pontes de hidrogênio, com as demais moléculas polares constituinte da formulação, especialmente com as moléculas de água. Como resultado destas ligações, surgem espaços livres no interior da tinta, refletindo num efeito de estiramento da FBG_C, como se pode observar no estágio I da Figura 29.

No estágio II, que está associado ao processo de deformações das moléculas constituintes da tinta (coalescência) e compreende um intervalo temporal de aproximadamente 220 minutos, também pode ser observada a deformação mecânica mais significativa no processo de secagem. Este intervalo resulta em um processo de compressão da FBG_C, observado por um deslocamento para menores comprimentos de onda de 400 pm. Pontos de relaxações de deformações também são observados neste estágio, e que estão associados à evaporação dos demais constituintes químicos da tinta, principalmente o coalescente, como hipótese abordada anteriormente.

Finalmente, no estágio III, que se inicia 320 minutos após a camada de tinta ser depositada sobre o transdutor, as magnitudes das deformações mecânicas atingiram um patamar, indicando que o processo de evolução das deformações mecânicas cessou.

Ao longo de todo processo de secagem da tinta, a deformação mecânica da FBG_C foi de 400 pm, equivalente a 417 $\mu\epsilon$. Como o comprimento total do transdutor era de 50,0 mm, esta deformação pode ser relacionada com uma contração de aproximadamente 21 μ m na dimensão longitudinal do transdutor e consequentemente no filme de tinta.

No estágio I a taxa de estiramento da FBG é de aproximadamente 0,014 μ m/min e no estágio II a taxa de contração é de aproximadamente 0,095 μ m/min.

Na Figura 30 são mostrados os valores relativos ao comprimento de onda de Bragg das FBGs ao longo de todo o experimento para acompanhamento da secagem, com a utilização da tinta diluída em duas situações: quatro partes de tinta e uma parte de água (80% tinta), e uma parte de tinta e uma parte de água (50% tinta). As respostas das FBGs apresentadas foram corrigidas termicamente, ou seja, a resposta se deve apenas as deformações mecânicas.



Figura 30 – Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg das FBGs ao longo do processo de secagem com tinta diluída e não diluída.

No experimento com a tinta diluída foram utilizadas as FBG_D e FBG_E. Ainda na Figura 30, se pode observar três estágios de deformação mecânica, porém com comportamentos temporais diferenciados para cada cenário de diluição da tinta.

Nas tintas diluídas, inicialmente também se observam efeitos de estiramento das FBGs, manisfetados pelo deslocamento para maiores comprimentos de onda das redes, que

ocorreram por aproximadamente 30 minutos na tinta contendo a mistura de 50 % tinta e, durante 60 minutos, na tinta contendo a mistura de 80% tinta. Entretanto, a magnitude desta deformação mecânica é inferior à tinta não diluída, o que pode ter sido ocasionado pela menor quantidade de tinta sobre o dispositivo transdutor.

Iniciando o estágio II, novamente se observa efeitos de contração, indicados por deslocamentos para menores comprimentos de onda. Estes estágios ocorreram por aproximadamente 150 minutos e 120 minutos para as tintas contendo a mistura de tinta de 50% e 80% respectivamente. Para a mistura de 50% de tinta, ocorreu um deslocamento para menores comprimentos de onda 100 pm, que corresponde a uma deformação mecânica longitudinal de aproximadamente 104 με. Já, para a mistura de 80% de tinta, foi mensurado um deslocamento para menores comprimentos de onda de 200 pm, que corresponde a uma deformação mecânica longitudinal de aproximadamente 208 με.

Neste estágio a taxa de contração é de aproximadamente 0,035 μ m/min e 0,086 μ m/min para as tintas contendo a mistura de tinta de 50% e 80% respectivamente.

Em ambas as tintas diluídas, o processo de secagem termina aproximadamente 170 minutos antes do processo de secagem da tinta não diluída. Porém, com o aumento da adição de água na tinta diminuem as magnitudes das deformações mecânicas no processo de secagem e também diminui o tempo em que as deformações mecânicas podem ser desconsideradas (início do estágio III). Presume-se que, nas tintas diluídas, a menor quantidade de tinta sobre o transdutor é a responsável pela diminuição das magnitudes das deformações mecânicas e consequentemente pelo menor tempo em que elas cessam. Neste processo, há menor interação entre os constituintes da tinta, inibindo a formação de um filme espesso e homogêneo.

4.5.4 Monitoração das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem da tinta após a aplicação da segunda demão.

Neste experimento foram utilizadas duas FBGs, denominadas FBG_F e FBG_G, para mensurar as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem das tintas e a FBG1 como referência térmica, ou seja, livre de deformações mecânicas.

Ambas FBGs, utilizadas na determinação da deformação mecânica foram previamente encapsuladas e caracterizadas quanto à deformação mecânica longitudinal, com suas

respectivas incertezas, conforme procedimentos descritos anteriormente no item 4.4. As sensibilidades dos transdutores foram de $0,60 \pm 0,06$ pm/µ ϵ e $0,41 \pm 0,03$ pm/µ ϵ para as FBG_F e FBG_G respectivamente.

A tinta utilizada neste experimento possui a mesma composição da tinta2, descrita no item 3.2.10, porém faz parte de outro lote comercial.

Na Figura 31 são apresentadas as respostas da FBG_F, com os efeitos de temperatura corrigidos, ao longo de todo o experimento.



Figura 31 - Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg da FBG ao longo do processo de secagem com duas demãos de tinta.

No processo de secagem, após a aplicação da primeira demão com tinta diluída, há também o efeito de contração, indicada pelo deslocamento para menores comprimentos de onda da FBG_F. Do início do experimento até 170 minutos, há um deslocamento total de aproximadamente 80 pm, que é equivalente a uma deformação mecânica longitudinal de 133 με do dispositivo. De 170 minutos a 240 minutos a deformação atinge um patamar de menores magnitudes, indicando que o processo de secagem da primeira demão está completo. Entretanto, quando a segunda demão é aplicada, com tinta não diluída, ocorre um efeito de tracionamento da FBG_F de 119 με. Este efeito pode estar associado à fragilidade do filme formado e a pobre aderência da primeira demão sobre o dispositivo. Com isso, o procedimento de sobrepor a segunda demão de tinta "molhada" também contribuiu para aumentar a solubilização da primeira demão, diminuindo sua aderência ao dispositivo.

Após a aplicação da segunda demão, com tinta não diluída, também são observados efeitos de contração de 350 pm, equivalente a uma deformação mecânica longitudinal de 583 µε sobre o dispositivo. Após 240 minutos de aplicada a segunda demão, as deformações mecânicas também atingiram um patamar de menores magnitudes, indicando que o processo de secagem da segunda demão está completo.

A Figura 32 mostra a resposta da FBG_G ao longo de todo experimento de secagem da tinta. Neste experimento ambas as demãos de tinta foram aplicadas com tinta não diluída. Pode-se observar que no processo de secagem da primeira demão há principalmente efeitos de contração. Do início do experimento até 240 minutos não há tendência de formação de um patamar, indicando que o processo de secagem não está completo. Neste intervalo de tempo houve um processo de contração do dispositivo de 370 pm, equivalente a uma deformação mecânica longitudinal de 902 με.



Figura 32 - Gráfico do comportamento temporal dos comprimentos de onda de Bragg da FBG ao longo do processo de secagem com duas demãos de tinta. Ambas as demãos com tinta não diluída.

Quando a segunda demão foi aplicada, também com tinta não diluída, um efeito de estiramento da FBG_G também foi observado. Entretanto, a magnitude desta deformação foi de apenas 65 µɛ. Este efeito pode estar associado a uma maior aderência da primeira demão sobre o dispositivo, que resultou na formação de um filme coeso. Finalmente, após 60 minutos da aplicação da segunda demão, não foram observadas variações de deformações mecânicas significativas.

5 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

Foram produzidas e caracterizadas redes de Bragg em fibra ótica para o acompanhamento das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem de tintas. As redes produzidas apresentaram sensibilidades adequadas para tais medidas e a encapsulação utilizada mostrou-se apropriada para transferir as deformações mecânicas ao transdutor.

A metodologia utilizada no ensaio preliminar demonstrou que a resolução do analisador de espectros óticos (OSA) utilizado no experimento era insuficiente para determinar as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem de tintas. Entretanto, os resultados experimentais obtidos ao longo deste trabalho indicaram que um sensor ótico de deformação mecânica baseado em uma rede de Bragg encapsulada é capaz de mensurar as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem de uma tinta látex. O conhecimento das magnitudes destas deformações pode contribuir para o aprimoramento dos modelos que descrevem a evolução da deformação mecânica ao longo do processo de formação de um filme de látex, ainda em discussão na comunidade científica.

O conhecimento da cinética do processo de secagem pode levar a um melhor entendimento dos estágios envolvidos no processo de secagem, permitindo que os formuladores de tintas possam testar as propriedades de suas formulações e a influência de novos materiais no mecanismo do tempo de secagem, garantindo melhor desempenho de suas formulações.

O acompanhamento da deformação mecânica no processo de secagem de duas tintas látex comerciais mostrou que três estágios com diferentes deformações mecânicas e comportamentos temporais puderam ser estabelecidos.

No estágio I, que está associado principalmente com a evaporação da água na superfície do filme, foram observados efeitos de contração na tinta1 e efeitos de distensão na tinta2 (composições das tintas descritas no item 3.2.10). No estágio II, que está associado ao processo de contato irreversível entre as partículas constituintes da formação do filme (coalescência), para ambas as tintas foram sempre observados efeitos de contração e de maiores magnitudes. O estágio III foi caracterizado por magnitudes de deformação mecânica de menores intensidades. Dessa forma, somente a partir deste estágio, se considerou que o processo de secagem da tinta estava completo.

Assim, este trabalho demonstrou que há uma importante diferença entre a denominação do termo "completamente seca" referente ao processo de secagem de uma tinta descrita pela

norma brasileira NBR 9558 e o cessamento das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem de uma tinta látex. Ao considerar que uma camada de tinta está completamente seca, por meio de toque sobre a mesma, deve-se levar em consideração que apenas uma parcela das deformações mecânicas oriundas do processo de secagem realmente ocorreu. Com esta técnica, baseada na percepção humana, a identificação do final do processo de secagem ocorre antes da mais intensa deformação mecânica (estágio II) na formação do filme. Consequentemente, qualquer decisão técnica desconsiderando esta informação acarretará em interpretações errôneas no desempenho da tinta. Para se obter esta informação é de fundamental importância o uso apropriado de precisos instrumentos de medida, e a utilização deste dispositivo ótico pode contribuir para melhor caracterizar as etapas do processo de secagem descrito pela norma brasileira, principalmente pela eliminação dos fatores pessoais e subjetivos.

O acompanhamento da cinética das deformações mecânicas também pode ser observado pelo dispositivo ótico quando a tinta é diluída, permitindo conclusões referentes ao desempenho e comportamento da adição do solvente no processo de secagem da tinta. Foi observado que o aumento da adição de água na tinta resulta em uma menor magnitude da deformação mecânica e em um menor tempo de secagem. Aparentemente, tal observação indica que o uso de tintas diluídas é mais vantajoso do que o uso de tinta não diluída. Porém, a diluição da tinta também afeta negativamente algumas de suas propriedades na formação do filme. A redução no tempo de secagem da tinta diluída, devida à rápida evaporação da água, induz a formação de um filme com espessura inferior ao ideal, resultando em um filme frágil, principalmente devido ao reduzido tempo que as partículas dispõem para se agrupar e coalescer. Por esta razão, pinturas com tintas diluídas geralmente necessitam mais de uma camada (demãos) para desempenharem suas principais funções de proteger e/ou decorar.

Para avaliar as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem em aplicações com duas demãos, o desempenho do sensor se mostrou dependente da qualidade da formação do filme resultante da primeira demão.

Quando o filme resultante da primeira demão é frágil, sua aderência ao transdutor é comprometida e ao aplicar a segunda demão sobre o dispositivo ocorre o desprendimento do filme resultante da primeira demão. Porém, quando a primeira demão resulta em um filme coeso e aderente ao dispositivo, as magnitudes de deformação medidas ao longo da secagem da segunda demão são menores.

5.1 TRABALHOS FUTUROS

Para a continuidade deste trabalho sugere-se a investigação de outras configurações para a encapsulação da FBG. Diferentes materiais e formatos de encapsulação poderiam garantir uniformidade da camada de tinta ao longo do comprimento do filme. Com isso, as deformações mecânicas oriundas do processo de secagem poderiam ser investigadas com diferentes espessuras.

O sistema de encapsulação apresentado neste trabalho se mostrou limitado a qualidade da formação do filme da primeira demão de tinta. Assim, o estudo de deformações mecânicas de uma segunda camada de tinta (segunda demão) ainda necessita ser explorado.

O teste para a determinação das etapas do processo de secagem descrito pela norma necessita de um ambiente em que as grandezas temperatura e umidade relativa do ar possam ser controladas. Sugere-se também, um estudo para a construção deste ambiente.

A visualização de imagens do processo de secagem tem sido abordada em trabalhos na literatura. Alguns trabalhos exibem imagens que foram obtidas por sofisticados aparelhos, como o microscópio de força atômica. A obtenção de imagens com dispositivos mais modestos financeiramente pode ser atingida por meio da tomografia por coerência ótica (OCT). Com esta técnica interferométrica é possível produzir imagens seccionais de alta resolução. Portanto, uma proposta de trabalho futuro é o acompanhamento do processo de secagem de uma tinta látex através de imagens obtidas pela tomografia por coerência ótica. Ainda, com este dispositivo também se pode investigar como ocorrem as variações de índice de refração e/ou da espessura da camada de tinta no processo de secagem.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9558**: Tintas – Determinação do Tempo de Secagem — Método de ensaio. Rio de Janeiro, 1986.

ALLAIN, J. Y., BAYON, J. F., MONERIE, M., BERNAGE, P., NYAI, P., Ytterbium-Doped Silica Fibre Laser With Intracore Bragg Gratings Operating at 1.02 µm, **Electronics Letters**, vol. 29, n. 3, p. 309-310, 1993.

ANDRÉ, P., NETO, B., TEIXEIRA, A. L., LIMA, M., NOGUEIRA, R., ROCHA, J. F., PINTO, J. L., Compensadores Adaptativos de Dispersão Cromática para Sistemas de Comunicação por Fibra Óptica. **IEEE Latin America Transactions**, v. 4, p. 309-314, 2006.

ARAÚJO, Francisco M. M. **Redes de Bragg em Fibra Óptica**. 1999. 391 f. Tese (Doutorado em Electromagnetismo e Electrônica) - Faculdade de Ciências, Universidade do Porto, Porto, 1999.

BORN, Max; WOLF, Emil. **Principles of Optics**: Electromagnetic theory of propagation, interference and diffraction of light. 6. ed. Cambridge: Pergamon, 1987.

BROWN, G. L., Formation of Films from Polymers Dispersions, Journal of Polymer Science, vol. 22, p. 423-434, 1956.

BRUN, A., BRUNEL, L., SNABRE, P., Adaptive speckle imaging interferometry (ASII): New technology for advanced drying analysis of coatings, **Surface Coatings International Part B: Coatings Transactions,** vol 89, p. 251–254, 2006.

BUCARO, J. A., DARDY, H. D., CAROME, E. F., Fiber Optic Hydrophone, Journal of the Acoustical Society of America, vol. 62, n. 5, p. 1302–1304, 1977.

CAVALEIRO, P. M., ARAÚJO F. M., FERREIRA, L. A., SANTOS, J. L., FARAHI, F., Simultaneous Measurement of Strain and Temperature Using Bragg Gratings Written in Germanosilicate and Boron-Codoped Germanosilicate Fibers, **IEEE Photonics Technology Letters**, vol. 11, n. 12, p. 1635-1637, 1999.

CHEN, G., LI, X., YANG, L., JIAN, S., HUANG, G., WANG, W., Chirped Fiber Bragg Gratings for Optical Fiber Dispersion Compensation, **Chinese Physics Letter**, vol. 13, n. 11, p. 848-850, 1996.

CHIANG, K. S., KANCHETI, R., RASTOGI, V. Temperature-Compensated Fiber Bragg Grating Based Magnetostrictive Sensor for DC and AC Currents, **Optical Engineering**, vol. 42, n. 7, p. 1906-1909, 2003.

CULSHAW, B., Fiber Optics in Sensing and Measurement, **IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics,** vol. 6, n. 6, p. 1014-1021, 2000.

DE VRIES, M., ARYA, V., MELLER, S., MASRI, S. F., CLAUS, R. O., Implementation of EFPI Based Optical Fiber Sensor Instrumentation for the NDE of Concrete Structures, **Cement and Concrete Composites**, vol. 19, n. 1, p. 69-79, 1997.

DIANOV, E. M., GOLANT, K. M., KHRAPKO, R. R., KURKOV, A. S., LECONTE, B., DOUAY, M., BERNAGE, P., NIAY, P., Grating Formation in a Germanium Free Silicon Oxynitride Fibre, **Electronics Letters**, vol. 33, n. 3, p. 236-237, 1997.

DILLON, R. E., MATHESON, L. A., BRADFORD, E. B., Sintering of Synthetic Latex Particles, Journal of Colloid Science, vol. 6, p. 108-117, 1951.

DOCKNEY, M. L., JAMES, S. W., TATAM, R. P., Fibre Bragg Gratings Fabricated Using a Wavelength Tuneable Laser Source and a Phase Mask Based Interferometer, **Measurement and Science Technology**, vol. 7 p. 445–448, 1996.

ERDOGAN, T., Fiber Grating Spectra, Journal of Lightwave Technology, vol. 15, n. 8, p. 1277-1294, 1997.

FAZENDA, J. R. M., Tintas & Vernizes: Ciência e Tecnologia. 3. ed. Edgard Blücher. 2005.

FENG, X., TAM, H., WAI, P. K. A., Switchable Multiwavelength Erbium-Doped Fiber Laser with a Multimode Fiber Bragg Grating and Photonic Crystal Fiber, **IEEE Photonics Tech.** Letters, v. 18, n. 9, p. 1088-1090, 2006.

FRIEBELE, E. J., ASKINS, C. G., BOSSE, A. B., KERSEY, A. D., PATRICK, H. J., POGUE, W. R., PUTNAM, M. A., SIMON, W. R., TASKER, F. A., VINCENT, W. S., VOHRA, S. T., Optical Fiber Sensors for Spacecraft Applications, **Smart Materials and Structures**, n. 8, p. 813-838, 1999.

GREENSPAN, L., Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions, Journal of Research of the National Bureau of Standards - A, Physics and Chemistry, Vol. 81A, p. 89-96, 1977.

GUADAGNINI, P. H., BARLETTE, V. E., Um Termômetro Eletrônico de Leitura Direta com Termistor, **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 27, n. 3, p. 369-375, 2005.

HALE, K. F., Optical Fibre Sensors for Inspection Monitoring, **Physics in Technology**, v. 15, p. 129-135, 1984.

HAN, Y., LEE, S., Tunable Dispersion Compensator Based on Uniform Fiber Bragg Grating and its Application to Tunable Pulse Repetition-rate Multiplication, **Optics Express**, v. 13, n. 23, p. 9224-9229, 2005.

HENSON, W. A., TABER, D. A., BRADFORD, E. B., Film Formation of Latex Paint, Industrial and engineering chemistry, vol. 45, n. 4, p. 735-739, 1953.

HILL, K. O., FUJII, Y., JOHNSON, D. C., KAWASAKI, B. S., Photosensitivity in Optical Fiber Waveguide: Application to Reflection Filter Fabrication. **Applied Physics Letters**, v. 32, p. 647-649, 1978.

HILL, K. O., MALO, B., BILODEAU, F., JOHNSON, D. C., ALBERT, J., Bragg Gratings Fabricated in Monomode Photosensitive Optical Fiber by UV Exposure Through a Phase Mask, **Applied Physics Letters**, vol. 62, n. 10, p. 1035-1037, 1993.

HILL, K. O., MALO, B., BILODEAU, F., JOHNSON, D. C., Photosensitivity in Optical Fibers, **Annual Review of Materials Science**, v.23, p.125-157, 1993.

HILL, K. O., MELTZ, G., Fiber Bragg Grating Technology Fundamentals and Overview, **Journal of Lightwave Technology**, vol. 15, n. 8, p. 1263-1276, 1997.

HOFER, B., Fibre Optic Damage Detection in Composite Structures, **Composites**, v. 18, n. 4, p. 309-316, 1987.

INAUDI, D., DEL GROSSO, A., LANATA, F., BRUNETTI, G., FEDOLINO, M., Automatic and Remote Deformation Monitoring of the Genoa San Giorgio Pier Using SOFO Sensors, **14th International Conference on Optical Fiber Sensors**, p. 1-4, 2000.

INMETRO. Programa de Análise de Produtos: Relatório Sobre Análise em Tintas Imobiliárias Látex Econômicas. Rio de Janeiro, RJ, 2008. 20p.

KASHYAP, R. Fiber Bragg Gratings. Academic Press, 1999.

KEDDIE, J. L., Film Formation of Latex, Materials Science and Engineering, vol. 21, p. 101-170, 1997.
KERSEY, A. D., A Review of Recent Developments in Fiber Optic Sensor Technology, Optical Fiber Technology, vol. 2, n. 36, p. 291–317, 1996.

KISSINGER, C. D., HOWLAND, B., Fiber Optic Displacement Measuring Apparatus, U.S. Patent number 3940608, p. 1-6, 1976.

KULLER, Fabiano. Integração e Aprimoramento do Sistema de Produção de Dispositivos Fotorrefrativos da UTFPR. 2008. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica e Informática Industrial) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

LI, H., LI, D., SONG, G., Recent applications of fiber optic sensors to health monitoring in civil engineering, **Engineering Structures**, vol. 26, n. 11, p. 1647-1657, 2004.

LÓPEZ-HIGUERA, J. M. Optical Sensors. Universidad de Cantabria, 1998

LUDWIG, Imke. **Drying Film Formation and Open Time of Aqueous Polymer Dispersions**: An Investigation of Different Aspects by Rheometry and Inverse-Micro-Raman-Spectroscopy (IMRS). 2008. 221 f. PhD Thesis - Institute of Thermal Process Engineering, University of Karlsruhe (TH), Karlsruhe, 2008.

MAJUMDER, M., GANGOPADHYAY, T. K., CHAKRABORTY, A. K., DASGUPTA, K., BHATTACHARYA, D. K., Fibre Bragg Gratings in Structural Health Monitoring - Present Status and Applications. **Sensors and Actuators** A, v. 147, p. 150–164, 2008.

MALO, B., HILL, K. O., BILODEAU, F., JOHNSON, D. C., ALBERT, J., Point-by-point Fabrication of micro-Bragg Gratings in Photosensitive Fibre Using Single Excimer Pulse Refractive Index Modification Techniques, **Electronics Letters**, vol. 29, n. 18, p. 1668-1669, 1993.

MEHRANI, E., AYOUB, A., AYOUB, A., Evaluation of Fiber Optic Sensors for Remote Health Monitoring of Bridge Structures, Materials and Structures, v. 42, p. 183-199, 2009.

MELTZ, G., MOREY, W.W., GLENN, W. H., Formation of Bragg Gratings in Optical Fibers by a Transverse Holographic Method, **Optics Letters**, v. 14, p. 823-825, 1989.

MITROVIC, M., CARMAN, G. P., Monitoring the Fatigue Behavior of Composite Materials With Fiber Optic Sensors, **International Journal of Fatigue**, v. 17, n. 3, p. 229, 1994.

O'DWYER, M. J., MAISTROS, G. M., JAMES, S. W., TATAM, R. P., PARTRIDGE, I. K., Relating the State of Cure to the Real-time Internal Strain Development in a Curing Composite Using In-Fibre Bragg Gratings and Dielectric Sensors, **Measurement and Science Technology**, n. 9, p. 1153-1158, 1998.

OKAMOTO, K. Fundamentals of Optical Waveguides. 2. ed. Academic Press, 2006.

OTHONOS, A., ALAVIE, A. T., MELLE, S., KARR, S. E., MEASURES, R. M., Fiber Bragg Grating Laser Sensor, **Optical Engineering**, vol. 32, n. 11, p. 2841-2846, 1993.

OTHONOS, A., Fiber Bragg Gratings, **Review of Scientific Instruments**, vol. 68, p. 4309-4341, 1997.

OTHONOS, A., KALLI, K. Fiber Bragg Gratings Fundamentals and Applications in Telecommunications and Sensing. Artech House, 1999.

OUELLETTE, F., CLICHE, J. F., GAGNON, S., All-Fiber Devices for Chromatic Dispersion Compensation Based on Chirped Distributed Resonant Coupling, **Journal of Lightwave Technology**, vol. 12, n. 10, p. 1728-1738, 1994.

PAN, X. W., LIANG, D., LI, D., Optical Fiber Sensor Layer Embedded in Smart Composite Material and Structure, **Smart Materials and Structures**, n. 15, p. 1231-1234, 2006.

PETERSEN, C., HELDMANN, C., JOHANNSMANN, D., Internal Stresses During Film Formation of Polymer Latices, Langmuir, vol. 15, p. 7745-7751, 1999.

POPOV, E. P., Introdução à Mecânica dos Sólidos. 5. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2001.

RAMO, S., WHINNERY, J. R., DUZER, T. V., Fields and Waves in Communication Electronics. 2. ed. Wiley International Edition, 1965.

RAO, Y. J., Recent Progress in Applications of In-fibre Bragg Grating Sensors, **Optics and Lasers in Engineering**, v. 31, p. 297-324, 1999.

RAO, Y. J., YUAN, S. F., ZENG, X. K., LIAN, D. K., ZHU, Y., WANG, Y. P., HUANG, S. L., LIU, T. Y., FERNANDO, G. F., ZHANG, L., BENNION, I., Simultaneous Strain and

Temperature Measurement of Advanced 3-D Braided Composite Materials Using an Improved EFPI/FBG System, **Optics and Lasers in Engineering**, n. 38, p. 557–566, 2002.

SCHWEITZER, P.A. **Paint and Coatings**: Applications and Corrosion Resistance. Taylor & Francis, 2006.

SHEETZ, D. P., Formation of Films by Drying of Latex, Journal of Applied Polymer Science, vol. 9, p. 3759-3773, 1965.

SILVA, J M., **Caracterização de Tintas Látex para Construção Civil: Diagnóstico do Mercado do Estado de São Paulo**. 2005. 207 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Construção Civil e Urbana) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

SINGH, H., SIRKIS, J. S., Temperature and Strain Measurement by Combining ILFE and Bragg Grating Optical Fiber Sensors, **Experimental mechanics**, v. 37, n. 4, p. 414-419, 1997.

STEWARD, P.A., HEARN, J., WILKINSON, M. C., An Overview of Polymer Latex Film Formation and Properties, Advances in Colloid and Interface Science, vol. 86, p. 195–267, 2000.

STONE, J., Photorefractivity in GeO2-doped Silica Fibers, **Journal of Applied Physics**, vol. 62, n. 11, p. 4371-4374, 1987.

TAKAEDA, N., OKABE, Y., MIZUTANI, T., Damage Detection in Composites Using Optical Fibre Sensors, **Journal of Aerospace Engineering**, v. 221, p. 497-508, 2007.

THONGNUM, W., TAKAHASHI, N. Temperature Stabilization of Fiber Bragg Grating Vibration Sensor, **15th International Conference on Optical Fiber Sensor**, p. 223-226, 2002.

TINTAS E VERNIZES, **Guia Técnico Ambiental Tintas e Vernizes** – Série P + L. São Paulo: CETESB, 2006. 70 p.

TSUDA, H., IKEGUCHI, T., TAKAHASHI, J., KEMMOCHI, K., Damage Monitoring of Carbon-Fibre-Reinforced Plastics Using Michelson Interferometric Fibre Optic Sensors, **Journal of Materials Science Letters**, vol. 17, p. 503-506, 1998.

VILLATORO, J., MONZÓN-HERNÁNDEZ, D. Low Cost Optical Fiber Refractive Index Sensor Based on Core Diameter Mismatch, **Journal of Lightwave Technology**, vol. 24, n. 3, p. 1409-1413, 2006.

VUOLO, José. H. Fundamentos da teoria de erros. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1996.

VURPILLOT, S., INAUDI, D., MIVELAZ, P., Low Coherence Deformation Sensors for the Monitoring of Concrete Structures, European Symposium on Optics for Environmental and Public Safety, p. 1-10, 1995.

WILLIAMS, D. L., AINSLIE, B. J., ARMITAGE, J. R., KASHYAP, R., CAMPBELL, R., Enhanced UV Photosensitivity in Boron Codoped Germanosilicate Fibres, **Electronics Letters**, vol. 29, n. 1, p. 45-47, 1993.

WINNIK, M. A., Latex film formation, Current Opinion in Colloid & Interface Science, vol.2, p. 192-199, 1997.

WNUK, V. P., MÉNDEZ, A., FERGUSON, S., GRAVER, T., Process for Mounting and Packaging of Fiber Bragg Grating Strain Sensors for Use in Harsh Environment Applications, **Smart Structures Conference 2005**, SPIE paper 5758-6, 2005.

XU, M. G., ARCHAMBAULT, J. L., REEKIE, L., DAKIN, J. P., Discrimination Between Strain and Temperature Effects Using Dual-Wavelength Fibre Grating Sensors, **Electronics Letters**, vol. 30, n. 13 p. 1085-1087, 1994.

YAMAGUCHI, I., YOKOTA, M., IDA, T., SUNAGA, M., KOBAYASHI, K., Monitoring of Paint Drying Process by Digital Speckle Correlation, **Optical Review**, vol. 14, p. 362-364, 2007.

YARIV, A., Coupled-Mode Theory for Guided-Wave Optics, **IEEE Journal of Quantum Electronics**, vol. QE-9, n. 9, p. 919-933, 1973.

YASUI, T., YASUDA, T., SAWANAKA, K., ARAKI, T., Terahertz Paintmeter for Noncontact Monitoring of Thickness and Drying Progress in Paint Film, **Applied Optics**, vol. 44, p. 6849-6856, 2005.

ZHAO, Y., MENG, Q., CHEN, K., Novel Current Measurement Method Based on Fiber Bragg Grating Sensor Technology, **Sensors and Actuators A**, vol. 126, n. 1, p. 112-116, 2006

APÊNDICES

APÊNDICE A – Publicações resultantes do trabalho APÊNDICE B – Outros trabalhos realizados

PUBLICAÇÕES RESULTANTES DO TRABALHO

ARTIGOS COMPLETOS PUBLICADOS EM PERIÓDICOS

 LOURENÇO JR, IVO DE; POSSETTI, GUSTAVO R. C.; MULLER, MARCIA; FABRIS, JOSÉ L., Fiber Bragg Grating Sensor To Monitor Stress Kinetics in Drying Process of Commercial Latex Paints. In: Sensors (BASEL)^{JCR}, vol. 10, p. 4761-4776, 2010.

TRABALHOS COMPLETOS EM ANAIS DE CONGRESSOS

- LOURENÇO JR, I.; POSSETTI, G. R. C.; MULLER, M.; FABRIS, J. L., Fiber Bragg Grating Embedded in Latex Paint to Monitor a two-Coating Drying Process. In: Medconf 2010, Israel. Anais do 2nd Mediterranean Photonics Conference, aceito para publicação.
- LOURENÇO JR, I.; POSSETTI, G. R. C.; MULLER, M.; FABRIS, J. L., Fibre Bragg Grating Applied To Monitor The Stress Evolution on Drying Time of Latex Paint. In: IMOC 2009, Belém. Anais do International Microwave and Optoelectronics Conference, vol. 1. p. 487-490, 2009.
- LOURENÇO JR, I.; POSSETTI, G. R. C.; KULLER, F.; MULLER, M.; FABRIS, J. L., Fiber Bragg Grating Sensor Applied On The Drying Time Of Latex Paint Monitoring. In: MOMAG 2008, Florianópolis. Anais do 13° SBMO Simpósio Brasileiro de Microondas e Optoeletrônica e o 8° CBMAG Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo, 2008. vol. 1. p. 399-401.

OUTROS TRABALHOS REALIZADOS

ARTIGOS COMPLETOS PUBLICADOS EM PERIÓDICOS

 PATYK, R. L. ; MARTINI, M. M. J. ; POSSETTI, G. R. C. ; LOURENÇO JR, IVO DE ; MAZUR, W. ; KALINOWSKI, H. J. , Determination of the Recording Profile of Fiber Optic Bragg Gratings. In: Journal Of Microwaves And Optoelectronics, v. 8, p. 9s-16s, 2009.

TRABALHOS COMPLETOS EM ANAIS DE CONGRESSOS

- PATYK, R. L. ; POSSETTI, G. R. C. ; LOURENÇO JR, IVO DE ; MARTINI, M. M. J. ; MAZUR, W. ; KALINOWSKI, H. J. , Determinação do Perfil de Escrita Para Redes de Bragg em Fibra Ótica. In: MOMAG 2008, Florianópolis. Anais do 13° SBMO Simpósio Brasileiro de Microondas e Optoeletrônica e o 8° CBMAG Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo, 2008. vol. 1. p. 283-286.
- POSSETTI, G. R. C., LOURENÇO JR., I., KAMIKAWACHI, R. C., MULLER, M., FABRIS, J. L., Uncertainties Evaluation in Optical Fiber Grating Sensor Measurements. Anais do 21st International Conference On Optical Fiber Sensors (OFS-21), aceito para publicação.