

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

FERNANDA MANTUAN DALA ROSA DE OLIVEIRA

**REDE DE BRAGG APLICADA NA MONITORAÇÃO DA
DEFORMAÇÃO MECÂNICA DE VERNIZ ACRÍLICO DURANTE A
SECAGEM.**

DISSERTAÇÃO

**CURITIBA
2013**

FERNANDA MANTUAN DALA ROSA DE OLIVEIRA

**REDE DE BRAGG APLICADA NA MONITORAÇÃO DA
DEFORMAÇÃO MECÂNICA DE VERNIZ ACRÍLICO DURANTE A
SECAGEM.**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial da Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito parcial para obtenção do grau de “Mestre em Ciências” – Área de Concentração: Fotônica em Engenharia.

Orientadora: Prof. Dr. Marcia Muller
Coorientador: Prof. Dr. José Luís Fabris

**Curitiba
2013**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

O48 Oliveira, Fernanda Mantuan Dala Rosa de
Rede de Bragg aplicada na monitoração da deformação mecânica de verniz acrílico durante a
secagem / Fernanda Mantuan Dala Rosa de Oliveira. – 2013.
73 f. : il. ; 30 cm

Orientadora: Márcia Muller.

Coorientador: José Luís Fabris.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-
graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial. Curitiba, 2013.

Bibliografia: f. 67-72.

1. Redes de Bragg. 2. Fibras óticas. 3. Detectores óticos. 4. Polímeros - Secagem. 5. Deformações (Mecânica). 6. Vernizes e envernizamento. 7. Engenharia elétrica – Dissertações. I. Muller, Márcia, orient. II. Fabris, José Luís, coorient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial. IV. Título.

CDD (22. ed.) 621.3

Biblioteca Central da UTFPR, Campus Curitiba

Título da Dissertação Nº.626

“Rede de Bragg Aplicada na Monitoração da Deformação Mecânica de Verniz Acrílico Durante a Secagem”

por

Fernanda Mantuan Dala Rosa de Oliveira

Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de MESTRE EM CIÊNCIAS – Área de Concentração: Fotônica em Engenharia, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial – CPGEI – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Câmpus Curitiba, às 09h do dia 15 de fevereiro de 2013. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta pelos doutores:

Prof^a Marcia Muller, Dr.
(Presidente – UTFPR)

Prof. Aleksander Sade Paterno, Dr.
(UDESC)

Prof. Jeferson Ferreira de Deus, Dr.
(UTFPR)

Visto da coordenação:

Prof. Ricardo Lüders, Dr.
(Coordenador do CPGEI)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu marido, João Paulo pela paciência e por sempre estar ao meu lado.

À minha família pelo carinho.

Aos professores Marcia Muller e José Luís Fabris pela orientação e incentivo.

Aos colegas de laboratório pela colaboração e companheirismo nas horas boas e ruins.

Ao Fernando pelas horas de trabalho divididas.

A todos os Professores que contribuíram para minha formação.

À UTFPR e ao CPGEI pelas instalações e apoio financeiro para participação em eventos científicos.

A CAPES pela bolsa concedida.

Ao CNPq e à Fundação Araucária pelo apoio financeiro.

RESUMO

OLIVEIRA, Fernanda Mantuan Dala Rosa. Rede de Bragg aplicada na monitoração da deformação mecânica de verniz durante a secagem. 2013. 73 f. Mestrado em Ciências – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

O presente trabalho mostra um estudo sobre a aplicação de um sensor ótico baseado em rede de Bragg em fibra (FBG) para monitorar o processo de secagem de polímeros. Testes realizados com verniz acrílico demonstraram que redes de Bragg podem ser utilizadas como sensores de deformação na análise de secagem de um filme polimérico sem a necessidade de encapsulação especial do sensor. O processo de secagem de um filme de verniz foi monitorado ao longo de 24 horas por duas redes de Bragg, uma atuando como sensor de deformação mecânica, e outra como sensor de temperatura. A perda de massa do filme também foi acompanhada ao longo do tempo. Os resultados obtidos permitem avaliar as deformações mecânicas e identificar três estágios do processo de secagem: evaporação da água e concentração dos sólidos, contato irreversível das partículas e processo de coalescência e, por fim, formação de um filme contínuo.

Palavras-chave: Rede de Bragg em Fibra. Secagem de Polímeros. Verniz Acrílico.

ABSTRACT

OLIVEIRA, Fernanda Mantuan Dala Rosa. Fiber Bragg grating applied to monitor the stress evolution on drying time of acrylic varnish. 2013. 73 f. Mestrado em Ciências – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

This work shows the application of an optical sensor based on fiber Bragg grating (FBG) to monitor the drying process of polymers. Tests carried out with acrylic varnish showed that a fiber Bragg grating can be used as a sensor to analyze the deformation of a polymeric film during the drying process without any special encapsulation of the sensor. The drying process of a varnish film was monitored over 24 hours by two Bragg gratings, one of them acting as a mechanical deformation sensor and the other one as temperature sensor. Measurements of mass loss were also performed. The results allow evaluating mechanical deformations and identifying three stages of drying: evaporation of water and concentration of solids, irreversible particle contact and coalescence process, and finally, formation of a continuous film.

Keywords:Fiber Bragg Grating. Drying of Polymers. Acrylic Varnish.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Desenho esquemático dos tipos de defeitos em fibras de sílica dopadas com germânio: a) GODC, b) formação do centro GeE' e c) Ge(1) e Ge(2) com a integração do elétron.	25
Figura 2	– Esquema do princípio de operação de uma rede de Bragg em fibra ótica. Uma faixa estreita do espectro, centrada no comprimento de onda de Bragg λ_B é refletida, e o restante é transmitido.	26
Figura 3	– Esquema de utilização de máscara de fase na inscrição de uma FBG.....	28
Figura 4	– Desenho esquemático de uma fina camada de filme polimérico logo após sua deposição sobre um substrato.....	37
Figura 5	– Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex após a evaporação da água.	37
Figura 6	– Desenho esquemático da formação de um filme polimérico contínuo e uniforme.	37
Figura 7	– Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método de iluminação direta sobre a máscara de fase.	38
Figura 8	– Desenho esquemático do sistema de variação do comprimento da fibra.....	41
Figura 9	– Esquema da montagem experimental empregada na medição das deformações mecânicas do verniz.	47
Figura 10	– Foto com detalhes da montagem experimental empregada na medição das deformações mecânicas do verniz.	48
Figura 11	– Foto do procedimento de calibração da balança (esquerda) e de preparação do filme de verniz a ser analisado (direita).	49
Figura 12	– Gráfico do ajuste linear aos dados experimentais de valor médio do comprimento de onda de Bragg referente a cada valor de temperatura.....	53
Figura 13	– Gráfico do ajuste linear aos dados experimentais de valor médio do comprimento de onda de Bragg referente a cada valor de temperatura levando e conta as barras de erro.	54
Figura 14	– Gráfico do ajuste linear aos dados de valor médio do comprimento de onda da FBG em função do deslocamento relativo.	56
Figura 15	– Gráfico do ajuste linear aos dados de valor médio do comprimento de onda da FBG em função do deslocamento relativo levando em conta as barras de erro.....	57
Figura 16	– Gráficos da evolução da massa em porcentagem de cada filme durante a secagem.	58
Figura 17	– Comportamento temporal da variação do comprimento de onda de Bragg das FBGs dentro e fora do filme polimérico, para monitoração de temperatura ao longo do processo de secagem. ...	60
Figura 18	– Variação do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, primeiro experimento.....	61

Figura 19	–	Varição do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, segundo experimento.....	63
Figura 20	–	Varição do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, terceiro experimento.....	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	–	Valores obtidos experimentalmente para o comprimento de onda de Bragg em função da temperatura.....	52
Tabela 2	–	Valor médio do comprimento de onda de Bragg em função da temperatura e incertezas.	52
Tabela 3	–	Comprimentos de onda de Bragg em função a deformação longitudinal da fibra obtidos em três ciclos de medição.	55
Tabela 4	–	Deslocamento relativo e valor médio do comprimento de onda de Bragg e suas incertezas.....	56

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIações

COV	Compostos Orgânicos Voláteis
FBG	<i>Fiber Bragg Grating</i> (Rede de Bragg em fibra)
GODCs	<i>Germanium Oxygen-Deficient Centers</i> (Centros de Germânio Deficientes de Oxigênio)
KrF	Fluoreto de Criptônio
LED	<i>Light Emission Diode</i> (Diodo de emissão de luz)
MFFT	<i>Minimum Film Formation Temperature</i> (Temperatura Mínima de Formação do Filme)
OSA	<i>Optical Spectrum Analyzer</i> (Analisador de espectros óticos)
SFBG	<i>Superstructure Fiber Bragg Grating</i> (Super Estrutura de Rede de Bragg)
UV	Ultravioleta
WDM	<i>Wavelength-Division Multiplexing</i> (Multiplexador Divisor de Comprimento de Onda)
$\mu\epsilon$	Microstrain, unidade de deformação relativa, um microstrain é a deformação de um micrometro em um metro

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS	11
1.2 ESTADO DA ARTE	13
1.2.1 Redes de Bragg em Fibra Ótica	13
1.2.2 Aplicações das Redes de Bragg em Fibra como Sensores Óticos	15
1.2.3 Estudo dos Polímeros	17
1.3 OBJETIVOS	20
1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	20
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
2.1 FIBRAS ÓTICAS	22
2.2 FOTOSSENSIBILIDADE DAS FIBRAS ÓTICAS	24
2.3 REDES DE BRAGG EM FIBRA	26
2.3.1 Princípio de Funcionamento da FBG	26
2.3.2 Métodos de Gravação de uma FBG	27
2.4 SENSIBILIDADE DA FBG À DEFORMAÇÃO LONGITUDINAL E A TEMPERATURA	30
2.5 SENSORES BASEADOS EM FBG	33
2.6 POLÍMEROS	34
2.7 SECAGEM DE FILMES POLIMÉRICOS	36
3 METODOLOGIA	38
3.1 FABRICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG	38
3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS REDES DE BRAGG	39
3.2.1 Sensibilidade à Variação de Temperatura	39
3.2.2 Sensibilidade à Deformação Longitudinal	41
3.3 ENSAIOS PRELIMINARES DA APLICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG COMO SENSOR DE DEFORMAÇÃO DE POLÍMEROS	43
3.4 CONFIGURAÇÃO EXPERIMENTAL FINAL DA APLICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG COMO SENSOR	46
3.5 DETERMINAÇÃO DA PERDA DE MASSA DO VERNIZ DURANTE A SECAGEM	49
3.6 TESTE EMPREGADO PARA DETERMINAR A VARIAÇÃO DE TEMPERATURA DENTRO DO FILME POLIMÉRICO	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	51
4.1 REDES DE BRAGG GRAVADAS	51
4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS REDES DE BRAGG	51
4.2.1 Sensibilidade à Variação de Temperatura	51
4.2.2 Sensibilidade à Deformação	55
4.3 PERDA DE MASSA DO VERNIZ DURANTE O PROCESSO DE SECAGEM	58
4.4 VARIAÇÃO DA TEMPERATURA DENTRO DO FILME DE VERNIZ	59
4.5 DEFORMAÇÃO MECÂNICA DO FILME DE VERNIZ ACRÍLICO DURANTE A SECAGEM	61
5 CONCLUSÕES	65
5.1 CONCLUSÕES	65
5.2 TRABALHOS FUTUROS	66
REFERÊNCIAS	67
ANEXO – PUBLICAÇÕES RESULTANTES DESTES TRABALHOS	73

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Atualmente, as tintas representam uma das aplicações de maior importância dos polímeros. O Brasil é um dos cinco maiores mercados mundiais para tintas, com centenas de fabricantes, de grande, médio e pequeno porte, espalhados pelo país. O faturamento líquido do setor chegou a 4,5 milhões de dólares em 2011, com um volume de produção de 1,398 bilhão de litros (ABRAFATI, www.abrafati.com.br).

Na fase inicial das indústrias de tintas, as matérias-primas, óleos, resinas e pigmentos utilizados na formulação eram exclusivamente de origem natural. Em formulações de tintas modernas, materiais de origem natural ainda são empregados, embora em menor quantidade, (POWELL; INGEN HOUSZ, 1998). Para resolver problemas de emissão de Compostos Orgânicos Voláteis (COV) foram desenvolvidas novas metodologias alternativas de produção, como as tintas à base de água e tintas em pó. Assim a indústria satisfaz a corrente legislação ambiental e as normas reguladoras da saúde humana.

A maioria das tintas de base aquosa são tintas látex, comercialmente elas são largamente utilizadas na construção civil, como uma alternativa de baixo custo para proteção e estética em diversos substratos. Com o surgimento de novos produtos a avaliação e desenvolvimento podem ser conseguidos pelo conhecimento das suas propriedades de aparência, físico-químicas e reológicas, dentre outras (FAZANO, 2002).

Existem alguns testes que a indústria realiza para garantir as propriedades desejadas em suas formulações. No Brasil, a indústria de tintas emprega métodos de contato direto para verificar o tempo de secagem de suas formulações, sendo influenciados pelo sentido do operador, como descrito na NBR 9558 de 1986. Mais recentemente, em 2010, foi desenvolvido um teste instrumental simplificado, descrito na NBR 15311. No entanto, na maioria das aplicações, um método sem contato é necessário, pois o operador pode danificar a superfície pintada, e impressões pessoais podem introduzir erros na determinação do tempo de secagem da pintura.

Isto implica uma falta de técnicas de monitoramento da secagem que poderiam ser aplicadas na indústria de tintas.

Por ser de grande importância para a ciência e indústria, o estudo dos fenômenos envolvidos na formação de um filme polimérico também tem atraído a atenção dos pesquisadores. Entretanto, os resultados obtidos até o momento tornam claro que a sequência de mudanças físicas que ocorrem durante o processo de secagem ainda precisa ser estudada (KEDDIE, 1997; STEWARD; HEARN; WILKINSON, 2000).

Quantitativamente, segundo Fazano (2002), nem sempre é simples a avaliação dos vários estágios que precedem a secagem de uma película. O tempo de secagem ao ar pode ser determinado por meio de observações contínuas do seu comportamento, identificando suas etapas. Porém, alguns fatores podem fazer com que o tempo de secagem não ocorra da mesma forma em todos os casos. Fatores ambientais como temperatura, umidade e fluxo de ar, além do uso de solventes e aglutinantes influenciam no tempo de secagem do filme polimérico. O modo de aplicação da pintura e como ela irá fluir e estabilizar também são fatores a serem observados. A grande variedade de forças mecânicas e deformações atuantes durante a secagem do filme são difíceis de detectar pelos métodos de avaliação existentes, especialmente pelo teste padrão baseado no sentido humano.

Alguns trabalhos sugerem que o processo de secagem dos polímeros seja subdividido em três etapas principais, sendo elas: evaporação do solvente e concentração dos sólidos; contato irreversível das partículas e coalescência; e formação de um filme contínuo com a interdifusão das cadeias poliméricas (WINNIK, 1997; KEDDIE, 1997; STEWARD; HEARN; WILKINSON, 2000). Desemvolve-se, portanto, diferentes técnicas de medição capazes de identificar esses estágios e acompanhar a sua evolução temporal.

Alguns trabalhos propuseram técnicas de acompanhamento das deformações mecânicas macroscópicas sofridas por polímeros durante seu processo de secagem. Petersen, Heldmann e Johannsmann, (1999), fizeram esse acompanhamento depositando um filme polimérico sobre um arco em balanço. Curvaturas no arco foram associadas com deformações sofridas pelo filme durante a secagem. Lourenço et al., (2010) utilizaram uma FBG encapsulada na construção de uma cabeça sensora complexa que foi empregada para estudar as deformações de um filme de tinta latex. Nestes dois trabalhos, os estágios de secagem do polímero

foram associados às deformações mecânicas macroscópicas sofridas pelo filme durante a secagem.

Uma técnica ótica não invasiva que utiliza a monitoração do padrão *speckle*, ou seja, o padrão de imagens formadas pela incidência do feixe de um laser sobre a superfície da amostra foi proposta por Faccia et al., (2009) e Sheoran, Sharma e Sanher (2011). Enquanto o polímero seca o padrão de manchas observado varia com o tempo, fornecendo informação sobre o estado da superfície do polímero. No entanto, este método não é capaz de fornecer informações sobre o estado das camadas internas do filme.

Neste trabalho, redes de Bragg foram aplicadas na monitoração da temperatura e das deformações mecânicas de um filme de verniz acrílico ao longo do processo de secagem. A metodologia proposta permite o emprego das redes de Bragg sem nenhum tipo de encapsulação especial o que torna o seu uso mais simples que o trabalho anteriormente reportado por Lourenço et al., (2010). A detecção das deformações e da variação de temperatura permite identificar temporalmente as etapas envolvidas durante a formação do filme polimérico.

1.2 ESTADO DA ARTE

1.2.1 Redes de Bragg em Fibra Ótica

A fotossensibilidade da fibra ótica, chave para o avanço tecnológico de dispositivos de sensoriamento baseados em redes em fibras, foi descoberta em 1978 pelo grupo de Kenneth O. Hill, no Centro Canadense de Pesquisas em Comunicação. Acoplando a uma fibra de sílica dopada com germânio a luz de um laser de argônio no visível, foi observado um aumento da intensidade da luz refletida. Esse fenômeno resulta de alterações produzidas no índice de refração da sílica pela incidência da luz, fenômeno conhecido como fotossensibilidade. A reflexão de Fresnel da luz do laser na extremidade final da fibra produz uma onda estacionária ao longo do seu comprimento. Nas regiões com alta intensidade de iluminação o índice de refração do núcleo da fibra é alterado de forma permanente

gerando uma modulação espacial periódica do índice de refração do núcleo da fibra (HILL, et al., 1978). Esta modulação periódica de índice de refração atua como um conjunto de refletores distribuídos acoplando o modo propagante com o contra propagante. O dispositivo produzido foi denominado inicialmente “rede de Hill”.

No entanto, a operação das redes de Hill está limitada ao comprimento de onda do laser de argônio (488 nm) usado para a sua produção e refletividades úteis só são alcançadas com dispositivos longos (em torno de um metro de comprimento).

Em 1981, Lam e Garside mostraram que a fotossensibilidade observada por Hill estava associada a um processo de absorção de dois fótons do laser de argônio em 488 nm. Portanto, o processo de alteração de índice de refração é mais eficiente quando é empregada luz ultravioleta em torno 244 nm.

Em 1989, Meltz, Morey e Glenn, utilizaram a luz de um laser no UV em 244 nm e um interferômetro para produzir FBGs por meio de um método de gravação externo. Nesse método, a modulação periódica do índice de refração é induzida por um padrão de iluminação periódico gerado pela interferência de dois feixes de luz UV coerentes. Além de produzir redes com modulação de índice de refração mais significativa em comparação com o método do Hill, a técnica apresenta a vantagem da sintonia do comprimento de ressonância pelo controle do ângulo de interferência dos feixes (MELTZ, MOREY e GLENN, 1989).

Em 1993, Hill propôs um método de gravação de redes de Bragg no qual a fibra é exposta ao padrão de interferência produzido pela iluminação direta de uma máscara de fase. O método apresenta como principais vantagens a simplicidade do alinhamento e a estabilidade do padrão sendo capaz de produzir redes com boa reprodutibilidade. No entanto, o período da FBG gravada depende do período da máscara.

Para obter redes com grande modulação de índice de refração, Lemaire et al. (1993) desenvolveram uma técnica para aumentar a fotossensibilidade das fibras, que consistia em armazená-las em uma atmosfera de alta pressão de hidrogênio (20 atm - 750 atm) com a temperatura entre 20°C e 75°C (LEMAIRE et al., 1993). Outros processos propostos para promover o aumento da fotossensibilidade das fibras foram a varredura à chama (BILODEAU et al., 1993) e a adição de dopantes como boro (WILLIAMS et al., 1993).

Atualmente as FBGs estão disponíveis comercialmente e são empregadas em diferentes dispositivos usados na área das comunicações (XIANG, 2010). FBGs estão presentes em filtros, roteadores, controle e amplificação de sinais óticos em redes de telecomunicações de WDM de alta capacidade, além de lasers a fibra (HILL; MELTZ, 1997).

No campo do sensoriamento ótico as FBGs têm sido empregadas na medição de diferentes parâmetros como temperatura e deformação (SINGH; SIRKIS, 1997; KERSEY et al., 1997), correntes elétricas (ZHAO; MENG; CHEN, 2006), vibrações e índice de refração (OTHONOS, 1997).

1.2.2 Aplicações das Redes de Bragg em Fibra como Sensores Óticos

Particularmente no que diz respeito à medição de deformações mecânicas e temperatura, sensores baseados em redes de Bragg encontraram aplicação na monitoração da cura de compósitos e polímeros, sendo o foco deste trabalho a aplicação deste dispositivo para a monitoração da secagem de filmes poliméricos.

O'Dwyer et al. (1998) utilizaram um microssensor dielétrico e uma FBG para monitorar as mudanças de condutividade e de deformação, respectivamente, em um composto de fibra de carbono reforçada. As medidas foram realizadas simultaneamente e em tempo real e foi feita a correlação entre os dois sensores durante o processo de cura do compósito. A montagem utilizada por eles permitiu monitorar, em um primeiro instante, os níveis de deformação durante as etapas de liquefação, formação das cadeias poliméricas e vitrificação. Eles analisaram a secagem do composto para diferentes ciclos de temperatura e a partir dos dados coletados um perfil de cura foi gerado.

Guan et al. (2000) propuseram a utilização de uma superestrutura de rede de Bragg em fibra (SFBG) para medidas simultâneas de deformação e temperatura. Foram analisadas as variações de comprimento de onda e a intensidade de picos laterais estreitos do sinal de transmissão. Assim os dois efeitos foram separados a partir de interpretações matemáticas. A exatidão do sensor para medidas de deformação mecânica foi de $\pm 20 \mu\epsilon$ em uma faixa de 0 a $1200 \mu\epsilon$ e para a temperatura, a exatidão foi de $\pm 1,2 \text{ }^\circ\text{C}$ em uma faixa de $20 \text{ }^\circ\text{C}$ a $110 \text{ }^\circ\text{C}$.

Rao et al. (2002) realizaram medidas simultâneas de deformação mecânica e temperatura em compósitos trançados resistentes à laminação. Foi utilizado um sistema em série composto de uma FBG e um sensor de deformação à fibra ótica baseados em um interferômetro extrínseco de Fabry-Pérot (EFPI).

Em 2006, Pan e Liang fabricaram três tipos de sensores distribuídos a fibra ótica, a fim de monitorar a saúde de compostos estruturais. Estes sensores eram pequenos e construídos da seguinte maneira: o primeiro método utilizou uma FBG entre dois filmes finos de poliamida; no segundo, a rede de sensores a fibra ótica foi imersa numa solução de poliamida e seca; e o terceiro utilizou um filme fino de poliamida fluorada para construir guias de ondas e sensores óticos. A poliamida pôde ser utilizada por resistir a altas temperaturas e possuir alta resistência mecânica. Os autores concluíram que após testes mecânicos e de sensibilidade os sensores construídos são aptos a integrar um sistema de monitoração a fibra ótica, garantindo maior proteção aos sensores quando embebidos em compósitos, mesmo com os problemas encontrados sobre a influência na sensibilidade do sensor causada pelos filmes de poliamida (PAN; LIANG, 2006).

Em 2010, Lourenço et al., utilizaram FBGs encapsuladas como sensores de deformação e temperatura durante o processo de secagem de tintas látex comercial. O sensor construído permitiu a análise temporal dos estágios de secagem de filmes poliméricos com diferentes concentrações de solvente. No entanto, o desempenho do sensor depende da construção de uma cabeça sensora complexa que consiste de uma FBG inserida em duas agulhas de injeção presas a uma mola. Depois de pintada com uma fina camada de tinta, a cabeça sensora é capaz de monitorar as deformações mecânicas durante o processo de secagem. Uma segunda FBG encapsulada foi utilizada como sensor de temperatura para assim evitar efeitos de sensibilidade cruzada. O objetivo do experimento era determinar os estágios de secagem do filme de tinta (evaporação, ordenação das partículas e formação do filme) com base no estresse mecânico sofrido por ele. Porcentagens de diluições da tinta em solvente também foram estudadas. Porém, diferentes materiais e formatos de encapsulação não garantiam a uniformidade da camada de tinta ao longo do comprimento do filme, assim o sistema de encapsulação se mostrou limitado quanto à qualidade da formação do filme (LOURENÇO, 2011).

1.2.3 Estudo dos Polímeros

A palavra *polímero* foi criada em 1832 pelo químico alemão J. Berzelius, para designar compostos de pesos moleculares múltiplos. Em torno de 1920, Staudinger considerou, embora sem provas, que a borracha natural e outros produtos de síntese, de estrutura química até então desconhecida, eram na verdade materiais consistindo de moléculas de cadeias longas, e não agregados de pequenas moléculas, como se pensava na época (MANO; MENDES, 1999). Staudinger ganhou o prêmio Nobel de Química em 1953 pela descoberta de novos polímeros.

Os primeiros polímeros a serem utilizados eram produtos naturais, como algodão, amido, proteínas e lã. Os sintéticos surgiram a partir do século XX, sendo os de maior importância, o baquelite e o nylon. No entanto não se conheciam as relações químicas e propriedades físicas do material. Foi essa investigação que deu base para a ciência física dos polímeros (SPERLING, 2006).

O desenvolvimento de novas técnicas de caracterização como a Ultracentrifugação, a Viscosimetria de Soluções e o Espalhamento de Luz, elucidaram alguns aspectos sobre a Ciência de Polímeros para assim se compreender melhor as características moleculares dos polímeros e dominar as técnicas de polimerização (HAGE, 1998).

Um dos trabalhos precursores sobre os estudos dos polímeros foi o de Henson, Taber e Bradford et al., (1953) que apresentaram um esboço sobre a formação do filme, propondo um mecanismo em dois estágios. Segundo os autores, o primeiro estágio é caracterizado pelo contato irreversível das partículas causado pela evaporação da água. No segundo estágio acontece a fusão dessas partículas dispersas de resina para formar um filme contínuo e coeso. Eles definiram a formação do filme, como uma sequência de mudanças físicas, e utilizaram estudos de perda de massa para melhor entender o processo.

Três anos antes Dillon, Matheson e Bradford (1950), abordaram o mecanismo pelo qual as partículas poliméricas formam juntas um filme coerente. Observando filmes finos e pares de partículas isoladas, eles consideraram que a deformação das partículas ocorre por causa da tensão superficial. Assim, durante o processo de secagem, a concentração de sólidos aumenta até que as partículas entrem em

contato e então a água evapora nos espaços entre elas (DILLON; MATHESON; BRADFORD, 1950).

Em 1994, Eckerley e Rudin realizam medidas do tamanho das partículas de um polímero sinterizado, de taxa de evaporação pelo método de gravimetria e de microscopia eletrônica de varredura para testar modelos de secagem de polímeros em dois ou três estágios. Os dados obtidos concordaram com os dois mecanismos e foi observada a formação de uma película superficial antes da secagem completa do filme (ECKERLEY; RUDIN, 1994).

O estresse interno sofrido pelos filmes poliméricos durante sua formação foi estudado por Petersen, Heldmann e Johannsmann, (1999). Foi utilizado o método de *cantilever*, ou arco em balanço, para acompanhar a evolução macroscópica do estresse. Enquanto o filme secava sobre um substrato flexível, a curvatura deste era detectada pela reflexão de um feixe de laser em uma superfície refletora fixada ao substrato. A partir deste fenômeno foi avaliada a influência dos processos micromecânicos que aconteceram com o filme polimérico durante a sua formação, o que permitiu relacionar as etapas de secagem do aglutinante polimérico e o rearranjo das partículas com as deformações mecânicas do cantilever (PETERSEN; HELDMANN; JOHANNSMANN, 1999).

O amplo leque de aplicações dos materiais poliméricos levou os pesquisadores a estudos cada vez mais específicos de acordo com a aplicação do material.

Em 1997, Mignani e colaboradores, desenvolveram um método não destrutivo e em tempo real para monitorar pinturas de Patrimônio Cultural. Uma fibra ótica foi descascada e recoberta por diferentes vernizes, utilizados para proteger pinturas, e assim realizou-se o monitoramento contínuo de efeitos de temperatura sobre o índice de refração dos vernizes. A técnica de sensoriamento do verniz mostrou-se capaz de prevenir situações de risco às obras, como no caso de monitoramento térmico quando as obras estão em excursão (MIGNANI et al., 1997).

Outra técnica utilizada na avaliação do tempo de secagem de tintas foi o processamento de imagens, importantes por serem não invasivas.

Faccia et al., (2009) estudaram a secagem de três tintas diferentes, por meio do processamento de imagens de interferometria dinâmica de padrões. O método

não invasivo consistiu na digitalização de imagens do filme de tinta secando, capturadas por uma câmera CCD. O fenômeno da secagem dos filmes de tinta geraram padrões com diferentes intensidades de luz que variavam com o tempo, chegando a um estado estacionário quando a tinta estava seca. O método experimental permitiu que medidas de gravimetria fossem realizadas simultaneamente. Em um dos testes realizados com duas tintas de mesma espessura, mas diferentes tempos de secagem, os autores observaram correlação baixa entre os dados coletados pela técnica ótica e pela gravimetria. Uma das amostras foi caracterizada como seca aos 85 min pela técnica ótica e aos 120 min pela gravimetria, enquanto a outra teve o tempo de secagem de 10 min e de 20 min para as mesmas técnicas respectivamente. Outro teste realizado com a terceira tinta, aplicada sobre a superfície de uma moeda, avaliou zonas com diferentes espessuras, mostrando a habilidade da técnica em mostrar imagens com diferentes tempos de secagem simultaneamente. Entretanto o trabalho apresentado não permitiu diferenciar os mecanismos de secagem e nem identificar a influência da formação da película superior sobre o filme durante a secagem.

Em 2011, Sheoran, Sharma e Sanher, estudaram e monitoraram o processo de secagem de uma superfície pintada. Pelo fato de o processo de secagem ser dinâmico, utilizou-se um processo de transformada de Fourier sem lente, de interferometria holográfica digital, observando a dinâmica dos mapas de interferência de fase. Foram calculados sucessivos hologramas digitais em diferentes intervalos de tempo para formar imagens e assim a técnica foi capaz monitorar a taxa de secagem de tintas e visualizar descolamentos e fissuras, com um aparato simples e fácil de implementar (SHEORAN; SHARMA; SANHER, 2011).

Vários estudos foram realizados para tentar compreender melhor a formação de um filme polimérico e a influência de fatores ambientais (STEWART; HEARN, J; WILKINSON, 2000).

Embora existam controvérsias sobre as propriedades físicas e mecânicas dos polímeros, existe um consenso de que a formação do filme ocorre em três estágios: a evaporação seguida de concentração, a deformação das partículas e por fim a interdifusão das cadeias. Esses estágios não são bem definidos e podem ocorrer concorrentemente durante a formação do filme (GUERRIER et al., 1998).

1.3 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é aplicar uma rede de Bragg em fibra sem encapsulação especial como transdutor na monitoração da deformação mecânica de polímeros durante o seu processo de secagem.

Os objetivos específicos estabelecidos foram:

- Selecionar e produzir FBGs com diferentes comprimentos de onda de ressonância.
- Medir a sensibilidade dessas redes à deformação e à temperatura.
- Medir a perda de massa de filmes poliméricos durante o processo de secagem.
- Aplicar as FBGs na monitoração da deformação mecânica e da temperatura durante a secagem de filmes poliméricos.
- Relacionar os resultados encontrados com os estágios de secagem de filmes poliméricos propostos na literatura.

1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Este trabalho está organizado em cinco seções principais. A primeira seção se refere às considerações iniciais, ao estado da arte e aos objetivos. Apresenta-se a problemática da análise do tempo de secagem de polímeros hoje utilizada e os novos estudos que estão sendo realizados nesta área. Faz-se uma revisão bibliográfica sobre as aplicações das redes de Bragg como sensor ótico, principalmente para a avaliação de variações de temperatura e deformação. Também é apresentado o estado da arte em que se encontram os estudos dos mecanismos de secagem dos materiais poliméricos.

Na segunda seção está apresentada uma fundamentação teórica sobre os sensores a fibra ótica: o que são fibras óticas, fotossensibilidade, princípio de funcionamento das redes de Bragg e os métodos utilizados na gravação das

mesmas, sensibilidade das redes de Bragg à temperatura e deformação, sensores baseados em redes de Bragg, além de uma explicação sobre o que são polímeros e as propostas dos fenômenos envolvidos durante a sua secagem.

A terceira seção abrange a metodologia utilizada para o desenvolvimento do trabalho, descrevendo os testes preliminares realizados a fim de se determinar o melhor método de avaliação dos filmes poliméricos e a montagem experimental final. Também é apresentada uma análise detalhada da sensibilidade das redes utilizadas à variação de temperatura e deformação e ainda, está descrito o procedimento experimental para a determinação da perda de massa durante a secagem do filme polimérico e um teste para avaliar a variação de temperatura dentro do filme polimérico.

Os resultados e discussões estão apresentados na quarta seção, e por fim, na quinta seção, estão abordadas as considerações finais e propostas de trabalho futuros.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 FIBRAS ÓTICAS

As fibras óticas são capilares formados por materiais dielétricos cristalinos e homogêneos. A estrutura mais simplificada de uma fibra ótica consiste de um núcleo envolto por uma casca com índice de refração menor, sendo esta diferença de índice de refração em torno de 1 %. Como o índice de refração do núcleo é maior do que o da casca, um feixe de luz acoplado ao guia de onda é confinado ao seu núcleo por reflexão interna total, conforme a Lei de Snell-Descartes da ótica geométrica (HECHT, 2001).

A banda passante de uma fibra ótica é função, além de seu comprimento, da sua geometria e do seu perfil de índices de refração. O perfil de índice pode ser em degrau, quando o índice de refração é constante ao longo da seção reta do núcleo, ou gradual, quando o índice diminui gradativamente a partir do eixo central do núcleo até a interface núcleo-casca (AGRAWAL, 1997).

A luz acoplada a fibra é guiada através do núcleo e, devido a baixas perdas de intensidade, pode percorrer grandes distâncias ao longo do guia. Nas fibras compostas principalmente por sílica e dopantes semicondutores, existem regiões espectrais nas quais a atenuação é mínima, as chamadas janelas de transmissão em torno de 850 nm, 1300 nm e 1550 nm, (GIOZZA; CONFORT; WALDMAN, 1991).

As fibras óticas também podem ser classificadas quanto aos modos propagantes através do núcleo, sendo monomodo, quando apenas um modo é conduzido, e multimodo, quando vários modos são conduzidos (AGRAWAL, 1997).

As ondas eletromagnéticas que se propagam nas fibras óticas, assim como em quaisquer guias de onda, são descritas pelas equações de Maxwell,

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{1}{c} \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \quad (\text{Equação 1})$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \frac{1}{c} \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \quad (\text{Equação 2})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = 0 \quad (\text{Equação 3})$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = 0 \quad (\text{Equação 4})$$

em que, \vec{E} é o vetor campo elétrico, \vec{H} é o vetor campo magnético, \vec{D} é o vetor densidade de fluxo elétrico, \vec{B} é o vetor densidade de fluxo magnético e c é a velocidade da luz no vácuo. \vec{D} e \vec{B} , nesse caso são dados por (GOWAR, 1984; HETCH, 2001; AGRAWAL, 1997),

$$\vec{D} = \epsilon_r \epsilon_0 \vec{E} \quad (\text{Equação 5})$$

$$\vec{B} = \mu_r \mu_0 \vec{H} \quad (\text{Equação 6})$$

em que, ϵ_r é a permissividade elétrica relativa do material, ϵ_0 é a permissividade elétrica no espaço livre, μ_r é a permeabilidade magnética relativa e μ_0 é a permeabilidade do vácuo. Essas equações dão origem à equação de onda (GOWAR, 1984; HETCH, 1990; AGRAWAL, 1997),

$$\vec{\nabla}^2 \Psi - \frac{n^2}{c^2} \frac{\partial^2 \Psi}{\partial t^2} = 0 \quad (\text{Equação 7})$$

com Ψ representando o vetor campo elétrico ou o vetor campo magnético, c a velocidade da luz no vácuo e n o índice de refração do material.

Portanto, ao resolver as equações de Maxwell para as condições de contorno da fibra encontra-se certo número de soluções finitas. Assim, a luz acoplada a uma fibra ótica é propagada com distribuições de campo que satisfazem as equações de Maxwell e que correspondem aos modos de propagação. Além disso, cada modo tem a propriedade de possuir uma distribuição espacial que não é alterada com a propagação (AGRAWAL, 1997).

2.2 FOTOSSENSIBILIDADE DAS FIBRAS ÓTICAS

Quando o fenômeno da fotossensibilidade das fibras óticas foi primeiro observado por Kenneth O. Hill e colaboradores em 1978, ele foi atribuído a grande concentração de germânio no núcleo da fibra. Posteriormente, este efeito foi observado com diferentes comprimentos de onda no UV, em fibras de sílica dopadas com Eu, Ce, Er:Ge, Ge:B e também em fibras de fluorozirconato:Ce:Er. No entanto, as fibras de sílica dopadas com germânio continuam sendo as mais usadas na produção de dispositivos (HILL; MELTZ, 1997).

A fotossensibilidade está relacionada com defeitos presentes na estrutura da sílica conhecidos como “centros de cor”. Estes defeitos estruturais geram bandas no espectro de absorção do material (OTHONOS, 1997).

Com a sinterização e colapso da pré-forma, a reação dos componentes, enquanto a fibra é *puxada*, resulta em um material altamente não homogêneo em escala microscópica, com uma pequena ordem no alcance da distância de poucas moléculas (KASHYAP, 1999). A incorporação de átomos de germânio na matriz de sílica das fibras produz defeitos responsáveis pelo surgimento de uma banda de absorção centrada em 240 nm. Estes defeitos conhecidos como centros de germânio com deficiência de oxigênio (GODCs) resultam das ligações Ge-Si, Ge-Ge e são os principais responsáveis pela fotossensibilidade das fibras de sílica dopadas com germânio.

Neste defeito, o átomo de germânio se liga a três átomos de oxigênio e a um átomo de silício ou de germânio, Figura 1(a). A radiação UV com comprimento de onda na região da banda de absorção do defeito rompe a ligação Ge-Si/Ge e dá origem ao centro GeE' que é um defeito ionizado, Figura 1(b). Os elétrons oriundos da formação dos centros GeE' são integrados na estrutura de outros centros de germânio, denominados Ge(1) e Ge(2) como mostra a Figura 1(c). Os centros Ge(1) e Ge(2) são responsáveis pelo surgimento das bandas de absorção centradas em 281 e 213 nm, respectivamente (OTHONOS, 1997). Essa alteração estrutural produzida na fibra é responsável pela mudança no índice de refração do material.

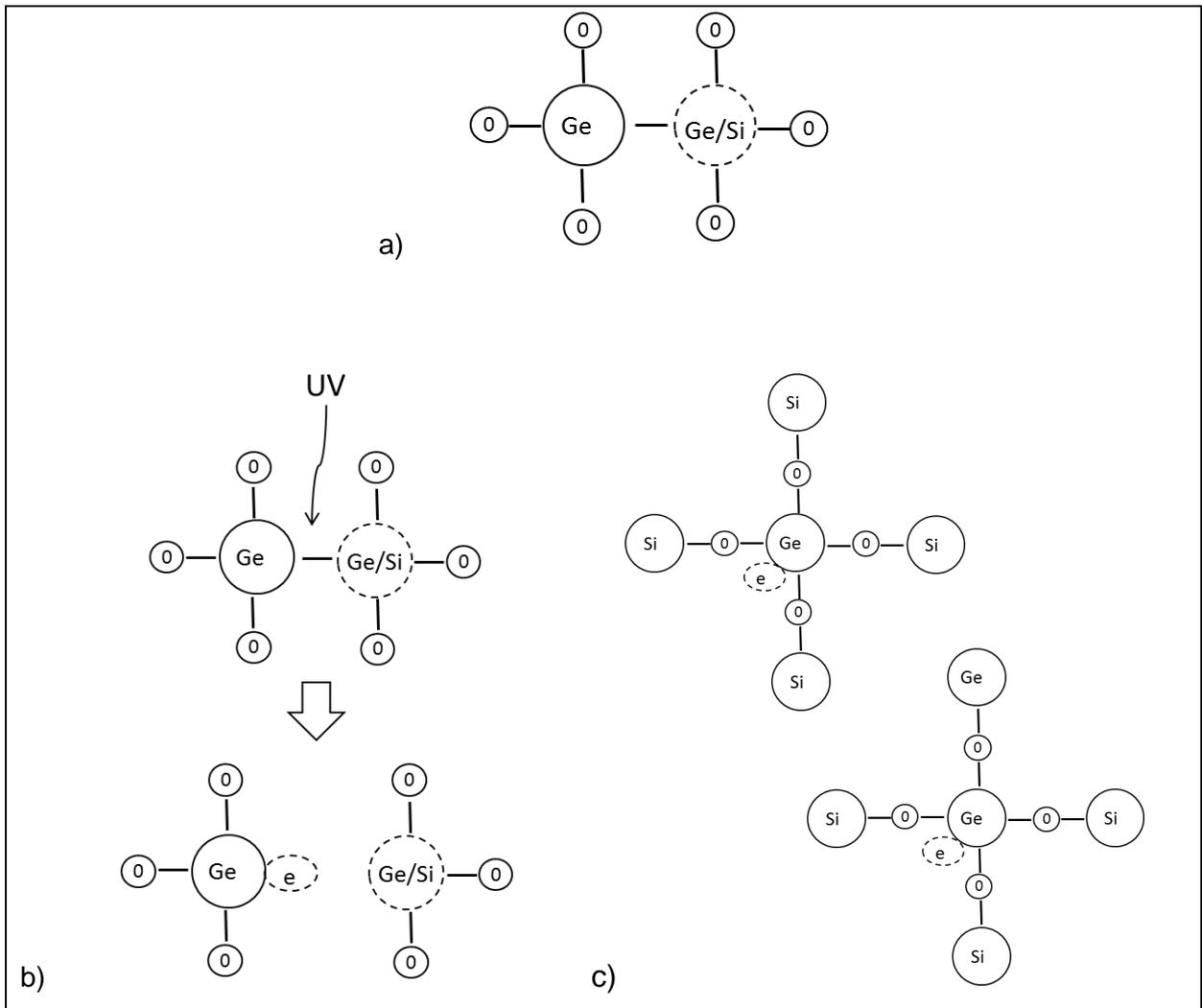


Figura 1 – Desenho esquemático dos tipos de defeitos em fibras de sílica dopadas com germânio: a) GODC, b) formação do centro GeE' e c) Ge(1) e Ge(2) com a integração do elétron.

O mecanismo físico da fotossensibilidade ainda não é totalmente conhecido, porém existe um consenso de que a formação de centros de cor desempenha um papel central no mecanismo da fotoindução de alterações do índice de refração de fibras de germanosilicato. Existem ainda evidências de que um rearranjo estrutural da matriz vítrea, associado com compactação e densificação, ou mesmo com fusão localizada, também geram mudanças de índice de refração. (HILL et al., 1978). Esta área continua sendo uma fonte de debate e pesquisa na comunidade científica.

2.3 REDES DE BRAGG EM FIBRA

2.3.1 Princípio de Funcionamento da FBG

Na sua forma mais simples as redes de Bragg em fibra ótica consistem de estruturas periódicas de modulação do índice de refração produzidas no núcleo de uma fibra ótica mono-modo ao longo do seu comprimento. Um feixe de luz guiado pelo núcleo da fibra será difratado por cada plano da rede e as frequências, que satisfazem à condição de Bragg, contribuem construtivamente na direção contra-propagante, formando uma banda de reflexão com comprimento de onda central específico. (OTHONOS, 1997). A Figura 2 representa uma rede de Bragg sendo iluminada por uma fonte de luz banda larga. Uma faixa estreita do espectro de luz, centrada no comprimento de onda de Bragg λ_B , é refletida, e o restante do espectro é transmitido.

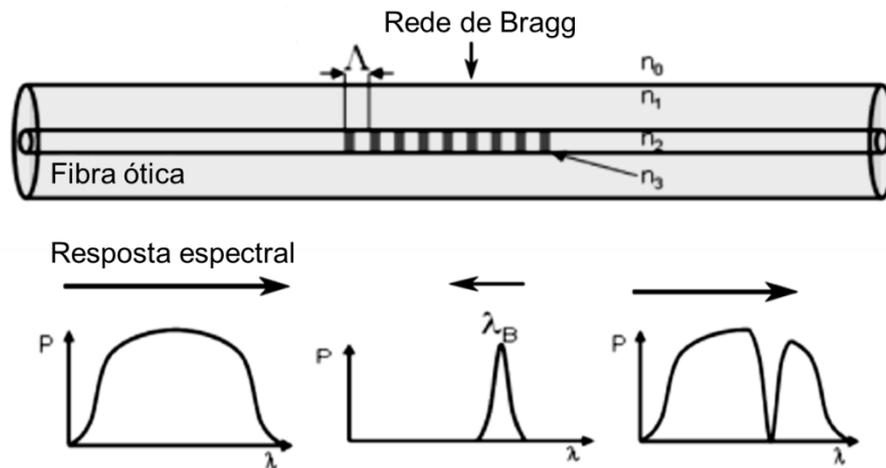


Figura 2 – Esquema do princípio de operação de uma rede de Bragg em fibra ótica. Uma faixa estreita do espectro, centrada no comprimento de onda de Bragg λ_B é refletida, e o restante é transmitido.

O acoplamento entre os modos somente ocorre quando a condição de casamento de fase é satisfeita, ou seja, quando ocorre sincronismo de fase e superposição suficiente dos modos na região onde estão as redes de difração. A

condição de casamento de fase, que garante uma troca coerente de energia entre modos é dada por (HILL; MELTZ, 1997):

$$\eta_{eff} - \frac{\lambda_B}{\Lambda_z} = \eta'_{eff} \quad (\text{Equação 8})$$

em que, η_{eff} é o índice de refração modal efetivo da onda incidente, η'_{eff} é o índice de refração efetivo do modo para o qual a energia é acoplada na rede, λ_B é o comprimento de onda de ressonância e Λ_z é o período espacial da modulação do índice de refração ao longo da fibra. O índice de refração efetivo define o índice de refração para cada modo de propagação. Para FBG as magnitudes das constantes de propagação são as mesmas, porém com sinais contrários, assim pode-se determinar o comprimento de onda refletido ressonante do modo de índice η_{eff} acoplado ao modo de índice η'_{eff} .

A expressão geral da condição de Bragg de primeira ordem é dada então pela relação:

$$\lambda_B = 2\eta_{eff}\Lambda \quad (\text{Equação 9})$$

em que o comprimento de onda central da banda refletida, λ_B está relacionado com a periodicidade espacial da modulação do índice de refração, Λ e com o índice de refração efetivo do núcleo, n_{eff} .

2.3.2 Métodos de Gravação de uma FBG

Uma das técnicas mais eficazes e práticas aplicadas na produção de redes de Bragg é a técnica interferométrica baseada na iluminação direta de uma máscara de fase (OTHONOS, 1997). A máscara de fase é uma rede de difração de transmissão em fase. As máscaras são produzidas com uma profundidade das ranhuras adequada para o comprimento de onda UV usado de tal forma que a intensidade na ordem zero seja minimizada. Tipicamente a ordem zero carrega menos do que 3% da potência transmitida e as ordens -1 e +1 em torno de 40%.

A produção da FBG é feita pelo posicionamento da fibra próxima a máscara, na região de sobreposição das ordens -1 e +1 de difração. O padrão de interferência gerado modula o índice de refração da fibra dando origem a FBG. A Figura 3 exemplifica a utilização da máscara para gravação de uma FBG.

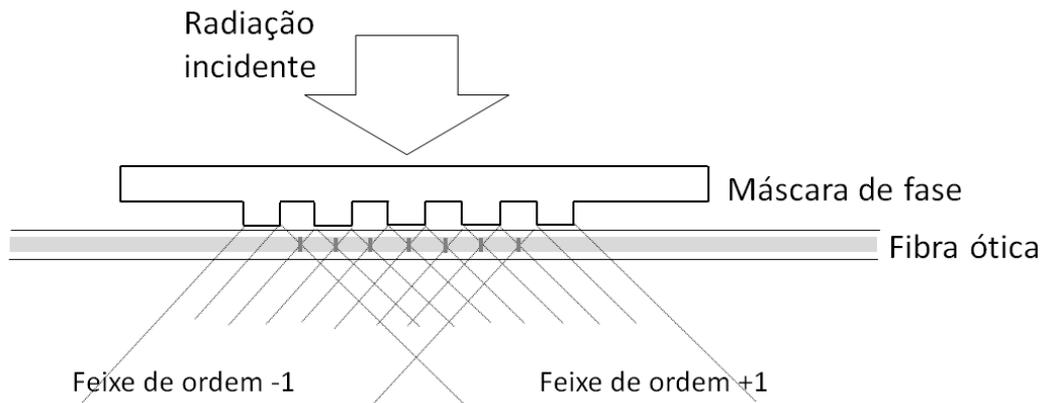


Figura 3 – Esquema de utilização de máscara de fase na inscrição de uma FBG.

Nessa técnica, 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 óptica. O comprimento de onda de ressonância da FBG está relacionado ao comprimento de onda da radiação incidente e ao ângulo de difração dos feixes (OTHONOS, 1999).

$$\lambda_B = \frac{\eta_{eff}\lambda_w}{\text{sen}(\varphi)} \quad (\text{Equação 10})$$

em que λ_B é o comprimento de onda de Bragg, η_{eff} é o índice de refração efetivo do núcleo da, λ_w é o comprimento de onda da radiação incidente e φ é o ângulo de difração da ordem 1.

Ao substituir a equação (9) na equação (10) encontra-se uma relação entre o período espacial da rede de Bragg (Λ), o comprimento de onda da radiação incidente e o ângulo de difração dos feixes.

$$\Lambda = \frac{\lambda_w}{2\text{sen}(\varphi)} \quad (\text{Equação 11})$$

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

$$\Lambda_{mf} = \frac{m\lambda_{uv}}{\text{sen}(\theta_m/2) - \text{sen}\theta_i} \quad (\text{Equação 12})$$

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

Quando a radiação incide perpendicularmente à máscara de fase ($\theta_i = 0$), ao substituir a equação (11) na equação (12), constata-se que a periodicidade espacial da rede de Bragg inscrita com uma máscara de fase terá comprimento equivalente a metade do período da máscara e este período é independente do comprimento de onda da radiação incidente:

$$\Lambda = \frac{\Lambda_{mf}}{2} \quad (\text{Equação 13})$$

Portanto, este método não permite a gravação de redes com diferentes comprimentos de onda de ressonância utilizando-se a mesma máscara de fase.

Uma técnica de gravação mais flexível utiliza um interferômetro de Talbot modificado para produzir as redes. O interferômetro emprega dois espelhos planos móveis que fazem a recombinação, na região da fibra, das ordens +1 e -1, difratadas por uma máscara de fase. Por meio da rotação dos espelhos é possível ajustar o ângulo entre os feixes interferentes e, portanto, a separação entre as franjas de interferência do padrão. Com essa técnica é possível escrever redes de Bragg com diferentes comprimentos de onda de ressonância.

2.4 SENSIBILIDADE DA FBG À DEFORMAÇÃO LONGITUDINAL E A TEMPERATURA

O índice de refração efetivo, assim como a periodicidade entre os planos da rede podem ser afetados por deformações mecânicas ou variações térmicas, variando assim, a posição relativa do espectro de reflexão da rede de Bragg. Este fenômeno faz com que a FBG possa ser utilizada como elemento sensor de deformação e temperatura. Diferenciando a condição de Bragg, equação (9), em relação à temperatura (T) e a deformação (l), chega-se à expressão matemática que fornece o deslocamento do comprimento de onda ressonante de Bragg devido às variações térmicas e deformações mecânicas (OTHONOS, 1997):

$$\Delta\lambda_B = 2 \left(\Lambda \frac{\partial\eta_{eff}}{\partial l} + \eta_{eff} \frac{\partial\Lambda}{\partial l} \right) \Delta l + 2 \left(\Lambda \frac{\partial\eta_{eff}}{\partial T} + \eta_{eff} \frac{\partial\Lambda}{\partial T} \right) \Delta T \quad (\text{Equação 14})$$

em que, l é o comprimento da FBG e T é a temperatura. O termo $\frac{\partial\eta_{eff}}{\partial l}$ reflete as propriedades elasto-ópticas da fibra (variação de índice de refração induzido por efeitos de deformação). Enquanto o termo $\frac{\partial\eta_{eff}}{\partial T}$ reflete o efeito da temperatura, relacionando propriedades termo-ópticas (mudança de índice de refração devido à temperatura). Os termos $\frac{\partial\Lambda}{\partial l}$ e $\frac{\partial\Lambda}{\partial T}$ refletem deformações mecânicas e térmicas da sílica, à deformação e à temperatura, respectivamente. Pode-se determinar assim que uma variação em $\Delta\lambda_B$ é consequência da soma das perturbações térmicas e mecânicas, não distinguindo qual a contribuição de cada efeito que está acontecendo sobre a rede de Bragg. Um modo simples para resolver este problema de sensibilidade cruzada é utilizar dois elementos sensores diferentes, em que um deles é isolado de variações de deformação e experimenta somente a temperatura e o segundo está sujeito a deformações e temperatura.

A sensibilidade das redes de Bragg à deformação longitudinal, ou seja, dilatação ou compressão é expressa quantitativamente por (HILL; MELTZ, 1997).

$$\frac{\delta\lambda_B}{\lambda_B} = \varepsilon_l - \left(\frac{n_{eff}^2}{2}\right) [p_{11}\varepsilon_t + p_{12}(\varepsilon_l + \varepsilon_t)] \quad (\text{Equação 15})$$

em que estão relacionadas às 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). Se a tensão é homogênea e isotrópica, então a equação (8) pode ser simplificada para uma forma mais comum:

$$\frac{\delta\lambda_B}{\lambda_B} = [1 - p_e]\varepsilon \approx 0,78\varepsilon \quad (\text{Equação 16})$$

em que se incorporam as contribuições elasto-óticas (p_e), definidas por:

$$p_e = \left(\frac{\eta_{eff}^2}{2}\right) [p_{12} - \nu(p_{11} + p_{12})] \quad (\text{Equação 17})$$

em termos do coeficiente de Poisson (ν).

Para o caso da aplicação de tração na fibra, 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 do distanciamento dos planos da rede de Bragg. Quando a fibra está sujeita a compressão, a variação do comprimento de onda será para menores valores, devido ao efeito inverso, resultado da compressão sobre a rede de Bragg.

A sensibilidade das redes de Bragg à temperatura, e o deslocamento em comprimento de onda pode ser expresso por (OTHONOS, 1997):

$$\Delta\lambda_B = \lambda_B(\alpha_\Lambda + \alpha_n)\Delta T \quad (\text{Equação 18})$$

em que $\alpha_\Lambda = \left(\frac{1}{\Lambda}\right)\left(\frac{\partial\Lambda}{\partial T}\right)$ é o coeficiente de expansão térmica, aproximadamente $0,55 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ para sílica e a quantidade $\alpha_n = \left(\frac{1}{\eta_{eff}}\right)\left(\frac{\partial\eta_{eff}}{\partial T}\right)$ representa o coeficiente termo-ótico que possui valor aproximados de $8,3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ para fibras de sílica com

o núcleo dopado com germânio. Claramente se observa que a variação do índice de refração é dominada pelo efeito termo-ótico, sendo o principal responsável pelo deslocamento no comprimento de onda de ressonância.

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 $1 \mu\epsilon$ 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. Para medidas em polímeros a sensibilidade à deformação é o parâmetro mais significativo quando se deseja medir as variações mecânicas durante a sua secagem, já que estas deformações são decorrentes de processos físicos que ocorrem no filme. Assim, quanto maior a sensibilidade da rede a este parâmetro, melhor será a qualidade da medida.

No entanto, deve-se levar em consideração, que uma grandeza física experimental é determinada através de uma medição e o resultado é sempre uma aproximação do valor verdadeiro (VUOLO, 2002; POSSETTI, 2012). Assim, a análise das incertezas associadas ao uso da FBG como transdutor de temperatura e deformação deve ser realizada.

Essas incertezas são atribuídas a erros aleatórios e sistemáticos. O erro aleatório é tal que nos n resultados de uma grandeza ele se distribui em torno do valor verdadeiro e ocorrem por fatores que não podem ser controlados, pois se devem ao próprio processo de medida, como por exemplo, correntes de ar ou vibrações do solo, que podem ser minimizadas, mas não são totalmente controladas. O erro sistemático é sempre o mesmo em todas as n medidas e é atribuído à fatores ambientais, como temperatura, pressão, umidade, que são erros que podem ser reduzidos ou totalmente anulados. Em geral se os fatores ambientais forem controlados ou medidos por outros equipamentos, este tipo de erro pode ser eliminado do resultado final (VUOLO, 2002).

Geralmente os dois tipos de erros acontecem simultaneamente. E quando não é possível eliminar as fontes de erro a solução pode ser repetir várias vezes uma medição, a fim de que o valor médio resulte em um erro estatístico menor. Isto

permite avaliar a incerteza no resultado final, a partir da própria flutuação estatística que ocorre nos resultados.

2.5 SENSORES BASEADOS EM FBG

Em geral, dispositivos de transdução óticos são fabricados com materiais totalmente dielétricos, que são quimicamente inertes. O fato dos sensores a fibra ótica serem totalmente imunes a qualquer tipo de interferência eletromagnética é outra vantagem, além de serem biocompatíveis e suportarem temperaturas relativamente altas graças ao alto ponto de fusão da fibra. Graças ao pequeno tamanho, transdutores leves podem ser feitos, o que é importante quando se deseja uma tecnologia optoeletrônica integrada. (LÓPEZ-HIGUERA, 1998)

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

Quando modulados em intensidade, a magnitude da radiação ótica varia de acordo com valores do mensurando. Mudanças de intensidade ótica são fáceis de detectar e assim estes sensores são de fácil reprodução e conceitualmente simples. Porém perdas da intensidade luminosa, decorrentes das deformações ocorridas na fibra ótica, e/ou devido à propagação do feixe de luz ao longo da fibra e dos componentes óticos, somado às flutuações de intensidade inerentes da fonte ótica, podem incorporar 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 espectroscópicos são aqueles nos quais o mensurando altera as características espectrais da luz propagada. As redes de Bragg são classificadas como sensores espectroscópicos e sua decodificação pode ser feita em comprimento de onda evitando assim efeitos cruzados resultantes de flutuações de

intensidade da fonte luminosa. Além disso, as redes de Bragg possuem alta sensibilidade, capacidade de multiplexação, larga faixa dinâmica e perdas baixas.

2.6 POLÍMEROS

A palavra “polímero” vem do grego “muitos membros”. Estritamente falando, isso pode ser aplicado a qualquer molécula que é formada por um número relativamente grande de pequenas unidades, ou *meros*, entretanto é mais comum utilizar esta denominação a materiais em que os meros estão unidos por ligações covalentes, ou seja, elétrons compartilhados (ROSEN, 1971).

O conceito de polímeros e macromoléculas se confunde. Quando as moléculas se tornam muito grandes, com o número de átomos encadeado superior a uma centena, mas podendo atingir um valor ilimitado, dá-se o nome de *macromoléculas*. Os polímeros são macromoléculas e possuem tamanho, estrutura química e interações intra-moleculares e intermoleculares, que os caracterizam. Suas unidades químicas, ou meros, são ligadas por covalências e se repetem regularmente. No entanto, não são produtos homogêneos e sim uma mistura de moléculas com pesos variados. Quando possui um tipo de mero, chama-se homopolímero e quando há dois ou mais de um tipo, denomina-se copolímero (MANO; MENDES, 1999).

Os polímeros ocorrem naturalmente como constituintes de organismos vivos, como celulose e proteínas. No entanto, a atenção aqui estará voltada aos polímeros sintéticos, em particular tinta látex e verniz acrílico.

A tinta é uma suspensão de partículas de pigmentos sólidos em uma fase líquida (o veículo) que quando aplicado sobre uma superfície, se seca, para assim formar um filme sólido. No filme de tinta seco o pigmento está disperso em uma matriz contínua (aglutinante) que é invariavelmente polimérica. (HALL, 1991).

A seleção dos materiais que juntos formam a tinta, com as suas características próprias, irá afetar e definir sua estabilidade, características de

aplicação, de manipulação e desempenho. Esses materiais são: resinas, pigmentos, solventes e aditivos (TALBERT, 2008).

A resina é o componente que identifica a tinta e forma o filme. Podem ser mutáveis, que sofrem uma reação de polimerização para formar um filme sólido quando aplicada em um substrato; ou não mutáveis, quando a resina está dispersa em um solvente que evapora depois da aplicação, deixando um filme coerente sobre a superfície. A mais popular na indústria de coberturas líquidas são as resinas acrílicas por sua versatilidade e geralmente são manufaturadas diretamente na forma de solução aquosa de látex (TALBERT, 2008). Assim, o aglutinante neste tipo de tinta é uma emulsão de aglutinante em água.

O aglutinante é selecionado para promover principalmente força mecânica e resistência à abrasão, sobre uma faixa de temperatura adequada à aplicação, desempenho adequado sobre situações de intemperismo, resistência a ataque químico e propriedades óticas de índice de refração e transparência (HALL, 1991).

Os pigmentos são partículas sólidas dispersas na tinta e fornecem características de cor, opacidade, durabilidade, resistência mecânica e proteção à corrosão do substrato. Podem ser orgânicos ou inorgânicos. E além dos pigmentos ainda se pode ter aditivos que modificam a fluidez e as propriedades mecânicas da tinta, assim como a sua permeabilidade, brilho e nivelamento do filme (TALBERT, 2008). Um verniz é simplesmente uma tinta não pigmentada (HALL, 1991). Outros componentes são adicionados ainda para melhorar a qualidade dos filmes, diminuindo a formação de bolhas e proliferação de micro-organismos (STEWART; HEARN; WILKINSON, 2000).

O solvente é um líquido puro ou uma mistura, que é utilizado para tornar a tinta fluída antes da aplicação. Na fase líquida o veículo deve ser capaz de formar uma dispersão estável com o pigmento, ter viscosidade adequada e mostrar uma taxa de secagem satisfatória. A água é um solvente inorgânico (HALL, 1991).

Quando a água evapora de uma dispersão de látex, um filme transparente (quando não há adição de pigmento) é formado, se a temperatura for adequada. A temperatura mínima de formação do filme (MFFT) é uma quantidade crucial para que ocorra deformabilidade das partículas durante a secagem do filme e está relacionado com a temperatura de transição vítrea (T_g) do látex, (WINNIC, 1997).

Polímeros com baixo T_g tem superfície pegajosa. Solventes voláteis são introduzidos na formulação dos polímeros quando a T_g é muito alta, para resolver problemas de plastificação, principalmente em soluções à base de água, por causa do seu alto calor latente de evaporação (STEWART; HEARN; WILKINSON, 2000).

2.7 SECAGEM DE FILMES POLIMÉRICOS

Uma área importante de pesquisa na área dos polímeros são os estudos da formação de um filme polimérico e suas propriedades. As coberturas de filmes látex tem grande proporção comercial, por este motivo tem alcançado grande desenvolvimento nos anos recentes, com novos avanços em técnicas instrumentais para seu estudo (WINNIC, 1997). Desenvolvendo e avaliando segundo suas características físico-químicas, reológicas e de aparência, monitorando a coalescência das partículas e a interdifusão das cadeias poliméricas com grande detalhe.

Nas tintas látex o filme é formado pela coalescência das partículas poliméricas como consequência da evaporação da água. O polímero por si só não é solúvel em água, portanto, enquanto as partículas individuais não estão coalescidas, diz-se que elas estão dispersas em água. A fim de que as partículas formem um filme com a evaporação da água, o polímero tem que ser deformável sob a ação da força de tensão superficial (ROSEN, 1971).

Steward, Hearn e Wilkinson (2000) em um *Review article*, consideraram o processo de secagem complicado, por ser não uniforme, com diferentes áreas secando em diferentes taxas. Também ponderaram, baseados em recentes trabalhos, que o mecanismo de formação de filme de látex acontece em três estágios.

Estágio I – evaporação da água pela superfície e concentração dos sólidos. Consiste de uma fase aquosa que dura até que o polímero tenha atingido 60 a 70% do seu volume. Inicialmente as partículas estão em movimento Browniano até que

as camadas sofrem uma interação significativa em um ponto crítico de evaporação da água (WINNIC, 1997). A Figura 4 representa esta fase.

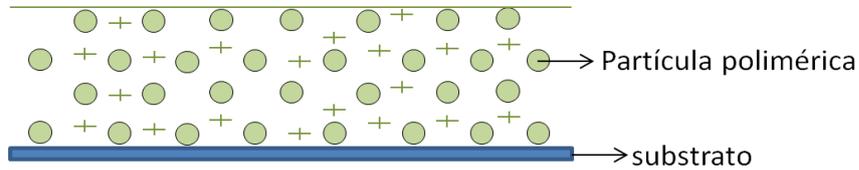


Figura 4 – Desenho esquemático de uma fina camada de filme polimérico logo após sua deposição sobre um substrato.

Estágio II – Partículas em contato irreversível e ação da tensão superficial e capilaridade. A razão da evaporação nesta fase torna-se constante, com taxa global menor. Ocorre então o fenômeno da coalescência, ou seja, com a saída de água as partículas tendem a aproximar-se e se fundirem, como indicado na Figura 7. Este processo é irreversível (WINNIC, 1997).

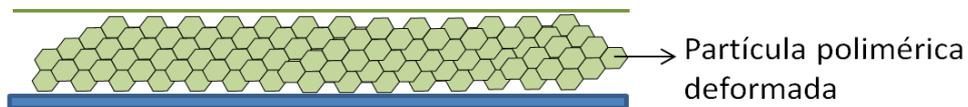


Figura 5 – Desenho esquemático de uma fina camada de tinta látex após a evaporação da água.

Estágio III – Formação do filme contínuo (Figura 6). Neste período a taxa de evaporação de água é baixa e a interface das partículas fica menos distinta. O filme se torna homogêneo e ganha suas características finais com a interdifusão das cadeias poliméricas (WINNIC, 1997).

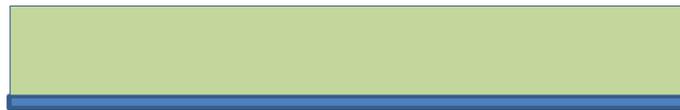


Figura 6 – Desenho esquemático da formação de um filme polimérico contínuo e uniforme.

3 METODOLOGIA

3.1 FABRICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG

As FBGs foram gravadas em fibra ótica monomodo padrão usada em telecomunicações (Furukawa). A técnica de gravação foi a interferométrica utilizando máscara de fase iluminada diretamente por um laser de excímero (Coherent, Xantos XS – KrF, operando em 248 nm). A Figura 7 apresenta um diagrama do sistema utilizado.

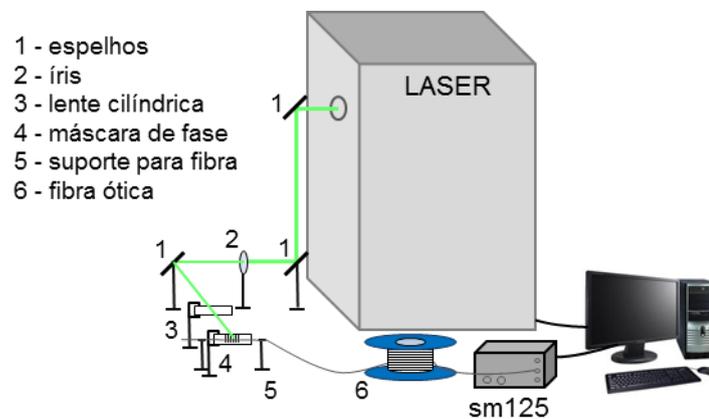


Figura 7 – Desenho esquemático do sistema de leitura e gravação de FBGs pelo método de iluminação direta sobre a máscara de fase.

O feixe de luz emitido é desviado por dois espelhos fixos para que o feixe fique paralelo à mesa de trabalho na altura desejada. Após os espelhos, uma íris (diafragma ajustável) controla o seu diâmetro, parâmetro que determina o comprimento da rede que será gravada, além de selecionar a região de melhor qualidade espacial do espectro do feixe do laser.

O feixe é desviado novamente com a utilização de outro espelho que o direciona para uma lente cilíndrica (Zylinderl. 310/60x50). Após atravessar a máscara de fase, um padrão de interferência é produzido pela sobreposição dos feixes difratados, em uma região próxima da máscara de fase, este padrão de interferência é focalizado pela lente cilíndrica no núcleo da fibra, resultando em uma modulação espacial do índice de refração da fibra.

As redes de Bragg foram gravadas usando quatro diferentes máscaras de fase (Ibsen) com períodos de 1068,5; 1064,5; 1062,5 e 908,5 nm trabalhando com energia de 7; 4,5; 8 e 8 mJ por pulso (medida na saída do laser), respectivamente. A frequência foi de 300 Hz por aproximadamente 5 minutos. O tempo de gravação foi determinado pela observação da formação da rede de Bragg acompanhada pelo interrogador SM125 (Optical Sensing Interrogator – sm125, Micron Optics, com estabilidade em comprimento de onda de 5 pm), dispositivo utilizado para a aquisição e o processamento dos sinais oriundos da FBG, ligado a um computador. As FBGs produzidas têm um comprimento estimado de 3 mm, devido à abertura da íris.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DAS REDES DE BRAGG

3.2.1 Sensibilidade à Variação de Temperatura

Nesse experimento, a fibra que continha a FBG foi conectada a um LED superluminescente (Superlum, Pilot-2, 1445-1645 nm), que funcionava como fonte luminosa, e a um interrogador ótico (I-MON E 512D, Ibsen, operando entre 1520 a 1590 nm com resolução menor do que 0,5 pm) com o auxílio de um circulador. A extremidade da fibra em que estava grava a FBG foi imersa dentro de um tubo de ensaio contendo água potável, que por sua vez foi colocado dentro do banho térmico (Lauda RE 212, com resolução de 0,01 °C). A variação de temperatura foi controlada pelo próprio sistema do banho térmico e um termopar auxiliou na verificação da temperatura tanto da água do banho quanto do tubo de ensaio que continha a fibra. Com os valores da temperatura estabilizados, o valor do comprimento de onda de Bragg da FBG pôde ser determinado por observação no sistema de aquisição do interrogador ótico. A temperatura foi variada de $(10,00 \pm 0,01)$ °C a $(60,00 \pm 0,01)$ °C em intervalos de 5,0 °C. Foram realizados três ciclos térmicos para se avaliar as medições em condição de reprodutibilidade, ou seja, a concordância entre resultados de medições realizadas em diferentes condições (VUOLO, 2002), neste caso, em diferentes rampas de aquecimento.

A partir dos dados coletados um tratamento estatístico foi realizado a fim de se determinar a sensibilidade térmica do transdutor e sua respectiva faixa de erro. Os cálculos foram realizados com o programa computacional *Origin®*, usando os valores experimentais coletados durante a tomada de dados.

O valor médio dos resultados obtidos através dos três ciclos de medidas foi calculado, assim como o desvio padrão da média (σ_m), pelo programa *Origin®*. As incertezas associadas com as características de cada equipamento (σ_r) são calculadas através da relação abaixo.

$$\sigma_r = \frac{L_r}{2\sqrt{3}} \quad (\text{Equação 19})$$

em que L_r é o limite de erro do equipamento.

Para o interrogador ótico utilizado (I-MON) a resolução é menor que 0,5 pm e para o banho térmico a resolução é de 0,01 °C. O termopar foi utilizado apenas para verificação da temperatura dentro e fora do tubo de ensaio, portanto não entrou nesta análise. Sendo que a incerteza encontrada em comprimento de onda (em nm) compõe a incerteza combinada padrão no eixo das ordenadas e a incerteza na temperatura (em °C) compõe a incerteza combinada padrão no eixo das abscissas. No entanto, esta incerteza na abscissa precisa ser rebatida para o eixo das ordenadas e expressar uma incerteza em nm, neste caso através da expressão:

$$\sigma_T' = \sigma_T \times S_{inicial} \quad (\text{Equação 20})$$

em que (σ_T') expressa o valor de incerteza na temperatura expressa em unidade de comprimento de onda, (σ_T) é a incerteza na temperatura em (°C) e ($S_{inicial}$) é a sensibilidade inicial, que é dada pelo coeficiente angular da reta ajustada à média dos dados experimentais sem considerar o erro experimental.

Após todos estes resultados a incerteza padrão final foi calculada através da equação abaixo.

$$\sigma = \sqrt{\sigma_m^2 + \sigma_r^2 + \sigma_T'^2} \quad (\text{Equação 21})$$

Este valor de incerteza foi utilizado como barra de erro na curva formada pelo valor médio dos três ciclos realizados em condições reprodutibilidade. Com isto, a sensibilidade foi encontrada a partir do ajuste linear aos pontos experimentais, levando em conta as barras de erros e realizada pelo programa *Origin®*.

A linearidade (maior desvio experimental com relação à curva de calibração) também é um fator importante quando o sensor é utilizado na prática, pois define a maior variação do valor real para o teórico. Este valor foi obtido olhando diretamente os dados do ajuste linear fornecidos pelo *Origin®*.

Por fim a resolução do sensor foi obtida pela equação 22.

$$R_{sensor} = (resolução\ do\ interrogador) / Sensibilidade \quad (Equação\ 22)$$

3.2.2 Sensibilidade à Deformação Longitudinal

Para saber a resposta das FBGs gravadas, à deformação longitudinal, o arranjo experimental da Figura 8 foi utilizado. Uma rede com comprimento ressonante de Bragg em $(1538,5 \pm 0,5)$ nm foi empregada para servir de referência a todas as redes gravadas em condições semelhantes.

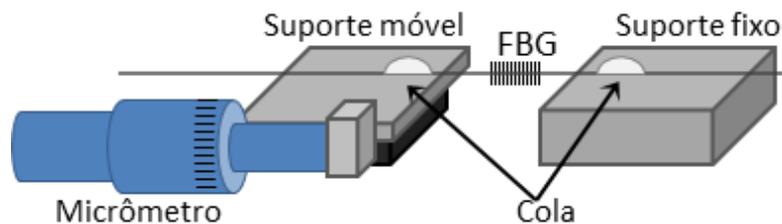


Figura 8 – Desenho esquemático do sistema de variação do comprimento da fibra.

Para realização do experimento, a fibra que continha a FBG foi conectada a um LED superluminescente (Superlum, Pilot-2, 1445-1645 nm), que funcionava como fonte luminosa, e a um interrogador ótico (I-MON E 512D, Ibsen, operando entre 1520 a 1590 nm com resolução menor do que 0,5 pm) com o auxílio de um circulador. A extremidade da fibra não conectorizada foi colada ao sistema de

variação do comprimento, deixando 24,55 mm da fibra, incluindo a região em que estava gravada a FBG, livre para sofrer a deformação. O comprimento foi variado manualmente, observando a escala gravada no micrômetro que movimenta um dos apoios em que a fibra está colada. A cada intervalo de deformação, o valor do comprimento de onda de Bragg da FBG foi determinado por observação no sistema de aquisição do interrogador ótico. A variação de comprimento do trecho livre foi efetuada com passos de 0,01 mm a uma temperatura ambiente de $(18,0 \pm 1,0) ^\circ\text{C}$. Este procedimento foi repetido quatro vezes em condição de reprodutibilidade.

Os dados coletados foram transcritos para um programa computacional, *Origin®*, e um tratamento estatístico foi realizado a fim de se determinar a sensibilidade à deformação do transdutor e sua respectiva faixa de erro.

O valor médio dos resultados obtidos por meio dos quatro ciclos de deformação longitudinal foi calculado, assim como o desvio padrão da média (σ_m) pelo programa *Origin®*. Uma tabela foi criada no programa para que as incertezas associadas com as características de cada equipamento fossem calculadas pela equação 19. Para o interrogador ótico utilizado (I-MON) a resolução é menor que 0,5 pm e para o micrômetro a resolução é de 0,01 mm. Um paquímetro com resolução de 0,05 mm foi utilizado para se fazer a medida do comprimento inicial da porção livre da fibra.

Assim, calculou-se o deslocamento relativo em microstrain pela razão $(\Delta d/d_{inicial})$ (valores variados durante a deformação longitudinal da fibra pelo seu comprimento inicial) e a incerteza combinada desses valores foi obtida pela equação 23.

$$\sigma_c = \frac{\Delta d}{d_{inicial}} \sqrt{\left(\frac{\sigma_{\Delta d}}{\Delta d}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{d_{inicial}}}{d_{inicial}}\right)^2} \quad (\text{Equação 23})$$

em que $\sigma_{\Delta d}$ e $\sigma_{d_{inicial}}$ são as incertezas na determinação da deformação longitudinal e do comprimento inicial. Estas incertezas são calculadas pelas expressões abaixo fazendo a combinação da incerteza estatística estimada e da incerteza fornecida pelo limite de erro dos equipamentos.

$$\sigma_{r-paq} = \frac{0,05}{2\sqrt{3}} \quad \sigma_{e-paq} = \frac{0,05}{3} \quad \sigma_{d_{inicial}} = \sqrt{\sigma_{r-paq}^2 + \sigma_{e-paq}^2} = 0,022 \text{ mm} \quad (\text{Equação 24})$$

$$\sigma_{r-micr} = \frac{0,01}{2\sqrt{3}} \quad \sigma_{e-micr} = \frac{0,01}{3} \quad \sigma_{d_{inicial}} = \sqrt{\sigma_{r-micr}^2 + \sigma_{e-micr}^2} = 0,0044 \text{ mm (Equação 25)}$$

A incerteza na determinação da deformação relativa precisa ser transformada em uma incerteza expressa em unidades de comprimento de onda (σ_c'), sendo que:

$$\sigma_c' = \sigma_c \times S_{inicial} \quad (\text{Equação 26})$$

Após encontrar estes valores, a incerteza padrão final pôde ser calculada através da equação 27 levando em conta o desvio padrão do valor médio (σ_m), a resolução do interrogador ($\sigma_{interrogador}$) e a incerteza na medição da deformação relativa (σ_c').

$$\sigma = \sqrt{\sigma_m^2 + \sigma_c'^2 + \sigma_{interrogador}^2} \quad (\text{Equação 27})$$

A incerteza (σ) foi utilizada como barra de erro na curva formada pelo valor médio dos quatro ciclos realizados pelo valor do deslocamento relativo em $\mu\epsilon$. Com isto a sensibilidade foi encontrada a partir do ajuste linear aos pontos experimentais, levando em conta as barras de erros, pelo programa *Origin*®. A linearidade foi obtida pela observação dos resultados do ajuste linear e a resolução do sensor foi calculada equação 22.

3.3 ENSAIOS PRELIMINARES DA APLICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG COMO SENSOR DE DEFORMAÇÃO DE POLÍMEROS

A fim de encontrar o melhor método de sensoriamento capaz de monitorar as deformações internas sofridas por um filme polimérico durante seu processo de secagem, foram inicialmente realizados diferentes testes. Como a fibra ótica tem a propriedade de ser quimicamente inerte às soluções de tinta e verniz, o dispositivo sensor baseado em FBG possui a vantagem de poder ser embebido diretamente na amostra. Porém é necessário que o polímero tenha aderência suficiente à superfície

da fibra para que o transdutor possa medir as deformações mecânicas do filme durante a secagem.

Os testes realizados foram os seguintes:

- 1 O primeiro teste consistiu em aplicar sobre a fibra ótica, na qual estava gravada uma FBG, uma camada de tinta látex comercial e monitorar o comprimento de onda ressonante de Bragg, durante o tempo de secagem de 4 horas. A deposição de uma fina camada de tinta látex com um pincel sobre a fibra ótica produziu a formação de um filme fino e de fácil remoção, porém frágil e quebradiço. Apesar de apresentar certa aderência, os deslocamentos em comprimento de onda da FBG ao longo do tempo não puderam ser associados às deformações mecânicas do filme. Ao longo do processo de secagem, o filme apresentava rachaduras e problemas de aderência sobre o substrato inicialmente utilizado (lâmina de vidro) que influenciaram os resultados ocasionando problemas de reprodutibilidade.
- 2 Um segundo teste foi realizado empregando duas FBGs gravadas em um mesmo segmento de fibra, separadas por aproximadamente 5 mm e com comprimentos de onda de ressonância de 1540 nm e 1308 nm, como na montagem proposta por Xu et al., (1994). Nessa configuração as duas FBGs sujeitas a variações de temperatura e tensão foram monitoradas simultaneamente. A proposta era identificar os efeitos de tensão e temperatura separadamente, uma vez que as FBGs em comprimentos de Bragg diferentes tem também diferentes sensibilidades a parâmetros externos. Neste teste, os dados foram coletados por 4 horas, tempo para secagem de uma única cobertura da tinta látex comercial segundo o fabricante. No entanto, não foi possível separar efeitos de variação de temperatura e deformação usando este sistema.
Tanto os valores próximos de sensibilidade das FBGs à deformação e à temperatura quanto o fato do uso de redes de Bragg em comprimentos diferentes exigir o emprego de interrogadores diferentes (OSA e I-MON) podem ter ocasionado a dificuldade de análise dos dados.
- 3 Num passo seguinte foi realizada uma montagem experimental em que duas FBGs com comprimentos de onda diferentes, porém próximos, de $(1538,5 \pm 0,5)$ nm e $(1540,0 \pm 0,5)$ nm a 22 °C, foram gravadas em

segmentos de fibra separados. No ensaio experimental uma das FBGs foi embebida na camada de polímero estando, portanto, sujeita a variações de tensão mecânica e de temperatura decorrentes do processo de secagem. A outra FBG foi posicionada próxima ao polímero, porém sem entrar em contato com o mesmo, sendo assim empregada na medição da temperatura na proximidade do filme polimérico. Apesar de os resultados obtidos terem apontado a viabilidade da montagem, os problemas de reprodutibilidade continuaram a ocorrer devido à fragilidade do filme de tinta látex formado.

Sendo assim, numa etapa seguinte optou-se pela utilização de um verniz acrílico comercial capaz de produzir um filme mais resistente, que não apresenta rachaduras e que possui boa aderência a fibra ótica.

Em todos os testes os equipamentos utilizados foram um interrogador ótico (IMON E 512D, Ibsen, operando entre 1520 a 1590 nm) e em um LED (*Superlum, Pilot-2* com comprimento de onda entre 1520 e 1570 nm). No primeiro teste os equipamentos estavam conectados a rede que continha a FBG por um circulador. No segundo experimento, na falta de um segundo interrogador dinâmico, um analisador de espectro ótico (OSA – *Optical Spectrum Analyser, Anritsu, MS9710B*, abrangendo uma faixa de comprimento de onda entre 600 nm e 1750 nm), foi utilizado para monitorar a segunda FBG ligada a um circulador que conectou o analisador de espectros óticos e outro LED (*Superlum, Pilot-2* com operação na faixa de comprimentos de onda de $1293,1 \pm 48,0$ nm). E no terceiro caso os equipamentos foram conectados aos dois segmentos de fibra por um acoplador 2x2.

O aprimoramento da montagem experimental também exigiu a realização de testes com o intuito de escolher o substrato adequado sobre o qual o filme era depositado.

Nos primeiros ensaios a fibra foi apoiada em uma lâmina de vidro e posteriormente uma camada do polímero foi aplicada cobrindo a fibra e a lâmina. Observou-se que o filme do polímero, após um período de secagem inicial, aderiu à fibra, ocasionando os deslocamentos do comprimento de onda de Bragg observados. Porém, após uma espera maior no tempo de secagem, as variações mecânicas cessavam, dando a falsa impressão de que o filme estava completamente seco. A repetição dos ensaios e a análise mais detalhada dos dados obtidos mostraram que a grande aderência do filme de polímero a lâmina de vidro

usada como substrato, impediu que a fibra detectasse de forma eficiente as deformações do polímero, depois de transcorrido o período inicial de secagem. Portanto, o substrato empregado não deve interferir nos movimentos intrínsecos do filme polimérico durante todo o processo de secagem. A solução encontrada foi o emprego de uma folha plástica rígida de acetato, utilizada geralmente na confecção de transparências para retroprojeto. Este substrato atendeu as especificações descritas acima, permitindo ainda a retirada do filme polimérico após a secagem.

Além da tinta látex também foi usado um verniz acrílico comercial para uso em coberturas artesanais. Os testes mostraram que o verniz à base de água teve a aderência necessária a sílica da fibra ótica descascada. Apesar de apresentar a formação de pequenas bolhas, vistas a olho nu, não trincava ou descolava com o passar do tempo de secagem analisado. Além disso, houve reprodutibilidade nos resultados obtidos com o verniz.

3.4 CONFIGURAÇÃO EXPERIMENTAL FINAL DA APLICAÇÃO DAS REDES DE BRAGG COMO SENSOR

Após a escolha do substrato e a definição da metodologia experimental a ser empregada e do posicionamento da fibra para medição de temperatura, passou-se a etapa de montagem da configuração experimental final.

Nesta configuração duas redes de Bragg, FBG1 e FBG2, com comprimentos de onda de ressonância, à temperatura de 22 °C, de $(1538,5 \pm 0,5)$ nm e $(1540,0 \pm 0,5)$ nm, respectivamente, foram empregadas como sensores. O LED (*Superlum, Pilot-2* com comprimento de onda entre 1520 e 1570 nm), o interrogador ótico (Ibsen, I-MON E 512D, operando entre 1520 a 1590 nm) e as duas fibras nas quais estão gravadas as redes FBG1 e FBG2 foram ligados por meio de um acoplador 2x2. A FBG2 foi coberta com a camada de verniz e a FBG1 foi mantida fora do verniz a uma distância de aproximadamente 1 cm, para acompanhamento da temperatura.

Depois de posicionada sobre o substrato, uma das extremidades da fibra contendo a FBG2 era presa, enquanto que a porção livre da fibra circundava uma polia. Uma massa de 5 gramas era presa a esta extremidade. Este procedimento foi adotado para que a fibra não sofresse curvaturas devido às deformações mecânicas

sofridas pelo verniz, o que comprometeria os resultados devido à sensibilidade cruzada da FBG a tensão longitudinal e curvatura.

Dois guias metálicos de espessura constante foram posicionados paralelamente a fibra a uma distância de 1,5 cm aproximadamente da mesma, para garantir que a camada de verniz depositada apresentasse espessura constante. Os guias metálicos com espessura de 510 μm garantiram que a fibra ótica, (com espessura de 125 μm) fosse totalmente coberta pela fina camada de verniz. Para a deposição do filme, uma lâmina de vidro espalhava uma gota do polímero líquido sobre a fibra. Tanto a parte da fibra com a capa de acrilato, quanto a parte contendo a FBG eram cobertas pelo filme.

A Figura 9 mostra um esquema geral da montagem experimental empregada enquanto que na Figura 10 pode ser visto em detalhes o posicionamento das FBGs e do substrato onde foi depositado o verniz. Para uma melhor visualização do sistema, as fibras foram coloridas na foto apresentada na Figura 10.

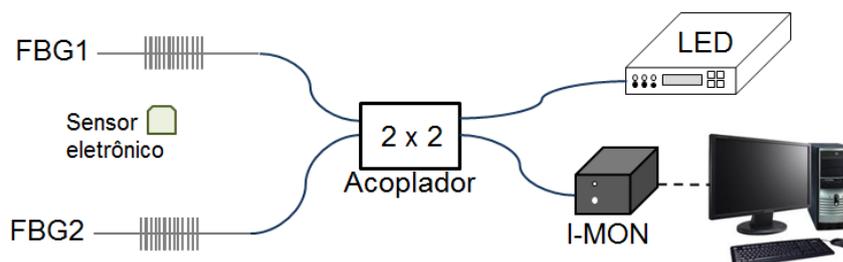


Figura 9 – Esquema da montagem experimental empregada na medição das deformações mecânicas do verniz.

Para a realização dos experimentos, primeiramente era feita uma estabilização da temperatura do ambiente em $25 \pm 0,5$ $^{\circ}\text{C}$, com o auxílio de um ar-condicionado em sistema automático. Um sensor eletrônico de temperatura posicionado próximo as FBGs foi usado para acompanhar a temperatura e a umidade durante os ensaios. Com as fibras óticas limpas, posicionadas e fixas, uma pequena quantidade do verniz foi depositada sobre a FBG2 empregada como transdutor ótico de deformação.

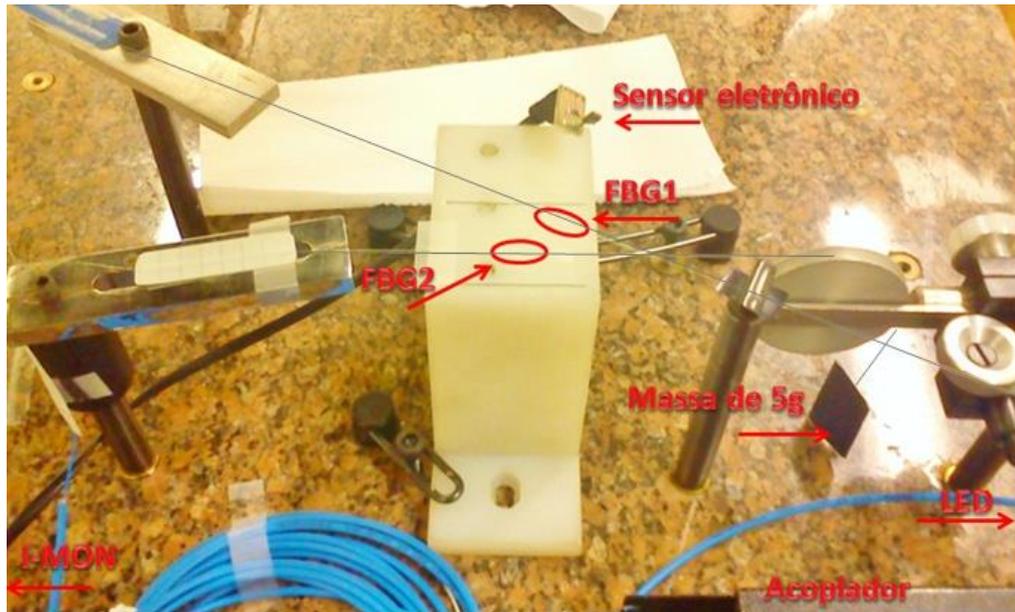


Figura 10 – Foto com detalhes da montagem experimental empregada na medição das deformações mecânicas do verniz.

Logo após as proteções laterais da mesa de trabalho foram fechadas para diminuir as interferências de correntes de ar geradas por movimentações no seu entorno. O sistema de medida automatizado fez toda a aquisição de dados durante o tempo previamente estabelecido de 24 horas, sendo que 5 (cinco) medidas foram realizadas automaticamente pelo interrogador dinâmico a cada segundo. Ao término do intervalo de tempo estabelecido, encerrou-se a coleta de informações e os dados foram salvos no computador.

Após o término do ensaio, fez-se a limpeza da fibra em que foi depositado o verniz com uma solução de álcool isopropílico aplicada cuidadosamente com um pincel. Este procedimento visa a retirada do filme polimérico formado e de eventuais resíduos, possibilitando a reutilização da FBG2 em novos ensaios e garantindo aderência do verniz a fibra.

3.5 DETERMINAÇÃO DA PERDA DE MASSA DO VERNIZ DURANTE A SECAGEM

Para o estudo de perda de massa durante o processo de secagem do filme polimérico, utilizou-se uma balança analítica com precisão de 0,0001 g. A camada de verniz foi depositada sobre uma lâmina de vidro usando o mesmo procedimento descrito anteriormente. A Figura 13 mostra uma foto da lâmina posicionada dentro da balança durante a calibração do equipamento. Neste ensaio, a aderência do filme ao vidro não interfere no processo de perda de massa por evaporação do solvente.

Uma gota de verniz foi depositada sobre a lâmina de vidro e espalhada com a ajuda de outra que correu sobre os guias metálicos formando um filme de espessura uniforme semelhante ao analisado pela FBG. Este procedimento também pode ser visto na figura 11. A massa da camada de verniz foi anotada a cada 5 minutos manualmente nas primeiras horas e com intervalos de tempo variados até atingir um total de 24 horas.

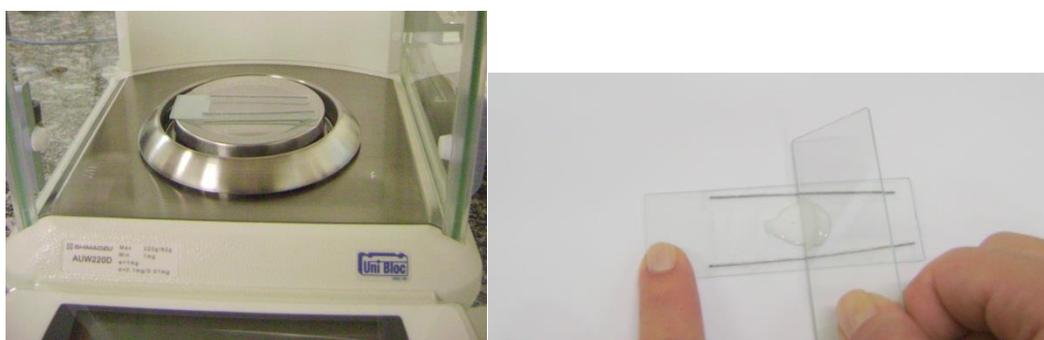


Figura 11 – Foto do procedimento de calibração da balança (esquerda) e de preparação do filme de verniz a ser analisado (direita).

Um sensor eletrônico de temperatura e umidade foi instalado dentro da câmara da balança analítica. Foi deixada uma pequena abertura para impedir que o aumento da pressão interna da câmara influenciasse o processo de evaporação da água.

3.6 TESTE EMPREGADO PARA DETERMINAR A VARIAÇÃO DE TEMPERATURA DENTRO DO FILME POLIMÉRICO

A fim de medir a variação da temperatura do filme de verniz durante a sua secagem, foi realizado um teste utilizando a mesma configuração experimental do item 3.4. Para garantir que somente a temperatura influenciasse a variação em comprimento de onda sofrida pela FBG2, foi passada sobre a fibra ótica uma camada de óleo vegetal alimentício (canola) antes de realizar a deposição do verniz sobre a fibra. Em seguida foi adotado o mesmo procedimento experimental descrito no item 3.4 para depositar o verniz sobre a fibra e realizar as medições durante um período de 13 horas, sendo realizadas automaticamente pelo sistema de interrogação, 5 (cinco) aquisições a cada segundo.

Após o término do ensaio, foi efetuada a limpeza da fibra com uma solução de álcool isopropílico, permitindo que a FBG2 pudesse ser utilizada novamente. É importante salientar que uma outra FBG com comprimento de onda ressonante de Bragg em $1538,5 \pm 0,5$ nm foi utilizada nestes ensaios, para evitar que resíduos de óleo sobre a fibra viessem a comprometer ensaios posteriores.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 REDES DE BRAGG GRAVADAS

A metodologia apresentada para a gravação de FBGs pelo método interferométrico, utilizando iluminação direta da máscara de fase, produziu redes com refletividade aproximada de 20,0 dB.

Utilizando as máscaras de fase com períodos de 1068,5; 1064,5; 1062,5 e 908,5 nm, foram produzidas FBGs com comprimentos de onda de Bragg de $1546,0 \pm 0,5$; $1540,0 \pm 0,5$; $1538,5 \pm 0,5$ e $1308 \pm 0,5$ nm, respectivamente, a 22 °C, temperatura da sala de gravação.

As diferentes FBGs gravadas foram utilizadas tanto durante os testes preliminares quanto na configuração final do experimento realizado para a monitoração do tempo de secagem de filmes poliméricos. Mesmo efetuando a limpeza das fibras de maneira cautelosa após cada utilização do sensor, muitas FBGs quebraram. Isso ocorreu devido à fragilidade ocasionada pela retirada da proteção da capa de acrilato da fibra ótica e pelo próprio processo de inscrição das FBGs. Por isso, quando uma FBG era perdida, outra, com as mesmas características de gravação e mesmo λ_B , era utilizada como substituta.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS REDES DE BRAGG

4.2.1 Sensibilidade à Variação de Temperatura

Os valores medidos de comprimento de onda ressonante de Bragg de uma das FBGs, durante os três ciclos de aquecimento são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Valores obtidos experimentalmente para o comprimento de onda de Bragg em função da temperatura.

Temperatura (°C)	Ciclo 1 λ_B (nm)	Ciclo 2 λ_B (nm)	Ciclo 3 λ_B (nm)
10,0	1545,932	1545,918	1545,927
15,0	1545,977	1545,964	1545,973
20,0	1546,022	1546,011	1546,021
25,0	1546,068	1546,059	1546,068
30,0	1546,114	1546,106	1546,114
35,0	1546,162	1546,155	1546,163
40,0	1546,212	1546,206	1546,213
45,0	1546,261	1546,256	1546,263
50,0	1546,310	1546,304	1546,313
55,0	1546,362	1546,356	1546,363
60,0	1546,414	1546,408	1546,415

Para cada temperatura do banho térmico o programa *Origin*® calculou os valores médios de comprimento de onda de Bragg e o respectivo desvio padrão da média (σ_m). Os resultados estão na Tabela 2.

Tabela 2 – Valor médio do comprimento de onda de Bragg em função da temperatura e incertezas.

Temperatura (°C)	Valor médio do λ_B (nm)	σ_m (nm)	σ (nm)
10,0	1545,926	0,007	0,007
15,0	1545,971	0,007	0,007
20,0	1546,018	0,006	0,006
25,0	1546,065	0,005	0,005
30,0	1546,111	0,005	0,005
35,0	1546,160	0,004	0,004
40,0	1546,210	0,004	0,004
45,0	1546,260	0,004	0,004
50,0	1546,309	0,005	0,005
55,0	1546,360	0,004	0,004
60,0	1546,412	0,004	0,004

As incertezas relacionadas aos equipamentos σ_r , calculadas a partir da equação 19 são de $1,4434 \times 10^{-4}$ nm para o I-MON e $2,8868 \times 10^{-3}$ °C para o Banho térmico.

A incerteza em relação à medida de temperatura, que é uma quantidade relacionada ao eixo das abscissas, foi rebatida para uma incerteza no eixo das ordenadas pela equação 20. Para isto foi obtida a sensibilidade inicial de 9,7 pm/°C

através do coeficiente angular do ajuste linear aos valores médios. O valor de incerteza obtido foi de $2,8088 \times 10^{-5}$ nm. O gráfico utilizado na obtenção deste dado está na Figura 12.

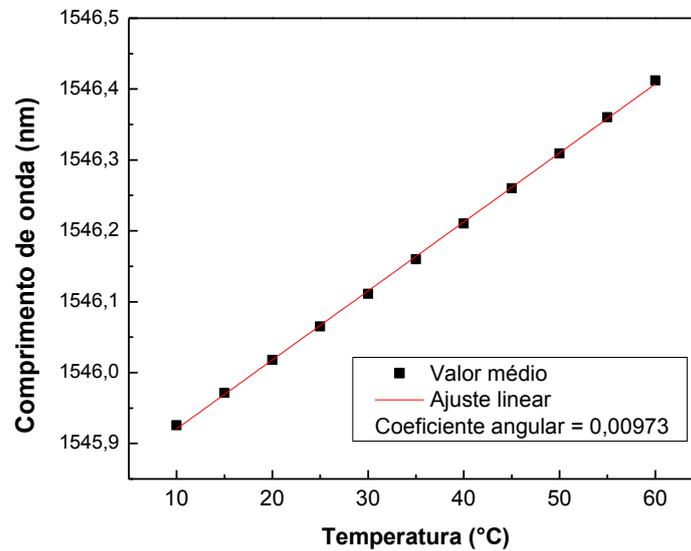


Figura 12 – Gráfico do ajuste linear aos dados experimentais de valor médio do comprimento de onda de Bragg referente a cada valor de temperatura.

Os valores de incerteza calculados pela equação 21 são mostrados na Tabela 2 e correspondem as barras de erro do gráfico da Figura 13. Como o erro associado aos equipamentos são muito menores do que o desvio padrão da média, o valor do erro final é aproximadamente o mesmo valor do desvio padrão da média. O ajuste linear aos valores médios de comprimento de onda de Bragg levando em conta as barras de erro fornece a sensibilidade térmica da FBG.

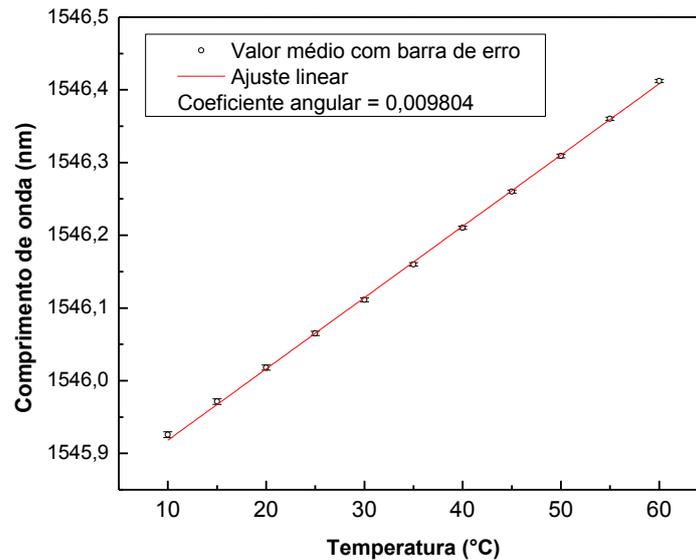


Figura 13 – Gráfico do ajuste linear aos dados experimentais de valor médio do comprimento de onda de Bragg referente a cada valor de temperatura levando e conta as barras de erro.

Portanto a sensibilidade final da FBG à temperatura é de $(0,00980 \pm 0,00005) \text{ nm}/^\circ\text{C}$, ou melhor, $(9,80 \pm 0,05) \text{ pm}/^\circ\text{C}$, sendo que o desvio padrão do coeficiente angular é fornecido pelo programa *Origin*®. Este valor está próximo ao valor encontrado na literatura de $10 \text{ pm}/^\circ\text{C}$. O programa também fornece o desvio de cada ponto experimental à reta ajustada, e o maior valor destes dados representa a linearidade da FBG. Neste caso a linearidade é de $0,0075 \text{ nm}$, referente ao valor de $10 \text{ }^\circ\text{C}$.

A resolução do sensor fica definida pela equação 22, e neste caso a resolução é de $0,05 \text{ }^\circ\text{C}$.

Medidas de sensibilidade realizadas com outras FBGs mostraram que a sensibilidade pode variar de uma rede para outra sendo a sensibilidade média igual a $(9,8 \pm 0,2) \text{ pm}/^\circ\text{C}$.

4.2.2 Sensibilidade à Deformação

Os valores de comprimento de onda ressonante de Bragg de uma das FBGs, durante os quatro ciclos em que a fibra foi submetida à deformação longitudinal, estão na Tabela 3 abaixo.

Tabela 3 – Comprimentos de onda de Bragg em função a deformação longitudinal da fibra obtidos em três ciclos de medição.

Deslocamento (mm)	Ciclo 1 λ_B (nm)	Ciclo 2 λ_B (nm)	Ciclo 3 λ_B (nm)	Ciclo 4 λ_B (nm)
0,00	1538,333	1538,134	1538,298	1538,314
0,01	1538,531	1538,488	1538,568	1538,519
0,03	1538,873	1538,866	1538,882	1538,929
0,04	1539,238	1539,293	1539,276	1539,274
0,05	1539,640	1539,646	1539,654	1539,651
0,06	1540,014	1540,011	1540,023	1540,121
0,07	1540,384	1540,473	1540,406	1540,476
0,08	1540,830	1540,867	1540,840	1540,857
0,09	1541,177	1541,198	1541,135	1541,116
0,10	1541,470	1541,645	1541,469	1541,462
0,11	1541,819	1541,997	1541,911	1541,913
0,12	1542,203	1542,326	1542,307	1542,292
0,13	1542,666	1542,810	1542,832	1542,819
0,14	1543,073	1543,188	1543,219	1543,174
0,15	1543,488	1543,488	1543,557	1543,584
0,16	1543,914	1543,948	1543,997	1544,014
0,17	1544,318	1544,464	1544,378	1544,450
0,18	1544,696	1545,064	1544,838	1544,846

Os valores de deformação longitudinal provocados pelo micrômetro foram divididos pelo comprimento inicial medido com o paquímetro (24,55 mm) encontrando-se assim os deslocamentos relativos $\Delta d/d_{inicial}$. Para cada valor de deslocamento relativo, o valor médio do comprimento de onda de Bragg e o respectivo desvio padrão da média σ_m foram calculados através do programa *Origin®*. Os resultados estão na Tabela 4. Uma sensibilidade inicial da FBG de 0,95 pm/ $\mu\epsilon$ foi obtida por meio do ajuste linear aos dados do gráfico de comprimento de onda médio em função do deslocamento relativo, Figura 14.

Tabela 4 – Deslocamento relativo e valor médio do comprimento de onda de Bragg e suas incertezas.

$\Delta d/d_{inicial}$ (mm)	σ_c (10^{-4} mm)	σ'_c (10^{-7} nm)	Valor médio do λ_B (nm)	σ_m (nm)	σ (nm)
0,0000	0,000	0,000	1538,270	0,092	0,092
0,0004	1,796	1,714	1538,527	0,033	0,033
0,0008	1,796	1,714	1538,888	0,028	0,028
0,0012	1,796	1,714	1539,270	0,023	0,023
0,0016	1,796	1,714	1539,648	0,006	0,006
0,0020	1,796	1,714	1540,042	0,053	0,053
0,0024	1,796	1,714	1540,435	0,047	0,047
0,0029	1,796	1,714	1540,849	0,017	0,017
0,0033	1,796	1,714	1541,157	0,038	0,038
0,0037	1,796	1,714	1541,512	0,089	0,089
0,0041	1,797	1,714	1541,910	0,073	0,073
0,0045	1,797	1,714	1542,282	0,054	0,054
0,0049	1,797	1,714	1542,782	0,078	0,078
0,0053	1,797	1,714	1543,164	0,063	0,063
0,0057	1,797	1,714	1543,529	0,049	0,049
0,0061	1,797	1,714	1543,968	0,046	0,046
0,0065	1,797	1,714	1544,403	0,068	0,068
0,0069	1,797	1,715	1544,861	0,152	0,152

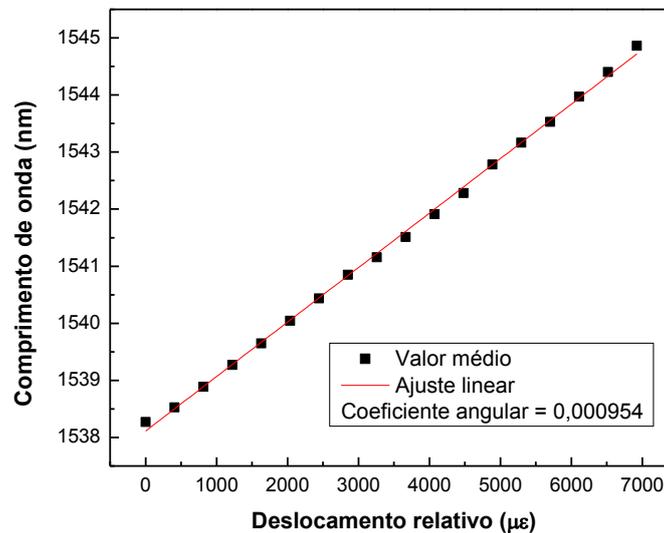


Figura 14 – Gráfico do ajuste linear aos dados de valor médio do comprimento de onda da FBG em função do deslocamento relativo.

As incertezas associadas com as medições de comprimento inicial e deslocamento (Equação 24 e 25) foram propagadas para fornecer a incerteza na

deformação relativa σ_c (Equação 23). Essa incerteza foi transformada para uma incerteza em unidades de comprimento de onda σ'_c (Equação 26). Os valores encontrados são apresentados na Tabela 4.

As incertezas finais σ associadas a cada um dos valores de comprimento de onda médio correspondem às barras de erro do gráfico da Figura 15. Esses valores de incerteza foram calculados pela equação 27 e também são apresentadas na tabela 4. Novamente, como aconteceu no tópico 4.2.1, o erro associado aos equipamentos são muito menores do que o desvio padrão da média, assim o valor do erro final é aproximadamente o mesmo valor do desvio padrão da média. O coeficiente angular da reta ajustada aos dados levando em conta as barras de erro forneceu a sensibilidade da FBG à deformação longitudinal de $(0,955 \pm 0,003)$ pm/ $\mu\epsilon$.

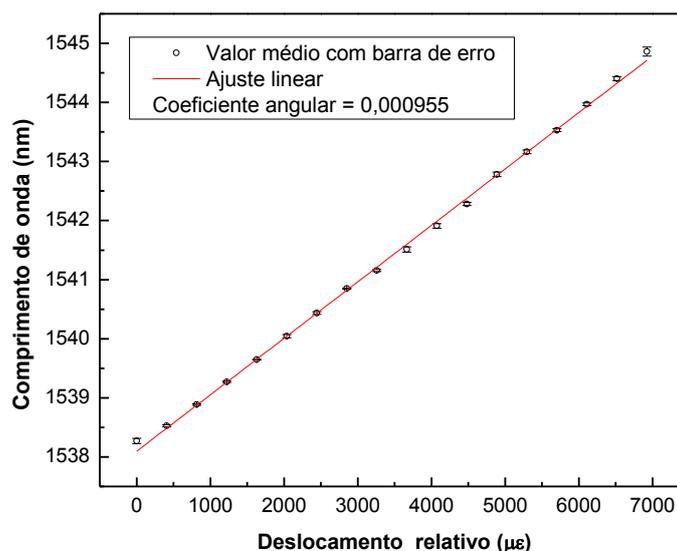


Figura 15 – Gráfico do ajuste linear aos dados de valor médio do comprimento de onda da FBG em função do deslocamento relativo levando em conta as barras de erro.

Este valor está de acordo com aqueles encontrados na literatura de 1,2 pm/ $\mu\epsilon$. Neste caso a linearidade é de 0,17 nm e a resolução do sensor calculada pela equação 22 é de 0,5 $\mu\epsilon$.

Outros testes realizados com FBGs diferentes mostraram que a sensibilidade média de das FBGs é de $(1,03 \pm 0,05)$ pm/ $\mu\epsilon$. Neste trabalho a sensibilidade utilizada é a demonstrada neste tratamento estatístico.

4.3 PERDA DE MASSA DO VERNIZ DURANTE O PROCESSO DE SECAGEM

Com o intuito de acompanhar o processo de evaporação da água durante a formação do filme de verniz foram realizadas medidas de perda de massa. Os resultados obtidos com medidas realizadas com intervalos de 2 meses são apresentados na Figura 16. A temperatura dentro da capela de proteção da balança em que foram feitas as medidas ficou em torno de 25 °C, variando de 24,7 a 26,7 °C e a umidade relativa variou entre 47,3 a 56,3 % na primeira aquisição de dados. Para o segundo filme analisado a temperatura variou de 24,7 a 26,1 °C e a umidade relativa variou entre 48,9 a 63,5 %.

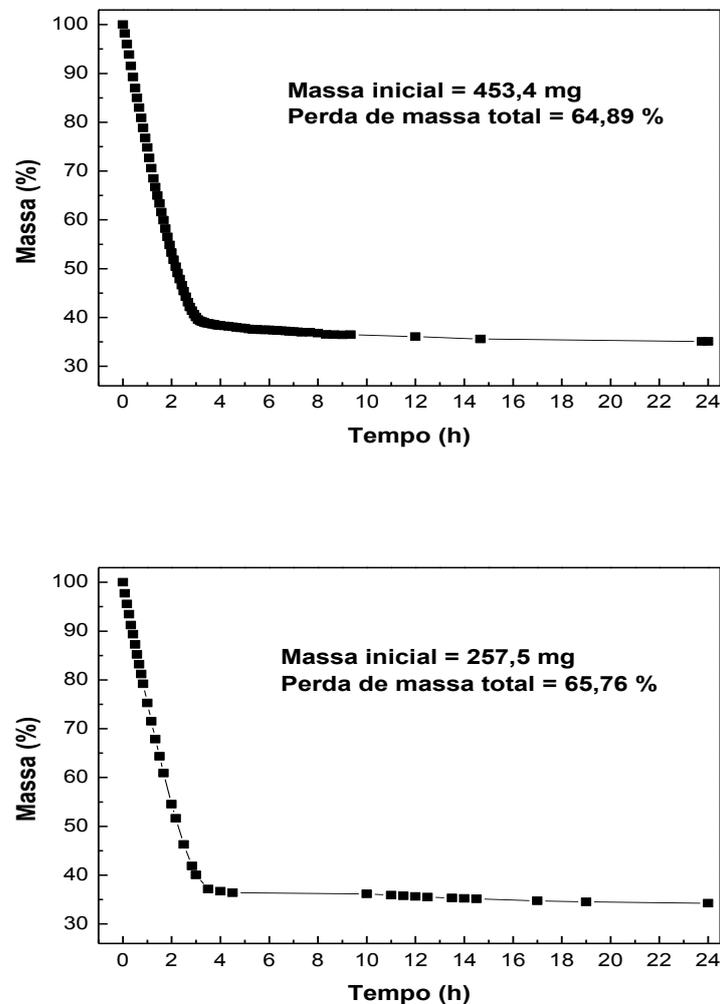


Figura 16 – Gráficos da evolução da massa em porcentagem de cada filme durante a secagem.

A maior perda de massa ocorre durante as 3,3 h iniciais da secagem nos dois casos, sendo que ao final desse intervalo o filme de verniz possui aproximadamente 40% da sua massa inicial. A partir de 3,3 h a taxa de perda de massa diminui consideravelmente, e ao final do processo a massa do filme sofre uma redução de aproximadamente 63%.

4.4 VARIAÇÃO DA TEMPERATURA DENTRO DO FILME DE VERNIZ

O teste realizado com a FBG2 envolta em óleo vegetal antes de ser coberta com o verniz foi importante na identificação das variações de temperatura sofrida pelo filme durante a secagem.

Após 13 h de monitoração da FBG1 e da FBG2 imersa no filme de verniz, os dados de variação de comprimento de onda obtidos foram dispostos em um gráfico mostrado na Figura 17. O óleo de canola evitou a aderência do verniz à fibra e, portanto a resposta da FBG2 está relacionada somente com a variação de temperatura dentro do filme. Devido ao processo de secagem do verniz e evaporação do solvente, as respostas de variação de temperatura na fibra imersa (FBG2) e na fibra posicionada próxima ao filme, porém sem entrar em contato com o mesmo (FBG1) foram diferentes.

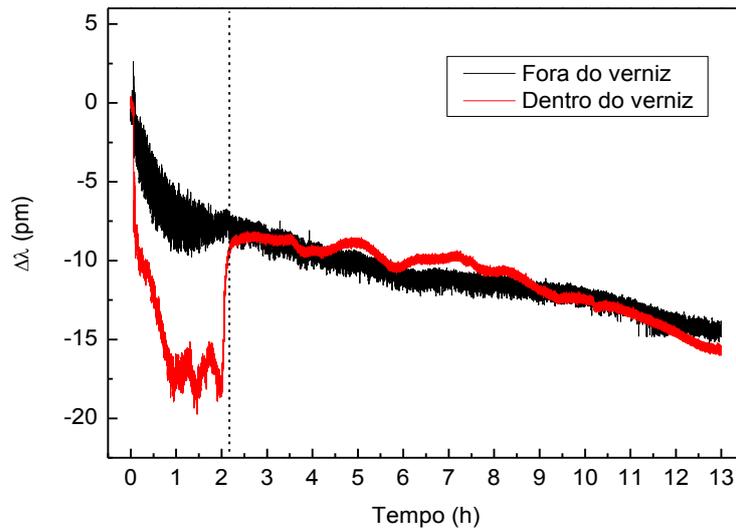


Figura 17 – Comportamento temporal da variação do comprimento de onda de Bragg das FBGs dentro e fora do filme polimérico, para monitoração de temperatura ao longo do processo de secagem.

Os resultados obtidos com vários testes realizados indicam que a maior variação em comprimento de onda ocorre durante as duas horas iniciais da secagem. Logo após a FBG2 ser coberta com o verniz, é observado um deslocamento da ressonância para menores comprimentos de onda. Este deslocamento ocorre com uma alta taxa por aproximadamente 1 hora e está associado com uma diminuição da temperatura do filme de aproximadamente 2 °C.

Um decréscimo na temperatura das redondezas da superfície do filme de aproximadamente 1 °C também é medido pela FBG1. Esta variação de temperatura está relacionada com uma eficiente evaporação do solvente através da superfície do filme. No próximo intervalo de 1 hora a temperatura do filme permanece aproximadamente constante retornando rapidamente para maiores valores ao final do período. O aumento da temperatura após 2 horas está associado com o decréscimo na taxa de evaporação do solvente, em concordância com a perda de massa mostrada na Figura 16. Após esse intervalo inicial em que as FBGs sofrem desvios em comprimento de onda de magnitudes sensivelmente diferentes, as duas FBGs passam a se comportar de forma semelhante.

No gráfico da Figura 17, o comportamento geral de deslocamento para menores comprimentos de onda, de igual magnitude para as duas redes está associado com uma variação na temperatura da sala. Apesar de a sala ser mantida

fechada com o ar condicionado ligado, a temperatura não é completamente estabilizada para um período de tempo longo, no caso de 13 horas incluindo o período noturno.

4.5 DEFORMAÇÃO MECÂNICA DO FILME DE VERNIZ ACRÍLICO DURANTE A SECAGEM

A Figura 18 mostra um gráfico da variação temporal do comprimento de onda de Bragg da FBG 2 durante a secagem do filme de verniz acrílico a base de água. Ao longo das 24 horas de duração do experimento a temperatura da sala foi mantida em $(25,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ e a umidade relativa do local variou entre 56 a 60%.

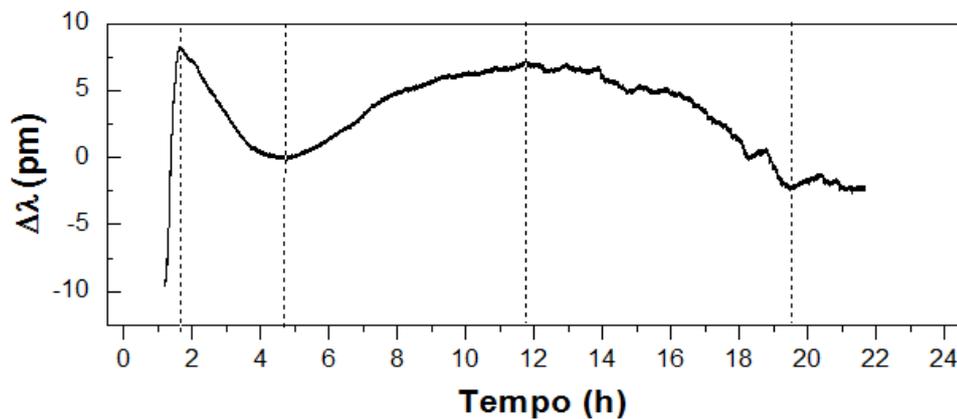


Figura 18 – Variação do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, primeiro experimento.

Ao longo das 1,3 horas iniciais da secagem, o verniz encontra-se no estado líquido, não tendo aderência suficiente sobre a fibra ótica para que a FBG2 consiga monitorar efeitos significativos de deformação. Tanto a FBG1 quanto a FBG2 sofrem significativo deslocamento no comprimento de onda de Bragg para menores valores, resultante de uma diminuição da temperatura, conforme discussão do item 4.4. A FBG1 sofreu um deslocamento de aproximadamente 10 pm para menores valores de comprimentos de onda durante o período inicial da secagem o que corresponde a uma diminuição da temperatura de aproximadamente $1 ^\circ\text{C}$ nas redondezas do filme,

considerando a sensibilidade típica das FBGs à temperatura de $9,8 \text{ pm}/^\circ\text{C}$. A FBG2 detectou uma diminuição na temperatura do filme de aproximadamente $2 \text{ }^\circ\text{C}$. Essa diminuição de temperatura está associada com a evaporação eficiente do solvente através da superfície líquida do filme.

Após transcorrido esse intervalo de tempo, o decréscimo da taxa de evaporação ocasionou um aumento na temperatura das redondezas até a estabilização. Depois de aproximadamente 2,5 horas a temperatura manteve-se aproximadamente constante até o final do experimento e, portanto os desvios em comprimento de onda experimentados pela FBG2 podem ser associados exclusivamente as deformações sofridas pelo verniz durante a secagem. Entre aproximadamente 1,3 e 1,7 horas o deslocamento no comprimento de onda de Bragg da FBG2 está associado com: o aumento da temperatura relacionado com o decréscimo na taxa de evaporação (ver Figura 16), uma expansão lateral do verniz resultante da pressão exercida pela película superficial que começa a surgir na superfície do filme (PETERSEN, HELDMANN E JOHANNSMANN,1999) seguida de contração do filme. A evaporação da água e a concentração das partículas causam um aumento na densidade e uma melhor adesão do verniz à fibra, propiciando a detecção das deformações mecânicas que ocorrem no filme.

No período entre 1,7 h e 4,8 h, o filme contrai e uma película é estabelecida na superfície superior e se estende por todo o filme até a formação do filme homogêneo. Este período marca o início da coalescência em que ocorre a deformação das partículas por influência da capilaridade que faz com que as partículas se aproximem e pela tensão superficial causando a união das partículas. O deslocamento em comprimento de onda de $8,27 \text{ pm}$ medido durante este intervalo corresponde a uma contração longitudinal do verniz de $8,7 \text{ }\mu\text{e}$, ou $8,7 \text{ }\mu\text{m}/\text{m}$. Embora não ocorram perdas significativas de massa após 3,3 horas, ainda ocorrem deformações importantes. Entre 4,8 e 11,8 h o filme volta a expandir e depois contrai novamente. Os efeitos após a união das partículas com a interdifusão das cadeias poliméricas são os responsáveis pelas deformações observadas. As partículas entram em contato irreversível e as cadeias poliméricas são formadas, e após 19,5 h as deformações deixam de ocorrer e o filme adquire a sua consistência e resistência finais.

Os testes foram repetidos 3 meses depois, sob as mesmas condições experimentais, sendo que o resultado é apresentado na Figura 19. A temperatura

medida pelo sensor eletrônico foi de $(25,3 \pm 0,3) ^\circ\text{C}$ e a umidade relativa variou entre 51,6 e 60,9 %.

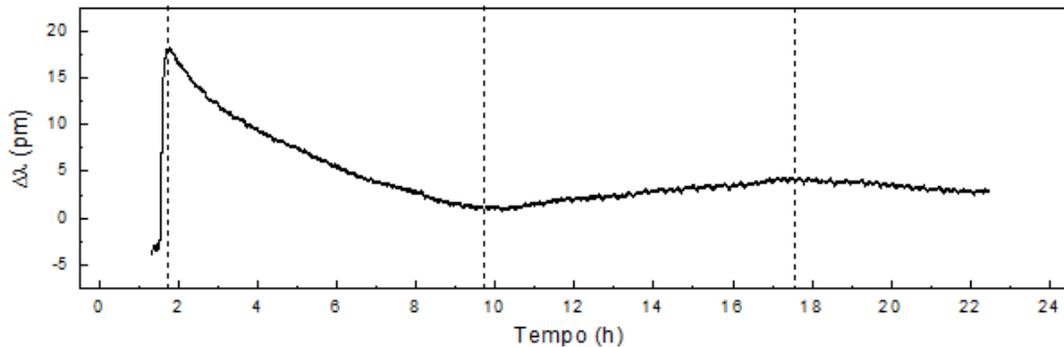


Figura 19 – Variação do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, segundo experimento.

O estágio inicial de marcado pela alta taxa de evaporação do solvente e perda de massa além do início da aderência do filme de verniz a fibra também ocorreram nas primeiras 1,7 h. A segunda etapa, na qual ainda ocorre evaporação da água, porém é medida pela FBG2 uma grande contração do filme, perdura até 9,6 h depois do início da secagem. O deslocamento em comprimento de onda de 17 pm medido durante este intervalo corresponde a uma contração longitudinal do verniz de $17,8 \mu\epsilon$, ou seja, $17,8 \mu\text{m/m}$. Uma dilatação do verniz ocorreu a partir de 9,6 horas até 18,3 h, seguida de contração e posterior estabilização.

A formação do filme ocorre antes de 24 h, que foi o tempo de coleta de dados. No entanto, observou-se uma diferença no tempo de cada etapa, dos dois testes realizados. Este fato pode ser devido ao envelhecimento do verniz, e evaporação do solvente durante as aberturas da embalagem para a realização dos testes.

Uma terceira medida realizada 10 meses depois da primeira, novamente sobre as mesmas condições experimentais, está apresentada na figura 20. A temperatura medida com o sensor eletrônico foi de $22,6 \pm 0,5 ^\circ\text{C}$ e a umidade relativa variou entre 59,8 e 61,8 %.

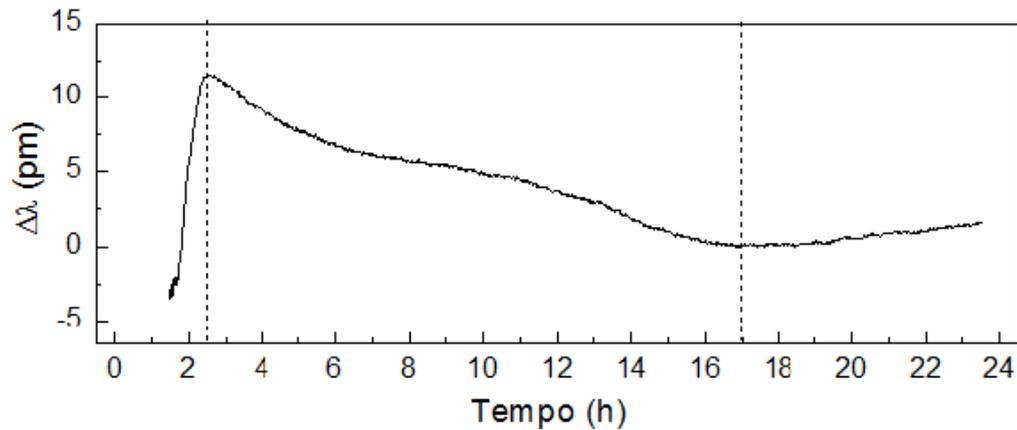


Figura 20 – Variação do comprimento de onda de Bragg da FBG2 ao longo do processo de secagem, associado com a deformação mecânica do verniz, terceiro experimento.

Neste caso, o estágio inicial com alta taxa de evaporação da água, perda de massa e início da aderência do filme na fibra ocorreu nas primeiras 2,5 h. Entre este período inicial até o patamar de 17 h ocorre a segunda etapa com uma contração menor em relação aos outros resultados mostrados. A deformação observada nesta etapa foi de 11,6 pm correspondendo a $12,1 \mu\epsilon$, ou seja, $12,1 \mu\text{m/m}$ de deformação específica. Uma dilatação foi observada após este período, mas neste caso a fase posterior de estabilização não chegou a ocorrer nas 24 horas de formação do filme.

Assim, observou-se uma diferença nos intervalos temporais de cada etapa em relação aos dois resultados anteriores, mas o comportamento foi semelhante em todos os testes realizados.

5 CONCLUSÕES

5.1 CONCLUSÕES

A monitoração da secagem de filmes poliméricos se mostrou viável com a utilização de redes de Bragg em fibra sem a necessidade de efetuar uma encapsulação especial do sensor. A utilização de um verniz acrílico, ao invés da tinta látex, permitiu a formação de um filme homogêneo, sem trincas e com forte aderência na fibra. Os ensaios demonstraram que a análise de um filme de verniz com uma FBG pode fornecer informações sobre as deformações mecânicas sofridas pelo filme durante o processo de secagem.

A montagem experimental permitiu que etapas distintas de secagem fossem identificadas. São elas: estágio de evaporação da água e aumento da densidade da amostra provocando a aderência do verniz à fibra ótica; dilatação do filme por efeito de tensão superficial resultante da formação de película na sua superfície, expressiva contração do filme provocada pela aproximação e deformação das partículas; dilatação e posterior contração devida provavelmente a interdifusão das cadeias poliméricas; formação do filme contínuo.

As medidas de perda de massa durante o processo de formação do filme polimérico quando comparadas com os resultados fornecidos pela FBG permitiram medir a variação da temperatura do filme associada com a evaporação e identificar o estágio inicial de formação da película superficial que é responsável por uma dilatação lateral do filme.

Os três filmes analisados com um intervalo de tempo entre os experimentos de 3 e 10 meses em relação ao primeiro, apresentaram comportamentos semelhantes durante a secagem, porém com magnitudes e tempos diferentes para que cada etapa ocorresse. Este fato pode ser devido ao envelhecimento do verniz devido à abertura da embalagem para a realização dos testes.

Os resultados obtidos são promissores e a análise realizada com FBGs pode fornecer informações relevantes contribuindo para o estudo das propriedades físicas e mecânicas durante a formação dos filmes poliméricos, importantes do ponto de

vista acadêmico. Além disso, para a indústria, esta análise detalhada pode ser útil para a inclusão de novos parâmetros dentro das normas técnicas brasileiras que visam o estudo da secagem de filmes poliméricos, como tintas e vernizes. Com uma metodologia objetiva, o levantamento de dados sobre as deformações mecânicas que ocorrem neste processo, complementam as técnicas de avaliação para a melhoria e desenvolvimento de produtos.

5.2 TRABALHOS FUTUROS

Para os trabalhos futuros, pretende-se desenvolver modelos teóricos que complete e descreva todos os processos intrínsecos da formação de um filme polimérico.

A obtenção de imagens por meio da tomografia por coerência ótica (OCT) pode ajudar na investigação dos filmes através de imagens obtidas para se analisar as variações de índice de refração e/ou da espessura da camada de tinta no processo de secagem.

Outros métodos de cura de filmes também podem ser estudados utilizando este mesmo sensor baseado em rede de Bragg, assim como o estudo de outros compósitos.

REFERÊNCIAS

ABRAFATI, Associação Brasileira dos Fabricantes de Tintas, www.abrafati.com.br, visitado em 15/11/2012.

AGRAWAL, G. P. *Fiber-Optic Communication Systems*. 2nd ed., New York, John Wiley & Sons, 1997.

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.

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

BILODEAU, F., MALO, B., ALBERT, J., JOHNSON, D. C., HILL, K. O., HIBINO, Y., ABE, M. and KAWACHI, M., Photosensitization of optical fiber and silica-on-silicon/silica waveguides. **Optics Letters**, v. 18, p. 953-955, 1993.

BRAMBILLA, G. High-temperature fibre Bragg grating thermometer. **Electronics Letters**, v. 38, p. 954-955, 2002.

DILLON, R. E., MATHESON, L. A., BRADFORD, E. B., Sintering of Synthetic Latex Particles, **Journal of Colloid Science**, v. 6, p. 108-117, 1950.

ECKERSLEY, S. T., RUDIN, A. Drying behavior of acrylic latexes, **Progress in Organic Coatings**, vol 23, p. 387-402, 1994

FACCIA, P. A., PARDINI, O. R., AMALVY, J. I., CAP, N., GRUMEL, E. E., ARIZAGA, R., TRIVI, M., Differentiation of the Drying Time of Paints by Dynamic Speckle Interferometry, **Progress in Organic Coatings**, vol 64, p. 350-355, 2009.

FAZANO, C. A, *Tintas: Métodos de Controle de Pinturas e Superfícies*, ed. 6 revista, Hemus, São Paulo, 2002.

FRIED, J. R., *Polymer Science and Technology*, Prentice Hall Professional Technical Reference, Upper Saddle River, NJ, 2003.

GIOZZA, W. F., CONFORT, E., WALDMAN, H., *Fibras Ópticas: Tecnologia e Projeto de Sistemas*, São Paulo, 1991.

GOWAR, J. *Optical Communication Systems*, Prantice-Hall, 1984.

GUAN, B., TAM, H., TAO, X., DONG X., Simultaneous Strain and Temperature Measurement Using a Superstructure Fiber Bragg Grating, **IEEE Photonics Technology Letters**, v. 12, n. 6, p. 675-677, 2000.

GUERRIER, B., BOUCHARD, C., ALLAH C., BKNARD B., Drying Kinetics of Polymer Films, *AIChE Journal*, v. 44, n. 4, p. 791-798, 1998.

HAGE Jr E., Aspectos Históricos sobre o Desenvolvimento da Ciência e da Tecnologia de Polímeros, *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, Univ. Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, São Carlos, SP, 1998.

HALL, C., *Polymer Materials*, London and Basingstoke, 1991.

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.

HECHT, E., *Optics*, Adelphi University, 2001.

HENSON, W. A., TABER, D. A ., BRADFORD , E. B., Film Formation of Latex Paint, *Industrial and engineering chemistry*, v. 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**, vol 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., MELTZ, G., Fiber Bragg Grating Technology Fundamentals and Overview, **Journal of Lightwave Technology**, v. 15, n. 8, p. 1263-1276, 1997.

KASHYAP, R. Fiber Bragg Gratings, San Diego: Academic Press, 1999.

KEDDIE, J. L., Film Formation of Latex, **Materials Science and Engineering**, v. 21, p. 101-170, 1997.

KERSEY, A. D., DAVIS, M. A., PATRICK, H. J., LEBLANC, M., KOO, K. P., "Fiber Grating Sensors", **Journal of Lightwave Technology** 15, 1442-1463, 1997.

KULLER, F., 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.

LAM, D. K. W., GARSIDE, B. K., Characterization of single mode optical fiber filters. **Applied Optics**, 20(3) p. 440–445, 1981.

LEMAIRE, P. J., ATKINS, R. M., MIZRAHI, V., REED, W. A., High pressure H₂ loading as a technique for achieving ultra high sensitivity in GeO₂ doped optical fibres. *Electronics Letters*, v. 29, n. 13, p.1191-1193, 1993.

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

LÓPEZ-HIGUERA, J. M. Handbook of Optical Sensing Technology, 2002.

LOURENÇO, I. J., POSSETTI, G. R. C., MULLER, M., FABRIS, J. L., Fiber Bragg Grating Sensor to Monitor Stress Kinetics in Drying Process of Commercial Latex Paints, **Sensors**, 10, p. 4761-4776; doi:10.3390/s100504761, 2010.

LOURENÇO, I. J., 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.

MANO, E. B., MENDES, L. C., Introdução a Polímeros. São Paulo, 1999.

MASUDA, Y., NAKAMURA, M., KOMATSU, C., FUJITA, K., YAMAUCHI, M., KIMURA, M., MIZUTANI, Y., KIMURA, S., SUZAKI, Y., YOKOUCHI, T., NAKAGAWA, K., EJIMA, S. Wavelength Evolution of Fiber Bragg Gratings Fabricated From Hydrogen-Loaded Optical Fiber During Annealing. **Journal of Lightwave Technology**, v. 22, n. 3, p. 934-940, 2004.

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.

MIGNANI, A. G., BACCI, M., TRONO, C., MENCAGLIA, A., Fiber Optics for the Cultural Heritage: Picture Varnishes as Thermosensitive Fiber-Cladding, **12th International Conference on Optical Fiber Sensors**, vol 6, 1997.

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.

OTHONOS A., Fiber Bragg Gratings. *Rev. Sci. Instrum.*, 68, 4309–4341, 1997.

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

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 Lattices, **Langmuir**, v. 15, p. 7745-7751, 1999.

POSSETTI, G. R. C., KAMIKAWACHI, R. C., MULLER, M., FABRIS, J. L., Metrological Evaluation of Optical Fiber Grating-Based Sensors: An Approach Towards the Standardization, *Journal of Lightwave Technology*, v. 30, n. 8, p. 1042-1052, 2012

POWELL, P. C., INGEN HOUSZ, A. J., Engineering with polymers, Cheltenham, London 1998.

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.

ROSEN, S. L., *Fundamental Principles of Polymeric Materials for Practicing Engineers*, Barnes & Noble, New York

SHEORAN, G., SHARMA, S., SHAKHER, C., Monitoring of Drying Process and Cracking/Disbonding of Paints Using Lensless Fourier transform Digital Holography, **Optics and Lasers in Engineering**, vol 49, p. 159-166, 2011.

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.

SPERLING, L. H., *Introduction to Physical Polymer Science*, Bethlehem, Pennsylvania, 2006.

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

TALBERT, R., *Paint Technology Handbook*, CRC Press, 2008.

VUOLO, J. H., *Fundamentos da Teoria de Erros*, Editora Edgard Blucher LTDA, 2002.

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

XIANG, B., Applications of Fiber Grating (FG) in Modern Optical Communications and Beyond, **International Journal of Advances in Optical Communication and Networks**, v.1, n.1, 2010.

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**, v. 30, n. 13 p. 1085-1087, 1994.

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

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

ANEXO – Publicações resultantes deste trabalho

TRABALHOS EM ANAIS DE EVENTOS

OLIVEIRA, F. M. D. R., SACCON, F. A. M., FABRIS, J. L., MULLER, M., Redes de Bragg na Monitoração do Processo de Secagem de Verniz, **15° SBMO - Simpósio Brasileiro de Micro-ondas e Optoeletrônica & 10° CBMag - Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo-MOMAG**, Paraíba, Brasil, 2012.

ZAMBIANCHI Jr., P., RIBAS, M. O., OLIVEIRA, F. M. D. R., SACCON, F. A. M., FABRIS, J. L., MULLER, M., Monitoring of Thermally Driven Drying Varnish Kinetics, **The Latin America Optics & Photonics Conference**, São Sebastião, Brasil, 2012.

OUTRAS PUBLICAÇÕES

SACCON, F. A. M., OLIVEIRA, F. M. D. R., MULLER, M. FABRIS, J. L., Monitoring Drying Process of Acrylic Varnish with Heterogeneous Optical Sensor, **22nd International Conference on Optical Fiber Sensors**, Proc. of SPIE v. 8421, Beijing, China, 2012.