

# Protótipo de ponta de prova para altas temperaturas com redes regeneradas

Valmir de Oliveira, Marcia Muller, Hypolito José Kalinowski  
Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Curitiba, Brasil  
mmuller@utfpr.edu.br

**Resumo**—As etapas de produção de uma ponta de prova robusta capaz de operar em temperaturas de até 800 °C são apresentadas. A ponta de prova emprega como transdutor de temperatura uma rede regenerada produzida em fibra ótica. A metodologia utilizada na produção da rede regenerada que permitiu um acondicionamento adequado do transdutor é descrita com detalhes. Para a faixa de temperaturas entre 22 °C e 200 °C a ponta de prova apresenta uma sensibilidade térmica linear média de 11,89 pm/°C e para a faixa entre 200 °C e 800 °C a sensibilidade é de 15,29 pm/°C, não sendo observada histerese significativa na resposta do sensor após um ciclo de aquecimento e resfriamento. São apresentados resultados de teste de estabilidade durante o qual a ponta de prova foi mantida na temperatura de 800 °C por 435 minutos.

**Palavras-chave** – *redes regeneradas, sensor de temperatura, sensor ótico.*

## I. INTRODUÇÃO

As redes de Bragg (FBG) em fibras óticas possuem uma vasta gama de aplicações no campo dos sensores óticos, sendo empregadas com sucesso na monitoração de um grande número de parâmetros físicos entre eles deformação mecânica e temperatura [1]. O princípio de operação dos sensores baseados em redes de Bragg consiste na monitoração espectral da luz refletida pelo dispositivo quando sujeito a alterações de parâmetros externos a fibra. No entanto, sensores baseados em redes de Bragg apresentam como principal limitação a temperatura máxima de operação, o que restringe o uso destes dispositivos em muitas aplicações industriais. Devido ao decaimento da refletividade das FBGs, especialmente das redes produzidas em fibras hidrogenadas [2], os sensores de temperatura baseados nestes dispositivos usualmente são empregados em aplicações nas quais as temperaturas típicas de operação encontram-se abaixo de 200 °C. As FBGs convencionais não apresentam estabilidade em temperaturas superiores e são completamente apagadas em temperaturas em torno de 350 °C a 700 °C [3]. Porém, foi reportada recentemente uma nova classe de redes obtidas a partir do fenômeno conhecido como regeneração de redes de Bragg [4, 5, 6]. As redes regeneradas apresentam como principal característica a capacidade de operação em temperaturas elevadas com grande estabilidade térmica, o que as torna potenciais candidatas ao desenvolvimento de sensores para altas temperaturas. No processo de regeneração uma rede de Bragg é aquecida até temperaturas na faixa compreendida entre

700 °C e 1000 °C. O aquecimento causa um completo ou parcial apagamento da rede de Bragg original seguido pelo crescimento de uma nova rede, chamada de rede regenerada. A rede de Bragg inicial é denominada de semente e caracteriza-se por ser fortemente saturada e por apresentar lóbulos laterais intensos, enquanto que a rede regenerada apresenta menor intensidade refletida numa banda espectral mais estreita e com pequena presença de lóbulos laterais [5, 7].

Os mecanismos responsáveis pela regeneração ainda não são totalmente compreendidos, porém parecem estar ligados aos fenômenos de difusão de defeitos [7], compactação e densificação da estrutura da sílica [5, 8]. A regeneração foi observada em redes gravadas em fibra fotossensível e/ou hidrogenada. As redes regeneradas apresentam como principal característica a elevada estabilidade térmica, tendo sido relatadas redes que resistiram a temperaturas superiores a 1300 °C [9]. Apesar da grande estabilidade térmica das redes regeneradas em temperaturas elevadas, durante o processo de produção as redes são mantidas por longos períodos de tempo em altas temperaturas (em alguns casos, próximas a temperatura de fusão da sílica). Este procedimento acarreta numa fragilização estrutural da fibra ótica tornando difícil a sua manipulação para a produção de transdutores. Sendo assim, se faz necessário o desenvolvimento de uma metodologia que permita o acondicionamento adequado da rede regenerada viabilizando o seu emprego no campo dos sensores.

Este trabalho apresenta resultados obtidos com um protótipo de ponta de prova produzido com redes regeneradas, capaz de operar em temperaturas de até 800 °C. A metodologia utilizada na produção da rede regenerada que permitiu um acondicionamento adequado do transdutor é descrita com detalhes.

## II. METODOLOGIA

A FBG utilizada na produção da rede regenerada foi escrita em fibra G-652 hidrogenada (ESMF, Draktel), empregando a técnica de exposição direta sob máscara de fase à luz em 248 nm de um laser de excímero KrF (modelo BraggStar Industrial-LN da Coherent). A exposição ao laser com uma taxa de repetição de 500 Hz, energia de 5 mJ/pulso foi realizada ao longo de 5 minutos. A rede resultante apresentou comprimento total de 4mm. Para contornar os problemas associados com a fragilidade inerente as redes regeneradas, a metodologia adotada na produção da ponta de prova consistiu

basicamente na produção da rede regenerada somente após o acondicionamento da FBG.

Assim, numa etapa inicial a FBG foi acondicionada em um tubo cerâmico com 4 mm de diâmetro interno, 6 mm de diâmetro externo e 530 mm de comprimento, constituído basicamente de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ). A alumina apresenta como principal característica a elevada resistência a altas temperaturas ( $\leq 1950\text{ }^\circ C$ ) sendo o seu uso adequado na produção da ponta de prova. Para evitar o derretimento e adesão do acrilato que recobre a fibra ao interior do tubo cerâmico durante a operação da ponta de prova em altas temperaturas, este foi removido em uma extensão de aproximadamente 500 mm. A adesão da fibra ao tubo provocaria variações no comprimento de onda de Bragg por efeito de tensão longitudinal devido às variações dimensionais do tubo cerâmico durante o aquecimento, comprometendo o funcionamento do transdutor. A fibra contendo a FBG teve uma das extremidades clivada próxima a rede e foi acomodada dentro do tubo com a FBG posicionada próxima à extremidade fechada do mesmo. Em seguida a extremidade oposta da fibra foi colada ao tubo com cola Pattex - NURAL 30 produzida pela Henkel Ibérica, que apresenta capacidade de operação em temperaturas de até  $1000\text{ }^\circ C$ . Desta forma, as dilatações térmicas do tubo não influenciam a resposta espectral da FBG. Em seguida, a extremidade da fibra externa ao tubo recebeu conector de tipo FC-SM. Uma representação esquemática da ponta de prova é mostrada na figura 1.

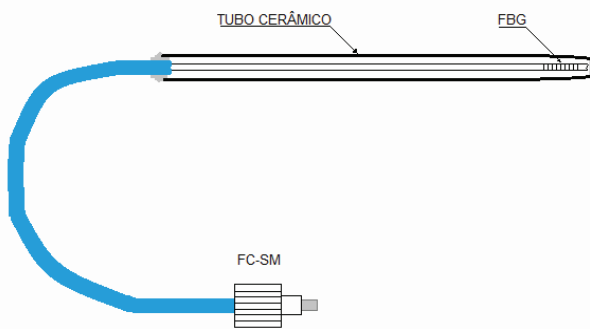


Figura 1. Representação esquemática da ponta de prova para altas temperaturas.

Numa etapa seguinte foi realizado o tratamento térmico para a regeneração da rede. Para tanto, a ponta de prova foi inserida no interior de um forno (modelo MTF 12/25A Carbolite Furnaces) com temperatura máxima de operação de  $1200\text{ }^\circ C$  e incerteza na medida de temperatura de  $0,5\text{ }^\circ C$ . A temperatura foi elevada de  $(23 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$  até  $(850 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$  numa rampa de aquecimento com duração de 78 minutos. A temperatura foi mantida em  $(850 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$  por 550 minutos, e depois de transcorrido este intervalo de tempo o forno foi desligado, retornando à temperatura ambiente após 6 horas. A ponta de prova só foi retirada do forno quando este atingiu a temperatura ambiente. Ao longo de todo o tratamento térmico foram adquiridos os espectros de reflexão da ponta de prova para o acompanhamento da formação da rede regenerada. As medidas em reflexão foram realizadas com um interrogador

(modelo SM125 da Micron Optics) com faixa de operação entre 1510 e 1590 nm e estabilidade em comprimento de onda de 5 pm.

Os ensaios para a determinação da sensibilidade térmica da ponta de prova foram realizados por meio do aquecimento em rampas com duração de 5 minutos nas quais a temperatura variou de  $(100 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$ . Entre cada rampa de aquecimento a ponta de prova era mantida no patamar de temperatura por 15 minutos. Durante o aquecimento foram adquiridos 5 espectros em cada patamar de temperatura em condições de repetitividade. Como o forno não dispunha de controle de resfriamento, este se deu em função da troca de calor com o ambiente externo. A temperatura foi medida com um termômetro digital e um termopar (tipo K), posicionado no interior do forno próximo a rede. A dependência entre o comprimento de onda de reflexão e a temperatura permitiu encontrar a sensibilidade térmica da ponta de prova tanto para o aquecimento quanto para o resfriamento.

Testes de estabilidade térmica da ponta de prova com duração de 490 minutos foram realizados na temperatura de  $(800 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$ . A ponta foi acomodada no interior do forno e a temperatura foi elevada desde  $23\text{ }^\circ C$  até  $800\text{ }^\circ C$  em 55 minutos, permanecendo neste último patamar por 435 minutos.

### III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra a evolução da temperatura e da amplitude do sinal refletido da rede durante o tratamento térmico. No gráfico, os valores de amplitude do sinal refletido em dB correspondem a diferença entre o sinal refletido no comprimento de onda de ressonância e o valor médio do ruído fora da ressonância. Durante a rampa de aquecimento a amplitude do sinal refletido manteve-se aproximadamente constante em torno dos 50,5 dB, porém ao atingir a temperatura de  $(850 \pm 0,5)\text{ }^\circ C$  a rede passou a perder refletividade. Depois de aproximadamente 80 minutos nesse patamar a amplitude do sinal refletido atingiu um valor mínimo de 11,9 dB, correspondente a uma queda de aproximadamente 38,6 dB. Nos próximos 90 minutos a rede voltou a crescer atingindo uma amplitude máxima de sinal refletido para a rede regenerada de 39 dB.

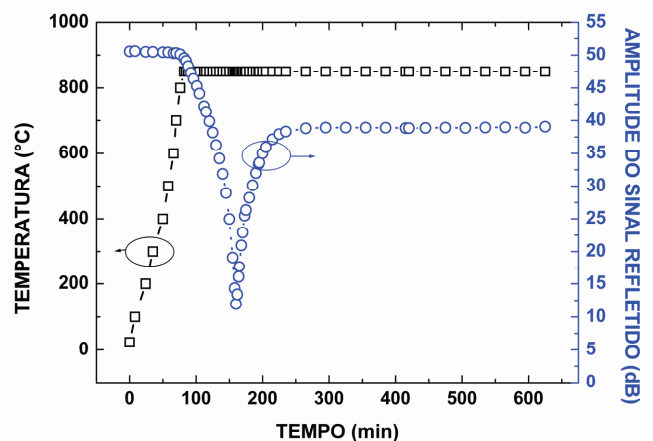


Figura 2. Evolução da temperatura (quadrados) e da amplitude do sinal refletido (círculos), durante o processo de regeneração da rede.

A Figura 3 mostra a evolução do comprimento de onda de reflexão da rede regenerada durante o ciclo de aquecimento e resfriamento até a temperatura de  $(800 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . Cada ponto experimental da Figura 3 corresponde a média das 5 medidas realizadas em condições de repetitividade. As incertezas combinadas, obtidas pelo desvio padrão da média (incerteza do tipo A) [10], pela estabilidade em comprimento de onda do interrogador SM125 (5 pm) e pela incerteza na determinação da temperatura ( $0,5 ^\circ\text{C}$ ) transformada para incerteza em comprimento de onda (incertezas do tipo B) [10], compõem as barras de erros [11]. A sensibilidade térmica foi obtida tanto para o aquecimento quanto para o resfriamento da rede, por meio de ajustes lineares realizados aos pontos experimentais em duas faixas distintas de temperatura, entre  $22 ^\circ\text{C}$  e  $200 ^\circ\text{C}$  e entre  $200 ^\circ\text{C}$  e  $800 ^\circ\text{C}$ . As retas ajustadas estão representadas por meio das linhas contínuas da Figura 3. Os ajustes lineares foram realizados considerando as barras de erros fornecidas pela incerteza combinada.

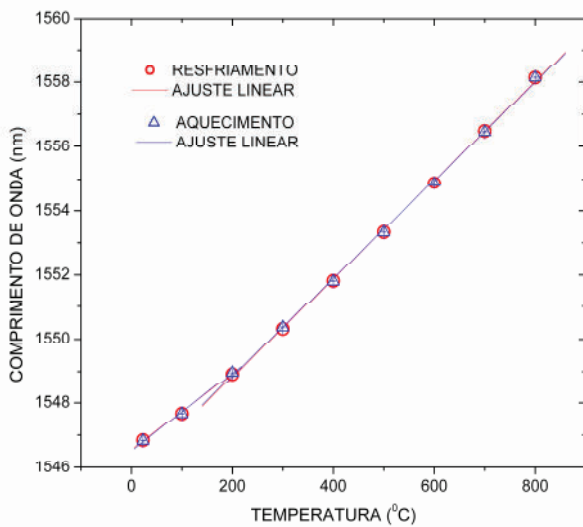


Figura 3. Evolução do comprimento de onda de reflexão da rede regenerada durante o ciclo de aquecimento e resfriamento até a temperatura de  $(800 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ . As barras de erro são menores que o tamanho dos símbolos.

A Tabela 1 apresenta as sensibilidades térmicas finais obtidas por meio dos ajustes lineares aos pontos experimentais levando em conta as barras de erros. Também são apresentados os valores de linearidade (máximo desvio absoluto dos pontos experimentais relativamente à reta ajustada) obtidos para cada faixa de temperatura, para o aquecimento e o resfriamento.

TABELA I. VALORES DE SENSIBILIDADE TÉRMICA E LINEARIDADE PARA O AQUECIMENTO E O RESFRIAMENTO DA PONTA DE PROVA.

Faixa de Temperatura	22-200 $^\circ\text{C}$	200-800 $^\circ\text{C}$
Aquecimento	Sensibilidade	$(12,09 \pm 0,04) \text{ pm}/^\circ\text{C}$
	Linearidade	13 pm ou $1,1 ^\circ\text{C}$
Resfriamento	Sensibilidade	$(11,70 \pm 0,04) \text{ pm}/^\circ\text{C}$
	Linearidade	18 pm ou $1,5 ^\circ\text{C}$

Na determinação da temperatura, quando da aplicação da ponta de prova, deve-se levar em consideração também a linearidade do sensor. A incerteza final na determinação da

temperatura será a soma da linearidade com a incerteza combinada expandida. Neste caso, os diferentes valores de sensibilidade obtidos para o aquecimento e para o resfriamento fornecem valores equivalentes para a temperatura medida, porém com valores significativos de incerteza. Este efeito é resultado do comportamento não-linear da resposta do sensor e pode ser minimizado com a determinação da curva de calibração não-linear que melhor se ajusta aos pontos experimentais.

O resultado do teste de estabilidade da ponta de prova realizado durante um ensaio com duração total de 490 minutos é mostrado na Figura 4. Durante o patamar em  $800 ^\circ\text{C}$ , foi observada uma taxa de aumento de  $2,79 \times 10^{-4} \text{ nm}/\text{minuto}$  no comprimento de onda refletido, e de  $2,74 \times 10^{-4} \text{ dB}/\text{minuto}$  na amplitude do sinal refletido. Essas taxas de aumento provocaram um desvio de aproximadamente  $0,12 \text{ nm}$  no comprimento de onda e um crescimento de aproximadamente  $0,12 \text{ dB}$  na amplitude do sinal refletido, após os 435 minutos do ensaio, indicando que o processo de formação da rede regenerada ainda não estava totalmente concluído após o tratamento térmico inicial mostrado na figura 2.

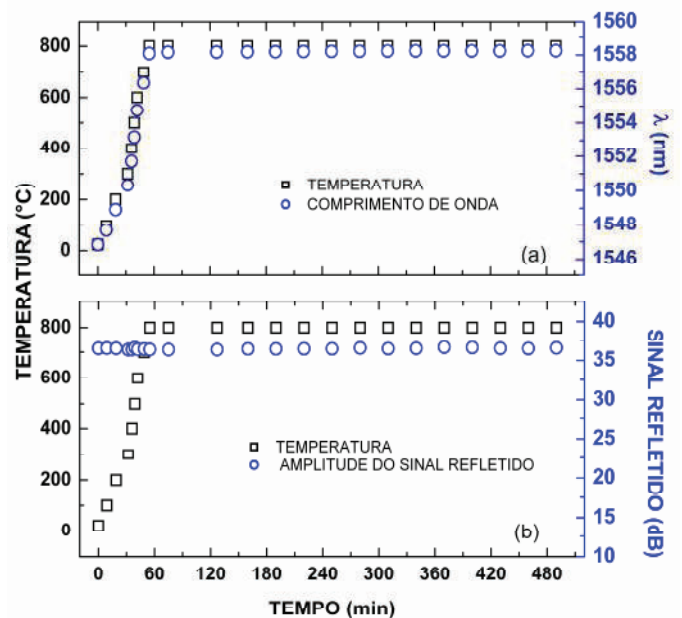


Figura 4. Teste de estabilidade da ponta de prova realizado durante um ensaio com duração total de 490 minutos: (a) Temperatura (quadrados) e comprimento de onda (círculos); (b) Temperatura (quadrados) e amplitude do sinal refletido (círculos).

#### IV. CONCLUSÕES

A metodologia empregada permitiu a produção de uma ponta de prova robusta capaz de operar em temperaturas de até  $800 ^\circ\text{C}$ , apesar da fragilidade inerente à rede regenerada empregada como transdutor. O acondicionamento da rede sensora em tubo cerâmico de alumina ( $\text{AlO}_3$ ) além de agregar robustez ao dispositivo não afeta a sensibilidade térmica da rede regenerada, uma vez que as sensibilidades térmicas médias permaneceram próximas daquelas obtidas com redes não acondicionadas. A não linearidade da resposta do

transdutor para a faixa completa de temperaturas entre 22 °C e 800 °C, não representa problema para a sua aplicação uma vez que as características do sensor podem ser facilmente definidas para diferentes faixas de operação. Para a faixa entre 22 °C e 200 °C a ponta de prova apresentou uma sensibilidade térmica linear média de 11,89 pm/°C e para a faixa entre 200 °C e 800 °C de 15,29 pm/°C. Além disso, não é observada histerese significativa.

Os testes de estabilidade realizados a 800 °C indicaram que a rede regenerada não se encontrava completamente estabilizada para operação por longos períodos de tempo nesta temperatura, sofrendo tanto deslocamento no comprimento de onda de reflexão quanto na amplitude do sinal refletido durante o ensaio.

Não foram realizados estudos detalhados da resposta da ponta de prova sensora a variações bruscas de temperatura. Um ensaio com degrau de 530 °C (a partir da temperatura ambiente, ~20 °C) mostrou que ela apresenta um retardo máximo de 30 s para indicar a temperatura medida por um termopar tipo K (Minipa, mod ET-2040), na região de 400 °C. Pouco acima de 500 °C o atraso desaparece e não há diferença entre os sensores durante um patamar na temperatura máxima do ensaio. Esse fato poderia ser devido ao maior isolamento térmico do sensor quando encapsulado pelo tubo cerâmico com uma camada ar entre eles.

Melhorias ainda podem ser realizadas tanto no acondicionamento da rede com o intuito de agregar mais robustez ao dispositivo quanto na estabilização do transdutor com a realização de tratamentos térmicos adicionais e testes de longa duração em diferentes temperaturas que permitirão determinar a confiabilidade do sensor para operação em diferentes faixas de temperatura. A determinação da curva de calibração que melhor se ajusta aos pontos experimentais da resposta do sensor a temperatura permitirá encontrar diferentes características metrológicas do sensor como conformidade, e resolução.

A Figura 5 apresenta a proposta de uma ponta sensora otimizada, utilizando uma configuração coaxial de tubos de alumina.

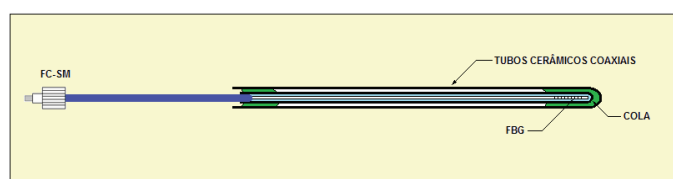


Figura 5. Representação esquemática de proposta para ponta de prova otimizada, utilizando tubos cerâmicos coaxiais

Nessa configuração a fibra que contém a rede de Bragg fica confinada em um volume menor apresentando uma maior estabilidade mecânica e potencialmente apresenta um acoplamento térmico mais eficiente com o ambiente. A fixação do tubo cerâmico interno poderá ser efetuada com a mesma cola utilizada na ponta de prova descrita anteriormente. Os tubos de alumina na proposta são do modelo Degussit AL23, com uma das extremidades fechada. O tubo interno apresenta diâmetro interno de 1,6 mm e externo de 3,0 mm. O tubo externo possui diâmetro interno de 3 mm e externo de 6,0 mm.

#### REFERÊNCIAS

- [1] K. O. Hill, G Meltz, "Fiber Bragg grating technology fundamentals and overview," *Journal of Lightwave and Technology*, vol. 15, issue 8, pp. 1263-1276, 1997.
- [2] S. R. Baker, H. N. Rourke, V. Baker, D. Goodchild, "Thermal decay of fiber Bragg gratings written in boron and germanium codoped silica fiber," *Journal of Lightwave Technology*, vol. 15, pp. 1470-1477, 1997.
- [3] G. Brambilla, "High-temperature fibre Bragg grating thermometer," *Electronics Letters*, vol. 38, pp. 954-955, 2002.
- [4] S. Bandyopadhyay, J. Canning, M. Stevenson, K. Cook, "Ultra-high temperature regenerated gratings in boron codoped germanosilicate optical fibre using 193 nm," *Opt. Lett.*, vol. 33, pp. 1917-1919, 2008.
- [5] J. Canning, M. Stevenson, S. Bandyopadhyay, K. Cook, "Extreme silica optical fibre gratings," *Sensors*, vol. 8, pp. 6448-6452, 2008.
- [6] J. Canning, S. Bandyopadhyay, M. Stevenson, P. Biswas, J. Fenton, M. Åslund, "Regenerated Gratings," *Journal of European optical Society-Rapidy Publications*, 4, no. 09052, 2009.
- [7] M. Fokine, "Formation of thermally stable chemical composition gratings in optical fibers," *Journal Optical Society of America B*, vol. 19, issue 8, p. 1759-1765, 2002.
- [8] E. Lindner, C. Chojetztki, S. Brueckner, M. Becker, M. Rothhardt, H. Bartelt, "Thermal regeneration of fiber Bragg gratings in photosensitive fibers," *Opt. Expr*, vol. 17, pp. 12523-12531, 2009.
- [9] M. L. Åslund, J. Canning, F. Hongyan, H. Tam, "Rapid disappearance of regenerated Fibre Bragg Gratings at Temperatures approaching 1500 °C in Boron-codoped Germanosilicate Optical Fibre," 4th European Workshop on Optical Fibre Sensors-EWOFS'2010, Porto, Portugal, 2010.
- [10] Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, JGCM 100:2008, published by BIPM in the name of BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML, 2008.
- [11] G. R. C. Possetti, R. C. Kamikawachi, M. Muller, J. L. Fabris, "Metrological Evaluation of Optical Fiber Grating-Based Sensors: An Approach Towards the Standardization" *Journal of Lightwave Technology (Print)*, vol. 30, pp. 1042-1052, 2012.