

# Redes de Bragg na monitoração do processo de secagem de verniz

Fernanda M. D. R. de Oliveira, Fernando A. M. Saccon, José L. Fabris, Marcia Muller

Programa de Pós Graduação em Engenharia Elétrica e Informática Industrial

Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Curitiba, Brasil

mmuller@utfpr.edu.br

**Resumo**— Resultados preliminares da aplicação de redes de Bragg em fibra ótica na monitoração do processo de secagem de um filme de verniz acrílico comercial a base de água são apresentados. A secagem do filme com espessura inicial de 500  $\mu\text{m}$  foi acompanhada ao longo de 300 minutos. As redes de Bragg foram empregadas como transdutores de temperatura e deformação mecânica, não sendo necessária a encapsulação destes dispositivos. Adicionalmente foram medidas as variações percentuais da massa do filme e da sua espessura. A análise conjunta dos dados permite a identificação de diferentes processos físico-químicos que ocorrem durante a cura do polímero.

**Palavras-chave** – secagem de verniz, redes de Bragg, sensor ótico.

## I. INTRODUÇÃO

O fenômeno de formação de um filme polimérico tem sido amplamente estudado na literatura [1-3]. No entanto, os trabalhos sobre o assunto deixam claro que as mudanças físico-químicas que ocorrem durante a secagem, assim como as etapas do processo de polimerização, ainda não são bem compreendidas.

Atualmente, as tintas representam uma das aplicações mais importantes dos polímeros. 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, [4]. A indústria de tintas, tentando satisfazer a corrente legislação ambiental e as normas reguladoras da saúde humana, desenvolveu uma metodologia alternativa de produção de tintas para obter produtos com baixo nível de emissão de Compostos Orgânicos Voláteis (COV). Portanto, para resolver estes problemas, a tinta à base de água e tintas em pó foram alternativas propostas pela indústria.

Existem alguns testes que a indústria realiza para garantir as propriedades desejadas em suas formulações. No Brasil, a determinação das etapas de secagem de tintas pelo método de ensaio é descrita pela Norma Técnica Brasileira - NBR 9558 [5]. O ensaio é realizado pelo contato dos dedos e unhas com a película de tinta e pode levar à falta de reprodutibilidade e repetitividade. Neste método de determinação, o processo de secagem é subdividido em cinco etapas: seco ao toque, livre de pegajosidade, endurecida, seca ao manuseio e completamente

endurecida. A Norma Técnica Brasileira NBR 15311[6] descreve o método de determinação do tempo de secagem de tintas e vernizes por medida instrumental estabelecendo um tempo máximo de 12 horas. Neste método, uma agulha percorre uma lâmina de vidro sobre a qual foi aplicada uma película de tinta ou verniz. O tempo de secagem é determinado pelo momento em que a agulha deixa de marcar a película. No entanto, na maioria das aplicações, um método sem contato é necessário evitando danos a superfície pintada e impressões pessoais que podem introduzir erros na determinação do tempo de secagem da pintura. Isto implica na necessidade de novas técnicas de monitoramento da secagem que possam ser aplicadas na indústria de tintas.

Quantitativamente, nem sempre é simples a avaliação dos vários estágios que precedem a secagem de uma película [7]. Fatores ambientais como temperatura, umidade e fluxo de ar, além do uso de solventes e aglutinantes influenciam o 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 são de difícil detecção pelos métodos de avaliação existentes, especialmente pelo teste padrão baseado no sentido humano.

Atualmente acredita-se que o processo de secagem de um filme polimérico esteja subdividido em três etapas principais: 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 [1]. As deformações mecânicas sofridas pelo filme ao longo da secagem estão intimamente relacionadas com as alterações estruturais sofridas nestas etapas e, portanto podem fornecer informações que permitam quantificar e compreender o processo. O estresse interno durante a formação de filmes poliméricos foi estudado por [8]. 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 um pequeno espelho preso ao substrato. Em 2010, uma rede de Bragg encapsulada foi empregada na monitoração do tempo de secagem de tintas látex comerciais [9]. A cabeça sensora, que consistia de uma FBG encapsulada, era coberta com uma fina camada de tinta. Uma segunda FBG, também encapsulada, foi utilizada como sensor de temperatura, para eliminar efeitos de sensibilidade

cruzada. O sensor se mostrou viável na identificação dos estágios de secagem previstos pela NBR 9558.

A rede de Bragg em fibra ótica consiste numa modulação periódica induzida no índice de refração do núcleo da fibra que permite a sua operação como um filtro espectral reflexivo. O dispositivo reflete uma faixa estreita de comprimentos que satisfazem a condição de Bragg de reflexão, sendo que o comprimento de onda de Bragg refletido está relacionado com a periodicidade espacial da modulação de índice de refração e com o índice de refração efetivo do núcleo da fibra. As características fotoelástica e termo-óptica da sílica permitem que deformações mecânicas e variações de temperatura provoquem um deslocamento do comprimento de onda de Bragg. Esta variação no comprimento de onda permite que uma rede de Bragg possa atuar como um sensor codificado em comprimento de onda que apresenta alta sensibilidade à deformação mecânica e variações de temperatura [10, 11]. Neste trabalho duas redes de Bragg foram empregadas como transdutores de deformação mecânica e temperatura durante 300 minutos da secagem de um filme de verniz acrílico a base de água.

## II. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

As FBGs, usadas na monitoração da secagem de um filme de verniz comercial a base de água, foram gravadas em fibra ótica padrão usada em telecomunicações. O modo de gravação foi o interferométrico utilizando máscara de fase iluminada por um laser de excímero KrF (Coherent, Xantos XS operando em 248 nm). Um acoplador 2x2 liga os quatro dispositivos envolvidos no experimento, a saber: a fonte de luz, um LED (Superlum, PILOT 2) com comprimento de onda entre 1520 e 1570 nm, um interrogador ótico (Ibsen, I-MON E 512D) operando entre 1520 a 1590 nm e as duas fibras nas quais estão gravadas as redes de Bragg FBG 1 e FBG 2. A FBG 2 é posicionada sobre uma folha de acetato e coberta com uma fina camada de tinta enquanto que a FBG 1 é suspensa, a uma distância de aproximadamente 1 cm da FBG 2, para acompanhamento da temperatura.

Uma das extremidades da FBG 2 é fixada enquanto uma massa de 5 g é presa na outra extremidade após a fibra passar por uma roldana. O pré-tensionamento da fibra permite que as deformações sofridas pelo filme (contração e/ou dilatação) sejam transferidas para a FBG 2 evitando efeitos de curvatura. Para garantir que o filme polimérico apresente uma espessura inicial constante e que a fibra ótica (com espessura de 125  $\mu\text{m}$ ) seja totalmente coberta pelo filme de verniz, são posicionados paralelamente a fibra dois guias metálicos com espessura de 510  $\mu\text{m}$ . Para a deposição do filme, o polímero é espalhado sobre a fibra com o auxílio de uma lâmina de vidro.

A Figura 1a mostra um esquema da montagem utilizada na obtenção dos dados de secagem do filme polimérico. Na Figura 1b são mostrados detalhes das disposições dos transdutores. O acoplador envia a luz do LED para as FBGs 1 e 2 e a luz refletida pelas FBGs é detectada pelo interrogador ótico. A monitoração da evolução do processo de secagem é feito durante o período do ensaio a uma taxa de 5 Hz utilizando o interrogador dinâmico. Para minimizar mudanças na temperatura, umidade e efeitos das correntes de ar, o sistema é

isolado e a temperatura mantida em torno de 25  $^{\circ}\text{C}$ . Adicionalmente, um sensor eletrônico monitora a temperatura e umidade do ambiente.

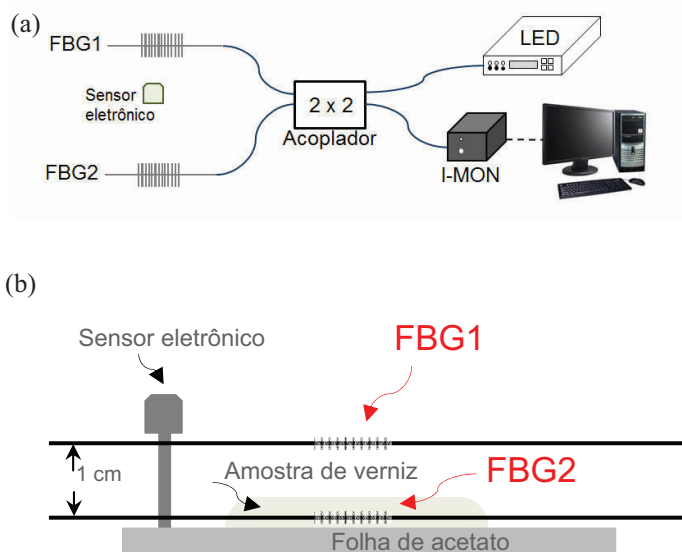


Figura 1.(a) Diagrama esquemático: (a) Montagem experimental empregada; (b) Detalhes dos transdutores.

## III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O deslocamento medido no comprimento de onda de Bragg ( $\Delta\lambda$ ) das FBGs 1 e 2 ao longo de 300 minutos da secagem do filme de verniz é mostrado na Figura 2.

A contração e dilatação do filme durante a secagem é medida pela FBG 2, imersa no verniz, por meio de deslocamentos detectados no comprimento de onda de Bragg da rede. A FBG 1 mede somente as variações da temperatura que ocorrem no ambiente próximo ao filme durante o processo. Deslocamentos negativos equivalem a uma contração do filme (FBG 2) ou redução na temperatura (FBG 1).

Ao longo dos 30 minutos iniciais o verniz encontra-se no estado líquido, não apresentando aderência suficiente sobre a fibra ótica para que a FBG 2 consiga monitorar efeitos significativos de deformação. Portanto, a variação de comprimento de onda detectada de aproximadamente 21 pm é devida principalmente à variação da temperatura. Tanto a FBG 1 quanto a FBG 2 sofrem significativo deslocamento em comprimento de onda para menores valores ao longo dos 30 minutos iniciais. Este deslocamento está associado com uma diminuição da temperatura, medida pela FBG 1 como sendo de aproximadamente 1  $^{\circ}\text{C}$  na região próxima ao filme. Adicionalmente, neste mesmo intervalo de tempo, o filme perde cerca de 13 % da sua massa por evaporação da água, com uma taxa de 1,09 mg/min. No intervalo de tempo entre 30 e 110 minutos, a FBG 1 indica ainda uma diminuição de temperatura, porém com uma taxa menor, enquanto que o comprimento de onda de Bragg da FBG 2 passa a se deslocar para maiores valores. O filme continua a perder massa, porém com uma taxa reduzida a 0,97 mg/min. Ao final dos 110 min a redução na massa do filme foi de cerca de 40 %. Neste intervalo, a evaporação da água e a aproximação das partículas

causam um aumento na densidade do filme e uma melhor adesão do verniz à fibra, propiciando a detecção das deformações mecânicas que ocorrem no filme, principalmente entre 80 e 110 min. O deslocamento em comprimento de onda observado está associado com uma expansão lateral do filme resultante do estresse induzido pela pressão de capilaridade exercida pela película formada na superfície superior. O final do intervalo marca o início da coalescência, continuando, contudo, a evaporação de água e a perda de massa. Depois de transcorridos os 110 minutos iniciais da secagem, não são mais detectadas variações significativas de temperatura e o filme deixa abruptamente de expandir e passa a contrair. Estas observações indicam uma aproximação mais efetiva das partículas do filme. No entanto ainda ocorre uma perda de massa significativa até os 180 min associada com evaporação do solvente, no caso água. Durante os experimentos a temperatura e a umidade no ambiente do experimento variaram entre 25,1 °C a 25,6 °C e 56 a 60%, respectivamente, medidos pelo sensor eletrônico. Depois de 300 minutos a massa do filme sofreu uma redução de aproximadamente 63 %.

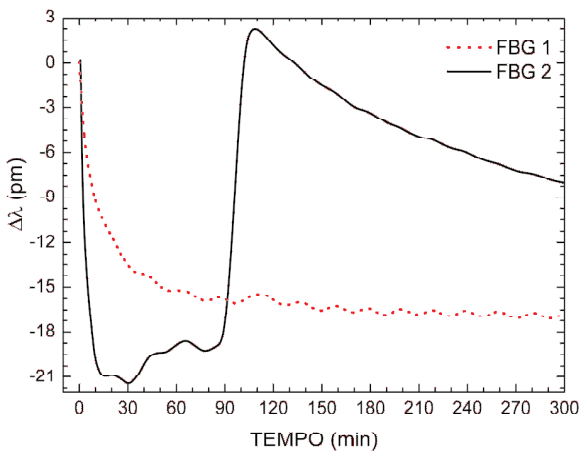


Figura 2: Variação do comprimento de onda de Bragg das FBGs 1 e 2 ao longo de 300 minutos durante a secagem do verniz.

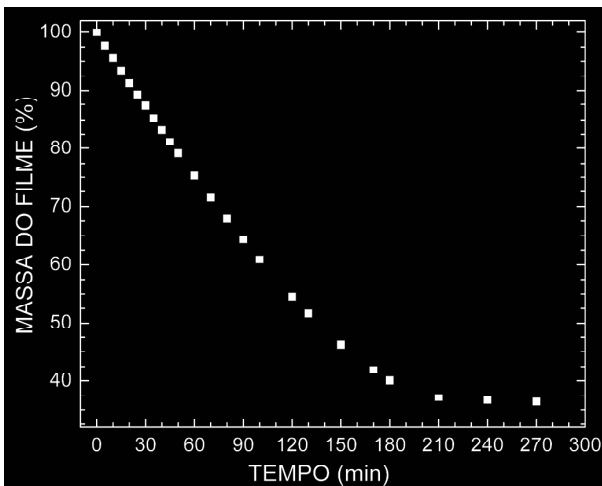


Figura 3: Variação da massa do filme medida durante 300 minutos.

#### IV. CONCLUSÕES

Os resultados apresentados neste trabalho ressaltam a possibilidade de redes de Bragg serem empregadas como transdutores de deformação mecânica no monitoramento da secagem de filmes poliméricos. As redes de Bragg utilizadas não necessitam de encapsulação especial, facilitando o uso dos dispositivos e trazendo uma resposta mais direta das deformações mecânicas sofridas pelo filme durante o processo de secagem. Os efeitos de sensibilidade cruzada do dispositivo foram identificados com o emprego de uma segunda FBG como transdutor de temperatura. O transdutor pode ser reutilizado após a remoção do filme com álcool isopropílico, tornando-o mais atrativo para aplicações comerciais.

O monitoramento das deformações mecânicas sofridas pelo filme durante a secagem pode levar à uma melhor compreensão dos fenômenos que ocorrem durante este processo, bem como à identificação das etapas envolvidas. Adicionalmente a técnica pode se transformar em uma ferramenta útil para as indústrias fornecendo informação precisa sobre o tempo de secagem das tintas produzidas e auxiliando no desenvolvimento de novas fórmulas.

#### REFERÊNCIAS

- [1] P. A. Steward, J. Hearn, M. C. Wilkinson, "An Overview of Polymer Latex Film Formation and Properties," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 86, pp. 195-267, 2000.
- [2] J. L. Keddie, "Film Formation of Latex," *Materials Science and Engineering*, vol. 21, pp. 101-170, December 1997.
- [3] S. Hu, J. Rieger, Y. Lai, S. V. Roth, R. Gehrke, Y. Men, "In-Situ Observation of Drying Process of a Latex Droplet by Synchrotron Small-Angle X-ray Scattering," *Macromolecules*, vol. 41, pp. 5073-5076, June 2008.
- [4] P. C. Powell, A. J. Ingen Housz, *Engineering with polymers*, ed. 2 Cheltenham : Stanley Thornes, 1998.
- [5] Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), "Tintas – Determinação do Tempo de Secagem – NBR 9558," Setembro 1986.
- [6] Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), "Tintas para construção civil - Método para avaliação de desempenho de tintas para edificações não industriais - Determinação do tempo de secagem de tintas e vernizes por medida instrumental – NBR 15311," Novembro 2010.
- [7] C. A. Fazano, "Tintas: Métodos de Controle de Pinturas e Superfícies," ed. 6 revista Hemus, São Paulo, 2002.
- [8] C. Petersen, C. Heldmann, D. Johannsmann, "Internal Stresses During Film Formation of Polymer Latices," *Langmuir*, vol. 15, pp. 7745-7751, 1999.
- [9] I. Lourenço, G. R. C. Possetti, M. Muller, J. L. Fabris, "Fiber Bragg Grating Sensor to Monitor Stress Kinetics in Drying Process of Commercial Latex Paints," *Sensors*, vol. 10, pp. 4761-4776, 2010.
- [10] A. D. Kersey, M. A. Davis, H. J. Patrick, M. LeBlanc and K. P. Koo, "Fiber Grating Sensors," *Journal of Lightwave Technology*, vol. 15, pp. 1442-1463, 1997.
- [11] A. Othonos, "Fiber Bragg gratings," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 68, pp. 4309-4341, 1997.