

7

Influência do campo elétrico na taxa de ataque de fibras especiais

7.1.

Introdução

Lesche et al. (1997) demonstraram que a taxa de ataque de vidros de sílica com ácido fluorídrico (HF) de concentração de 40% é alterada na presença de um campo elétrico da ordem de 20 MV/m. Este resultado tem sido extensivamente aplicado na técnica de medições interferométricas durante ataque com HF de amostras de vidros polarizados. No entanto, os campos presentes em vidros polarizados são maiores que os analisados em Lesche et al, tornando-se importante verificar experimentalmente a validade destes resultados para campos elétricos maiores que 20 MV/m. Com este propósito, neste capítulo descrevemos resultados de medições realizadas para o estudo da influência do campo elétrico na taxa de ataque de HF nas fibras especiais.

A metodologia deste trabalho se baseia na construção de uma curva de calibração que relaciona a taxa de ataque com ácido fluorídrico em fibras especiais (ACREO) não polarizadas, com o campo elétrico aplicado nestas fibras. Os resultados apresentados neste capítulo são preliminares, porém, parecem comprovar que a taxa de ataque de HF em fibras ópticas têm uma dependência linear com altos campos elétricos.

7.2.

Fibra utilizada, equipamento e montagem da experiência

A fibra F020607-1 (ACREO/Suécia) utilizada nesta experiência foi uma fibra capilar (oca) de 125 μm de diâmetro externo com um buraco no centro de 25 μm de diâmetro. É importante observar que esta fibra não possui núcleo como as fibras ópticas padrão utilizadas em telecomunicações. A fibra capilar é mostrada na figura 61.



Figura 61 - Fibra capilar (ACREO/Suécia) F020607-1. O diâmetro externo da fibra é de 125 μm e do buraco é de 25 μm .

A liga metálica utilizada como eletrodo inserido no buraco da fibra capilar foi uma liga de BiSn. As especificações desta liga metálica e a técnica de inserção da mesma são descritas no capítulo 8.

Para aplicar o campo elétrico dc nas fibras, foram usadas as duas fontes de alta tensão mostradas na figura 62, uma fonte BELTRAN de tensão positiva (de 0 kV a 20 kV) e uma fonte FUG de duas polaridades (de -10 kV a 10 kV), que foi usada para aplicar as tensões negativas.

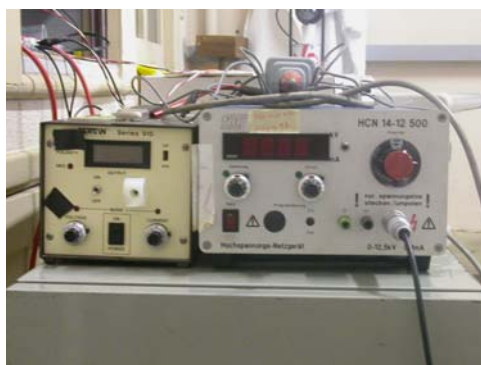


Figura 62 - Fonte de alta tensão BELTRAN 915 de 0 kV a 20 kV (esquerda) e fonte de alta tensão FUG de dupla polaridade de -10 kV a 10 kV (direita).

Um divisor de tensão, mostrado na figura 63, permitiu a aplicação das tensões negativas e positivas nas fibras. Nos primeiros experimentos, as tensões aplicadas foram: +0,99 kV, +1,98 kV, +2,99 kV no lado positivo e -0,997 kV, 1,98 kV e -2,995 kV no lado negativo; a fibra de referência estava conectada a 0kV. Numa segunda etapa, foram utilizadas as seguintes tensões: -5 kV, -3,33 kV, -67 kV, 0 kV, +1,67 kV, +3,33 kV, +5, e 0 kV.

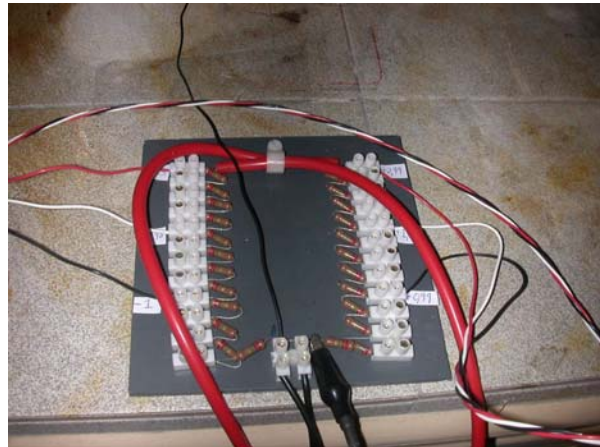


Figura 63 - Divisor de tensão, no qual o lado esquerdo estava conectado a tensões negativas e o lado direito a tensões positivas

Uma observação importante é que para sílica volumétrica, dentro da camada de depleção nos vidros polarizados, o campo aponta para dentro da superfície atacada, e a taxa de ataque é mais lenta nesta região. Já para as fibras com eletrodos inseridos, o campo apontará para fora ou para dentro, dependendo da polaridade da tensão aplicada. Tensões positivas resultarão em campos apontando para fora da fibra e tensões negativas resultarão em um campo apontando para dentro. Ou seja, espera-se que o ataque das fibras com eletrodos ligados a tensões positivas (campo apontando para fora) resulte em taxas de ataque maiores que as das fibras ligadas a tensões negativas (campo apontando para dentro).

Para os experimentos descritos neste capítulo, inseriu-se o eletrodo metálico até o extremo de cada fibra, onde foi colocada uma bolinha de epóxi de prata fazendo contato com o eletrodo, o que permitiu a conexão do eletrodo com um dos fios conectados às tensões no divisor de tensão. A conexão e a continuidade do eletrodo foram testadas com uma ponta de prova (1 GΩ). A figura 64 mostra as

fibras (canto direito inferior) conectadas a fios que, por sua vez, estão conectados ao divisor de tensão. A fibra de referência (0 kV) não foi conectada a tensão.

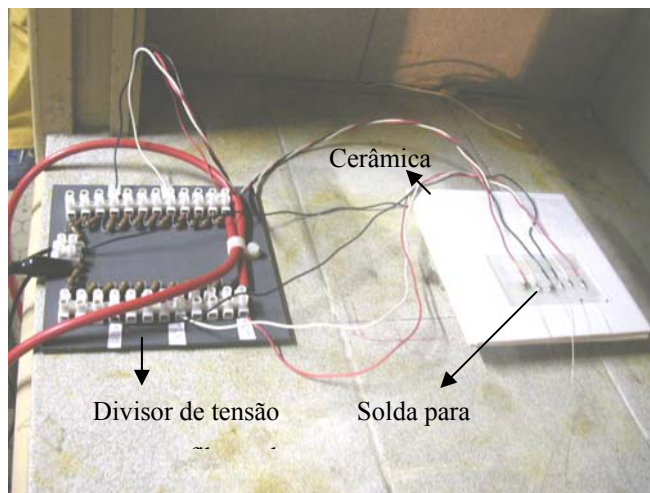


Figura 64 - Divisor de tensão e pontos de contacto entre os extremos das fibras e dos cabos.

O catodo utilizado foi um bastão de grafite, sobre o qual repousavam as fibras durante a experiência. O catodo e as duas fontes de tensão foram aterrados em um mesmo ponto para que o zero fosse o mesmo para todas as fontes de tensão. Durante o ataque, como as fibras eram submersas em HF, por serem leves, foi necessário usar um posicionador de acrílico a fim de evitar que flutuassem e perdessem o contato com o catodo. O posicionador tinha 14 orifícios, 7 em cada lado, através dos quais eram atravessadas as 7 fibras. Todo este conjunto foi colocado dentro de um recipiente de plástico contendo o HF (figura 65).

O acrilato (casca plástica que protege a fibra) das partes das fibras que ficavam dentro do posicionador de acrílico foi removido previamente com acetona. Cada parte descascada era limpa com um lenço e álcool isopropílico, a fim de remover totalmente o plástico. Esse procedimento é importante porque o ácido HF ataca o vidro, mas não ataca plástico. Para evitar o deslocamento das extremidades livres das fibras em direção ao recipiente contendo o ácido eram colocados pequenos pedaços de fita teflon dobrados em redor das fibras, justamente depois destas atravessar os orifícios do posicionador que ficavam no mesmo lado da extremidade livre, tal como é mostrado na figura 65.



Figura 65 - Durante o ataque, as fibras eram submersas em HF. Para manter as fibras em contato com o catodo de grafite, foi usado um posicionador de acrílico. Todo o conjunto era colocado dentro de um recipiente de plástico contendo o ácido fluorídrico (HF).

Para medir o diâmetro das fibras depois do ataque químico com o HF, foi utilizado inicialmente um micrômetro digital. A incerteza de medição das medições feitas com este instrumento foi grande, e incluía a incerteza na medição devido ao instrumento de medida ($\pm 1 \mu\text{m}$) e a incerteza devido à manipulação do instrumento (medição feita pelo observador). Embora as fibras antes de serem atacadas fossem resistentes a ponto de não se quebrarem ao serem medidas com um micrômetro, após o ataque se tornavam muito frágeis e quebradiças, dificultando a medição com o micrômetro. Para evitar a quebra das fibras atacadas durante a medição do diâmetro da fibra, exerceu-se a menor pressão possível ao encostar o parafuso do micrômetro na fibra. Mesmo assim, este procedimento foi fonte de grande incerteza, uma vez que houve dificuldade em se determinar com que pressão deveria se pressionar a fibra com o micrômetro - pressão de menos poderia resultar numa leitura de diâmetro maior que o real e pressão de mais poderia partir a fibra. A incerteza total estimada nas medições dos diâmetros usando o micrômetro foi de $\pm 5,0 \mu\text{m}$.

Devido ao grande erro nas medições com o micrômetro, optou-se por utilizar o microscópio óptico do Departamento de Ciência dos Materiais e

Metalurgia (DCMM) da PUC-Rio. O microscópio óptico utilizado foi um Axioplan 2 imaging, integrado ao computador com uma câmera de alta resolução Axiocam HRc. A incerteza nas medições realizadas com este instrumento foi estimada como sendo $\pm 1 \mu\text{m}$. O micrômetro digital e o microscópio óptico são mostrados nas figuras 66 e 67 respectivamente. Para fazer as medições dos diâmetros no microscópio óptico, os pedaços de fibra atacados eram colados com fita durex sobre lâminas de microscópio.



Figura 66 - Micrômetro digital.



Figura 67 - Microscópio Óptico Axioplan 2 imaging.

Como exemplo, a figura 68 mostra a imagem obtida com o microscópio óptico para a medição do diâmetro da fibra de referência após ter sido atacada por 30 min com o HF. O diâmetro resultante foi de $(66,45 \pm 1,0) \mu\text{m}$. Para controlar o tempo de duração do ataque químico foi usado um cronômetro Hanhart. O erro na medição do tempo foi de 2 segundos.

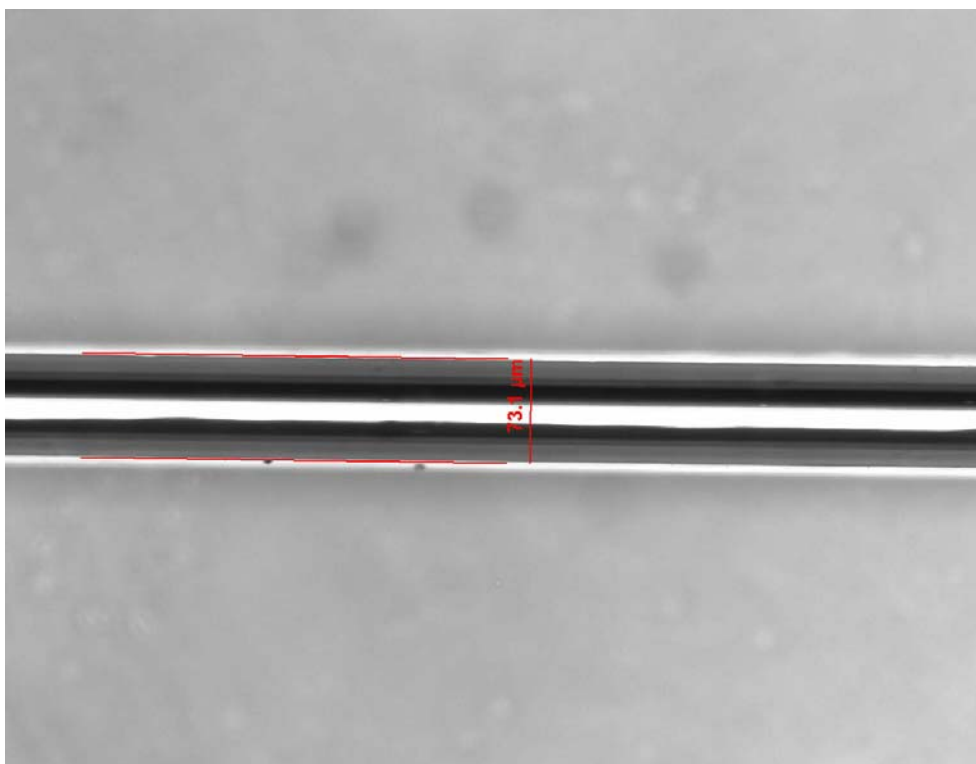


Figura 68 - Imagem obtida no microscópio óptico (DCMM/PUC-Rio) da fibra de referência depois de ter sido atacada por 30 min com ácido fluorídrico.

7.3.

Resultados da Influência do campo elétrico na taxa de ataque de fibras especiais ($V_{\max} = +3$ kV e micrômetro digital)

Antes de iniciar o estudo da influência do campo elétrico na taxa de ataque das fibras, fizeram-se dois experimentos preliminares. Primeiramente, testou-se a repetitividade dos resultados das medições dos diâmetros das fibras usando-se o micrômetro digital. Para tanto, mediu-se cinco vezes o diâmetro de um pedaço de fibra capilar sem eletrodo, encontrando-se os seguintes resultados, que indicaram haver boa repetitividade: 124 μm , 125 μm , 125 μm , 125 μm e 125 μm . O micrômetro foi zerado entre a primeira e a segunda medição, o que pode ser uma explicação para o primeiro resultado desviar dos outros.

Um segundo experimento preliminar foi feito com dois pedaços de fibra capilar sem eletrodo inserido (0 kV) e dois pedaços de fibra padrão de telecomunicações (*SMF*). Utilizando o micrômetro digital, foi medido o diâmetro d de cada pedaço de fibra após a remoção do acrilato com acetona. Os resultados

encontram-se nas três primeiras colunas da tabela 10. Fez-se então um ataque de 20 min com ácido fluorídrico (HF), após o qual mediu-se o diâmetro resultante com o micrômetro digital (os resultados encontram-se nas duas últimas colunas da tabela 10).

Tabela 10 - Medida do diâmetro obtido para duas fibras capilares e duas fibras padrão (SMF) depois de 0 min e 20 min de ataque químico com HF. As fibra 1 e fibra 2 são fibras capilares (oca), e as fibra SMF 1 e fibra SMF 2 são fibras ópticas padrão.

Parâmetro e resultados	Tempo de ataque	Diâmetro	Tempo de ataque	Diâmetro	Taxa de ataque
Rótulo	(min)	(μm)	(min)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)
Fibra 1	0	125	20	$82 \pm 5,0$	1,08
Fibra 2	0	125	20	$82 \pm 5,0$	1,08
Fibra SMF 1	0	125	20	$82 \pm 5,0$	1,08
Fibra SMF 2	0	125	20	$84 \pm 5,0$	1,03

Levando em conta que a fibra é circular, a taxa de ataque foi obtida dividindo o valor da diferença dos diâmetros antes e depois o ataque por dois, e dividindo este quociente pelo tempo do ataque, como é descrito a seguir. Seja d_i o diâmetro inicial (tempo 0 min) da fibra e d_f o diâmetro final depois do ataque químico. O diâmetro reduzido é $d_r = d_i - d_f$, e o valor do raio reduzido é:

$$r_{\text{reduzido}} = \frac{d_{\text{reduzido}}}{2} \quad (91)$$

A taxa de ataque correspondente é:

$$\rho = \frac{r_{\text{reduzido}}}{t_{\text{ataque}}} \quad (92)$$

Este experimento preliminar foi útil para se aperfeiçoar a técnica de preparação das fibras para o ataque e a técnica de medição do diâmetro das fibras antes e depois do ataque. A boa concordância entre os valores obtidos para as 4

fibras antes e depois do ataque aumentou a confiabilidade das medições dos diâmetros das fibras.

Após esta etapa preliminar, iniciaram-se os experimentos para estudar a influência do campo elétrico na taxa de ataque das fibras. Sete fibras capilares com eletrodo inserido (na *ACREO*), conectadas a diferentes valores de tensão, foram atacadas com HF durante quatro intervalos de tempo: 20 min, 10 min, 15 min e novamente 10 min. Cada ataque foi feito em um pedaço diferente de fibra de forma que o diâmetro da fibra (sem acrilato) antes do ataque químico era de 125 μm . Como estas fibras são uniformes, tomou-se a decisão de não medir cada pedaço de fibra antes do ataque, pois não valia a pena correr o risco da fibra se partir devido ao manuseio e à pressão do micrômetro. Os ataques ocorreram no mesmo dia. Cada seção das fibras a ser descascada para as experiências nos diferentes intervalos de tempo era deixada em acetona até que todo o acrilato fosse removido, o que levou aproximadamente meia hora, podendo chegar até uma hora. Os resultados encontram-se nas tabelas 11 e 12, e observações pertinentes aos experimentos estão discutidas após cada tabela. Como se pode observar, as incertezas são bem altas quando comparadas às diferenças de diâmetro das fibras.

Tabela 11 - A tabela mostra os valores das tensões aplicadas, os diâmetros resultantes e as taxas de ataque inferidas.

Experiência	a. Tempo 20 min de ataque			b. Tempo 10 min de ataque		
Parâmetro e resultados	Tensão	Diâmetro	Taxa de ataque	Tensão	Diâmetro	Taxa de ataque
Rótulo	(kV)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)	(kV)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)
Fibra 1	+3	$90 \pm 5,0$	0,88	+3	$121 \pm 5,0$	0,2
Fibra 2	+2	$88 \pm 5,0$	0,93	+2	$119 \pm 5,0$	0,3
Fibra 3	+1	$82 \pm 5,0$	1,08	+1	$112 \pm 5,0$	0,5
Fibra 4	-1	$84 \pm 5,0$	1,03	-1	$112 \pm 5,0$	0,65
Fibra 5	-2	$85 \pm 5,0$	1,0	-2	$109 \pm 5,0$	0,8
Fibra 6	-3	$84 \pm 5,0$	1,03	-3	$112 \pm 5,0$	0,65
Fibra 7	0	$84 \pm 5,0$	1,03	0	$108 \pm 5,0$	0,85

a. 20 minutos de ataque químico: As taxas de ataques para as fibras 1 e 2 com tensões aplicadas de +3 kV e +2 kV respectivamente foram mais baixas que para as das outras fibras, significando um ataque mais lento. Para as fibras restantes (com tensões aplicadas de +1 kV para baixo), as taxas de ataque tiveram

valores parecidos, sendo o mais alto para a fibra com tensão aplicada de +1 kV. A taxa de ataque para a fibra com tensão positiva foi mais alta que as das outras fibras, mas não foi possível calcular o comportamento da taxa de ataque em função da tensão. A pequena diferença entre os diâmetros foi considerada erro de medição. Na tabela 11 são mostrados os diâmetros resultantes depois do ataque e as taxas de ataque inferidas.

b. 10 minutos de ataque químico: A fibra 1 com tensão aplicada de + 3 kV quebrou antes do ataque **b**, num ponto entre o posicionador e a extremidade livre da fibra. A fim de evitar um curto circuito caso a ponta livre da fibra caísse no ácido, isolou-se a ponta da fibra com esmalte e fita de teflon. Mesmo assim, a ponta da fibra caiu no ácido no início do ataque, produzindo faíscas no ácido. Após alguns poucos minutos, as faíscas cessaram e o ataque foi continuado. Os resultados encontram-se na tabela 11. As taxas de ataque foram muito menores que as obtidas na experiência **a**, particularmente as das fibras 1 e 2. Mesmo a taxa de ataque da fibra de referência foi mais baixa que o valor esperado (pela tabela 10, 1,08 $\mu\text{m}/\text{min}$). É preciso levar em conta que cada faísca faz com que a tensão caia e ela não retorna ao valor máximo. É possível que as outras fibras ligadas à mesma fonte tenham tido uma tensão aplicada muito inferior à tensão nominal. Mais uma vez, as taxas de ataques de algumas fibras foram parecidas (fibras 1 e 2, fibras 3, 4 e 6, e fibras 5 e 7), mas não foi encontrada uma explicação aceitável para explicar porque as taxas de ataque das fibras 3, 4 e 5 foram mais baixas que as das fibras 5 e 7, assim como não encontrou-se uma explicação para a baixíssima taxa de ataque das fibras 1 e 2. Cogitou-se que o ácido poderia ter estragado no início do ataque com o choque de +3 kV, mas o dano do ácido só teria acontecido caso as fibras estivessem sujas, o que não ocorreu porque elas foram bem limpas com álcool isopropílico depois da remoção do acrilato com acetona.

Tabela 12 - A tabela mostra os diâmetros medidos e as taxas de ataque inferidas depois dos ataques químicos nos intervalos de tempo de 15 min e de 10 min.

Experiência	c. Tempo 15min de ataque			d. Tempo 10min de ataque		
Parâmetros e resultados	Tensão	Diâmetro	Taxa de ataque	Tensão	Diâmetro	Taxa de ataque
	(kV)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)	(kV)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)
Fibra 1	+3	111 $\pm$ 5,0	0,47	-3	117 $\pm$ 5,0	0,40
Fibra 2	+2	111 $\pm$ 5,0	0,47	-2	117 $\pm$ 5,0	0,40
Fibra 3	+1	108 $\pm$ 5,0	0,57	-1	117 $\pm$ 5,0	0,40
Fibra 4	-1	108 $\pm$ 5,0	0,57	+1	116 $\pm$ 5,0	0,45
Fibra 5	-2	112 $\pm$ 5,0	0,43	+2	116 $\pm$ 5,0	0,45
Fibra 6	-3	113 $\pm$ 5,0	0,40	+3	116 $\pm$ 5,0	0,45
Fibra 7	0	110 $\pm$ 5,0	0,50	0	117 $\pm$ 5,0	0,40

c. 15 minutos de ataque químico: O ataque c ocorreu sem faíscas, mas os resultados das taxas de ataque para as fibras com diferentes tensões foram muito baixos e parecidos entre si. Testaram-se, com a ponta de prova, todos os pontos no divisor de tensão e de conexão com as fibras. Os testes mostraram uma montagem sem problemas. Foi testada, também, a continuidade dos eletrodos inseridos nas fibras, quebrando as fibras um pouco abaixo do lugar onde tinha ocorrido o ataque químico e medindo nas pontas livres a tensão aplicada a cada uma das fibras. As tensões medidas estiveram próximas dos valores esperados, exceto a da fibra que deveria ter tensão aplicada igual a +3 kV (exatamente a fibra que havia caído no ácido na experiência b). Os diâmetros e taxas de ataque resultantes são mostrados na tabela 12. Mais uma vez, não foi encontrada uma explicação para as baixas taxas de ataque.

d. 10 minutos de ataque químico: A fim de testar se havia algum problema com o divisor de tensão ou com os eletrodos inseridos nas fibras, resolveu-se inverter a polaridade das tensões aplicadas às fibras, ou seja, a fibra com +3 kV aplicado passou a ter -3 kV, a fibra com +2 kV aplicado passou a ter -2 kV e a com +1 kV aplicado passou a ter -1 kV. As tensões aplicadas nas fibras foram trocadas trocando os fios de lugar no divisor de tensão. Decidiu-se fazer um ataque com a mesma duração (10 minutos) ao ataque da experiência b, para que os resultados pudessem ser comparados. Os resultados obtidos (tabela 12) foram bastante diferentes dos resultados da experiência b. Além disso, as taxas de ataque foram parecidas entre si, baixas e próximas das da experiência c. Devido aos

resultados, se apresentaram dúvidas com respeito aos contatos na montagem. As pontas das fibras foram então quebradas um pouco abaixo do local onde o ataque **d** tinha ocorrido e mediram-se as tensões nas pontas das fibras. Os resultados encontrados foram próximos aos esperados, exceto para a fibra que tinha uma tensão aplicada de -3 kV (a fibra que estava conectada a +3 kV nos experimentos **a**, **b** e **c**, e que sofreu o acidente). Também se tiveram dúvidas com respeito à calibração do micrômetro o qual foi novamente calibrado nas experiências posteriores.

Conclusão das experiências a, b, c e d: Conforme mencionado no item 7.3, esperava-se que a taxa de ataque para tensões positivas, por gerarem um campo contrário ao que se tem em amostras polarizadas, resultassem numa taxa de ataque mais alta que a da fibra de referência (sem campo) e mais alta que as fibras ligadas a tensões negativas. Este resultado não foi obtido sequer na experiência **a**, a mais confiável do conjunto de experiência **a**, **b**, **c** e **d**. Para as tensões aplicadas de +2 kV e +3 kV o ataque foi mais lento. Este resultado levou a revisar a calibração do micrômetro.

Os resultados acima geraram dúvida com relação ao micrômetro usado para as medições dos diâmetros das fibras. Como teste, mediu-se o diâmetro de uma fibra não atacada, que deveria resultar em 125 μm . No entanto, o resultado foi um diâmetro 20 μm – 25 μm acima do esperado, significando que os resultados acima não são confiáveis.

7.4.

Cálculo teórico do campo elétrico aplicado e da variação da taxa de ataque

A fim de verificar se os instrumentos utilizados tinham sensibilidade suficiente para as medições de diâmetros, foi feito um cálculo teórico da taxa de ataque esperada em função das tensões. Para estimar a razão $\rho(E_{\text{ap}})$ entre a taxa de ataque na presença de um campo elétrico e a taxa para campo elétrico zero, foi feito o cálculo do valor dos campos elétricos aplicados nas fibras em função do raio externo, que diminui ao longo do ataque, utilizando a seguinte equação:

$$E = \frac{V}{b \ln \frac{b}{a}} \quad (93)$$

onde V é a voltagem aplicada. A figura 69 ilustra cada um dos parâmetros.

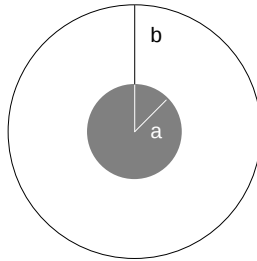


Figura 69 - A figura representa a vista transversal de uma fibra capilar, onde a é o raio do eletrodo e b o raio da fibra capilar.

Por exemplo, para uma fibra atacada por 20 min sem tensão aplicada, o diâmetro externo esperado seria em torno de $2b = 85 \mu\text{m}$ (tabela 10). Suponha que após 20 min de ataque sem tensão, a tensão seja ligada em $V = +3 \text{ kV}$. Usando estes valores e $2a = 25 \mu\text{m}$ (diâmetro do buraco/eletrodo) na equação 93, obtemos $E \approx 5,8 \times 10^7 \text{ V/m}$. Usando a equação de Leshe et al. (1997), para a razão entre a taxa de ataque na presença de um campo elétrico e a taxa de ataque para campo elétrico:

$$\rho(E_{\text{ap}}) = \frac{\text{taxa}(E_{\text{ap}})}{\text{taxa}(E_{\text{ap}} = 0)} = 1 + \alpha E_{\text{ap}} \quad (94)$$

onde $\alpha = 1,26 \times 10^{-9} \text{ m/V}$ é o coeficiente de modificação da taxa de ataque, o valor encontrado para αE_{ap} é 7,3%. Neste caso, a razão entre a taxa de ataque na presença de um campo elétrico e a taxa para campo elétrico zero, $\rho(E_{\text{ap}})$, é igual a 1,073. Isso significa que a fibra com $V = +3 \text{ kV}$ aplicado será atacada apenas 7,3% mais rapidamente que a fibra sem tensão aplicada, para um diâmetro de $2b = 85 \mu\text{m}$. Usando uma taxa de ataque sem campo aplicado igual a $1,08 \mu\text{m/min}$

(tabela 10), a taxa de ataque da fibra com tensão aplicada é 1,16 $\mu\text{m}/\text{min}$, uma diferença muito pequena para ser detectada com o uso do micrômetro, cuja incerteza foi estimada como sendo $\pm 5,0 \mu\text{m}$. Já o microscópio óptico, cuja incerteza foi estimada como sendo $\pm 1 \mu\text{m}$, teria exatidão suficiente para detectar, ao medir os diâmetros, uma diferença entre as taxas de ataque. Para diâmetros maiores, como os casos descritos no item 7.3, a diferença é menor ainda. A tabela 13 mostra αE_{ap} para diferentes diâmetros iniciais. Os resultados na tabela mostram que seria melhor trabalhar com fibras de diâmetros menores, ou seja, fibras que tenham sido previamente atacadas antes de se ligar a tensão aplicada. Infelizmente, isso não foi possível porque as fibras previamente atacadas são extremamente frágeis, quebrando facilmente, muitas vezes, durante o ataque.

Tabela 13 - αE_{ap} quando a tensão é ligada após a fibra ter sido atacada com HF por diferentes intervalos de tempo (o diâmetro externo ao se ligar a tensão é igual a 125 μm menos o raio atacado). O diâmetro do buraco da fibra é de 25 μm .

Raio atacado (μm)	Diâmetro da fibra (μm)	b (μm)	Tensão (kV)	Campo elétrico (V/m)	αE_{ap} (%)
0	125	62,5	+3,0	2,98E+07	3,76
10	105	52,5	+3,0	3,98E+07	5,02
20	85	42,5	+3,0	5,77E+07	7,27
30	65	32,5	+3,0	9,66E+07	12,17
40	45	22,5	+3,0	2,27E+08	28,58

Também é útil calcular o αE_{ap} esperado para os outros valores de tensão utilizados nas experiências **a**, **b**, **c** e **d** do item 7.3, uma vez que é de interesse saber a função da taxa de ataque com relação a diferentes tensões aplicadas. A tabela 14 αE_{ap} para +3 kV, +2 kV e +1 kV. Como se pode notar, a diferença entre as taxas de ataque das fibras é muito pequena. Usando uma taxa de ataque igual a 1,08 $\mu\text{m}/\text{min}$ para fibras sem campo aplicado (tabela 10), a taxa de ataque

para as fibras na tabela 14 seriam iguais a: 1,12 $\mu\text{m}/\text{min}$ (+3 kV), 1,11 $\mu\text{m}/\text{min}$ (+2 kV) e 1,09 $\mu\text{m}/\text{min}$ (+1 kV). Tensões negativas têm αE_{ap} iguais, mas $\rho(E_{\text{ap}})$ menores que um. Apesar da taxa de ataque aumentar com o tempo, pois o diâmetro b diminui, as taxas de ataque ainda são muito próximas umas das outras.

Tabela 14 - αE_{ap} quando a fibra com diâmetro externo é igual a 125 μm e para valores de tensão aplicada: +3 kV, +2 kV e +1 kV. O diâmetro do buraco da fibra é de 25 μm .

Raio atacado	Diâmetro da fibra	b	Tensão	Campo elétrico	αE_{ap}
(μm)	(μm)	(μm)	(kV)	(V/m)	(%)
0	125	62,5	+1	9,94E+06	1,25
0	125	62,5	+2	1,99E+07	2,51
0	125	62,5	+3	2,98E+07	3,76

Os resultados acima levaram à decisão de utilizar tensões mais altas e mais espaçadas durante o ataque químico, e usar o microscópio óptico para realizar as medições dos diâmetros.

7.5.

Resultados da Influência do campo elétrico na taxa de ataque de fibras especiais ($V_{\text{max}} = +5 \text{ kV}$ e micrômetro digital)

As fibras utilizadas neste item tiveram o eletrodo inserido na PUC-Rio. Devido às conclusões do item 7.4, decidiu-se testar outros valores de tensão aplicadas. No entanto, havia dúvida se as fibras suportariam valores altos de tensão. Decidiu-se fazer um teste para verificar se as fibras suportariam uma tensão de $\pm 5 \text{ kV}$. Foram aplicadas as tensões -5 kV, -3,33 kV, -1,67 kV, 0 kV, +1,67 kV, +3,33 kV, +5,0 kV em fibras capilares (oca) com eletrodo inserido. Mais uma vez, o eletrodo preenchia o buraco totalmente como nas experiências anteriores, portanto pode-se dizer que o diâmetro do eletrodo é 25 μm , ou seja, o mesmo do buraco.

Antes do ataque foram calculados o campo elétrico na região do raio b (figura 69) e αE_{ap} para cada tensão aplicada nas fibras capilares, utilizando-se as equações 93 e 94. É importante lembrar que para tensões menores que zero o campo elétrico aplicado aponta para dentro, e para tensões maiores que zero o

campo elétrico aplicado aponta para fora. Na tabela 15 são mostrados os resultados dos cálculos feitos. Observe que a taxa de ataque é uma função linear da tensão aplicada.

Tabela 15 - Tensão aplicada, campo elétrico calculado e variação inferida da taxa de ataque.

Tensão	Campo Elétrico	αE_{ap}
(kV)	(V/m)	(%)
-5,0	-4,97E+07	-6,26
-3,33	-3,31E+07	-4,18
-1,67	-1,66E+07	-2,09
0	0	0
+1,67	1,66E+07	2,09
+3,33	3,31E+07	4,18
+5,0	4,97E+07	6,26

Os valores de taxa de ataque da tabela 15 foram promissores, portanto, tentou-se fazer um ataque químico durante 30 min nas 7 fibras. Infelizmente, apenas após 10 min, a fibra com tensão aplicada igual a +5 kV se partiu dentro do ácido, e foi necessário desligar a fonte que fornecia a tensão positiva, pois estava provocando curto no ácido. Desta forma, as fibras que com tensão aplicada igual a +1,67 kV, +3,33 kV e +5 kV foram atacadas por 10 min com tensão aplicada e por 20 min sem tensão aplicada. Entretanto, as fibras com tensões aplicadas iguais a -1,67 kV, -3,33 kV e -5 kV foram submetidas a um ataque de 30 min com tensão aplicada.

O valor do diâmetro final da fibra de referência depois do ataque de 30 min (0 kV) foi de $(61 \pm 5,0) \mu\text{m}$. A taxa de ataque para esta fibra foi, então, igual a $1,067 \mu\text{m}/\text{min}$., razoavelmente próximo do valor da tabela 10 ($1,08 \mu\text{m}/\text{min}$).

A tabela 16 mostra os resultados das medições dos diâmetros das fibras com o micrômetro digital. Apesar de sua alta incerteza, optou-se por usar o micrômetro nesta etapa dos experimentos por ser uma etapa preliminar. Como pode ser visto nos resultados da tabela 16, os resultados tiveram, apesar da alta incerteza, o comportamento esperado, ou seja, as fibras nas quais foi aplicada tensão positiva

tiveram uma taxa de ataque mais alta (diâmetro menor) que as fibras nas quais foi aplicada tensão negativa (diâmetro maior).

Tabela 16 - Diâmetros medidos com micrômetro digital. As fibras expostas a tensões negativas sofreram ataque durante 30 minutos com tensão aplicada. As fibras expostas a tensões positivas sofreram ataque de 10 minutos com tensão aplicada e 20 minutos sem tensão. A fibra de referência sofreu 30 minutos de ataque com 0 kV.

Tensão	Diâmetro medido após ataque de 30min com tensão aplicada	Diâmetro medido após ataque de 10min com tensão aplicada e 20 min sem tensão
(kV)	(μm)	(μm)
-5,0	$67,0 \pm 5,0$	-
-3,33	$64,0 \pm 5,0$	-
-1,67	$64,0 \pm 5,0$	-
+1,67	-	$62,0 \pm 5,0$
+3,33	-	$60,0 \pm 5,0$
+5,0	-	Fibra partiu
Tensão	Diâmetro medido após ataque de 30min	
(kV)	(μm)	
0	$61 \pm 5,0$	

Apesar da fibra na qual foi aplicada a tensão de +5,0 kV ter se partido após 10 minutos de ataque químico, decidiu-se repetir o ataque, em novos pedaços de fibras, utilizando as mesmas tensões: -5 kV, -3,33 kV, -1,67 kV, 0 kV, +1,67 kV, +3,33 kV, e + 5,0 kV.

7.6.

Resultados da Influência do campo elétrico na taxa de ataque de fibras especiais ($V_{\text{max}} = +5 \text{ kV}$ e microscópio óptico)

Nesta parte das experiências foram feitos três ataques químicos com ácido fluorídrico, HF, para os quais foram usados dois grupos de sete fibras. O primeiro grupo de fibras foi atacado duas vezes, em pedaços diferentes das fibras, e o segundo grupo fio atacado uma vez. Em cada grupo, uma das fibras não teve tensão aplicada (referência), enquanto que três fibras tinham tensões negativas e três fibras tinham tensões positivas.

O primeiro e segundo ataques (primeiro grupo de fibras) foram de 30 min, o terceiro e o quarto ataques (segundo grupo de fibras) foram de 40 min e de 20 min respectivamente. O comprimento dos eletrodos inseridos nas fibras foi entre 40 cm e 55 cm.

Antes de iniciar as experiências descritas neste item, teve-se acesso a um novo suprimento de ácido HF de concentração de aproximadamente 40%, que foi utilizado para os ataques descritos a seguir.

Depois do primeiro ataque, cada fibra foi clivada em um ponto um pouco acima do ataque, para que o pedaço atacado pudesse ser examinado com o microscópio óptico. Consequentemente, o eletrodo no final da fibra ficou exposto, o que poderia causar um curto no ácido. Para isolar o eletrodo nas fibras, foi usado fita teflon no extremo livre de cada fibra.

Foram feitas 2 medições de diâmetro em cada fibra, com o microscópio óptico, para diminuir a incerteza. Após a medição do diâmetro das fibras atacadas, foi calculada a taxa de ataque.

No primeiro ataque (tabela 17, figura 77 e figura 78), foram aplicadas as seguintes tensões: -5 kV, -3,33 kV, -1,67 kV, 0 kV, +1,67 kV, +3,33 kV, e +5 kV. As fibras que estavam com +1,67 kV e +5 kV aplicados ao eletrodo se partiram (a fibra que estava com + 5 kV partiu-se quando tinham transcorrido 10 min de ataque). A tabela 17 mostra os valores encontrados para os diâmetros medidos com um microscópio óptico, incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$, e as taxas de ataque correspondentes. Mais uma vez, o resultado encontrado foi o esperado: as fibras nas quais foi aplicada tensão positiva tiveram uma taxa de ataque mais alta (diâmetro menor) que as fibras nas quais foi aplicada tensão negativa (diâmetro maior).

A figura 70 mostra o gráfico do diâmetro medido em função da tensão aplicada, onde se pode observar que o diâmetro diminui quando a tensão aplicada aumenta. Pode-se observar também que as duas medições feitas para cada valor de tensão tiveram resultados com baixa dispersão, exceto para o caso da tensão igual a -3,33 kV, cuja dispersão está fora da faixa de incerteza ($\pm 1,0 \mu\text{m}$).

Tabela 17 - Diâmetros medidos com o microscópio óptico depois do ataque químico 1 durante 30 min para as fibras submetidas a diferentes tensões (incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$), e taxas de ataque correspondentes.

Tensão aplicada (kV)	-5	-3,33	-1,67	0	+3,33
Diâmetro (2 medições) (μm)	a.73,1 b.73,1	a.75,09 b.71,3	a.69,67 b.70,02	a.66,45 b.67,24	a.66,88 b.67,58
Taxa de Ataque (2 medições) ($\mu\text{m}/\text{min}$)	a.0,87 b.0,87	a.0,83 b.0,90	a.0,92 b.0,92	a.0,98 b.0,96	a.0,97 b.0,96

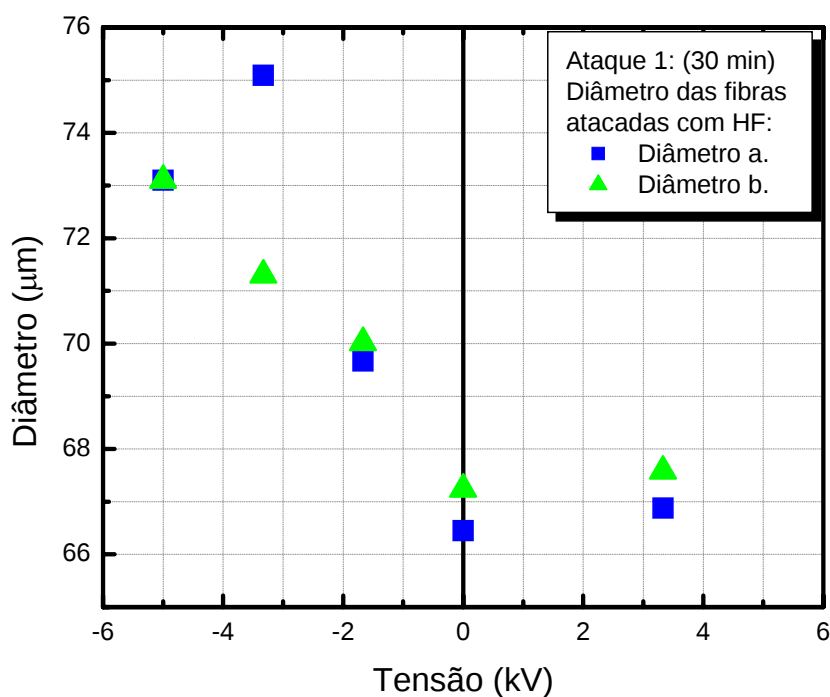


Figura 70 - Diâmetro resultante das fibras depois do ataque 1 de 30 min com HF, versus a tensão aplicada. Medida realizada com microscópio óptico. A incerteza de medição foi igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$.

A figura 71 mostra as taxas de ataque calculadas a partir dos diâmetros medidos. Pode se observar que a curva da taxa de ataque deste conjunto de medidas se comporta da forma esperada: aproximadamente linear, com taxas de ataque mais altas para voltagens positivas (campo apontando para fora) e taxas de

ataque mais baixas para voltagens negativas (campo apontando para dentro, como na sílica volumétrica polarizada).

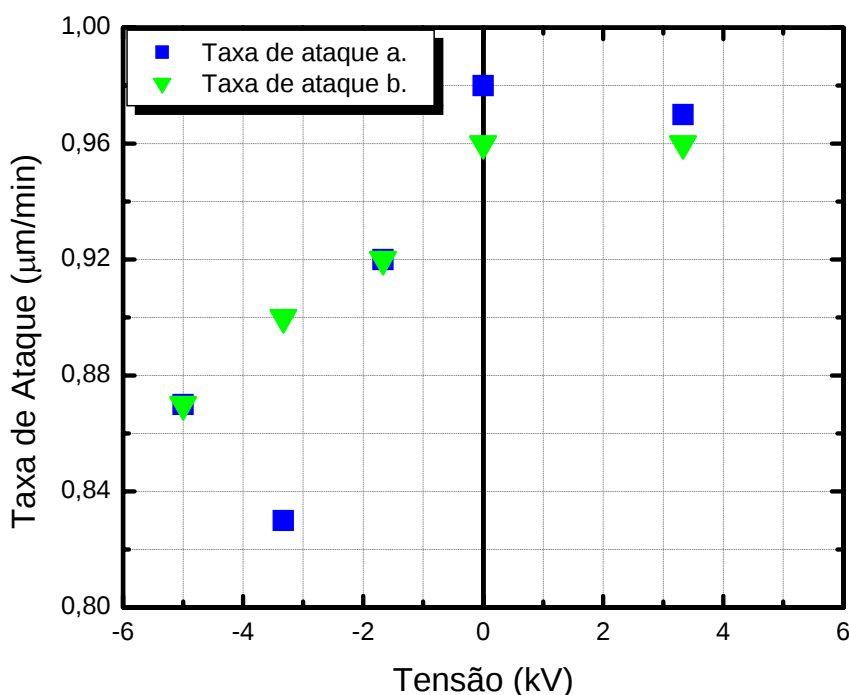


Figura 71 - Taxa de ataque obtida depois do ataque 1 versus a tensão aplicada para cada fibra.

No segundo ataque, decidiu-se usar tensões um pouco mais baixas, a fim de tentar evitar que as fibras se partissem durante o ataque. Portanto, para esta segunda tentativa, ainda com o primeiro grupo de fibras, foram aplicadas as seguintes tensões: -4 kV, -2,66 kV, -1,33 kV, 0 kV, +1,33 kV, +2,66 kV e +4 kV. Mesmo assim, durante o ataque químico, a fibra com tensão aplicada de +2,66 kV partiu. A tabela 18 mostra os valores encontrados para os diâmetros medidos com um microscópio óptico, incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$, e as taxas de ataque correspondentes.

Apesar das duas medições feitas para cada valor de tensão não apresentarem alta dispersão, os resultados para diferentes tensões apresentam alta dispersão entre si. Mesmo assim, é possível observar que a taxa de ataque tende a aumentar com o aumento da tensão aplicada.

Tabela 18 - Diâmetros medidos com o microscópio óptico depois do ataque químico 2 durante 30 min para as fibras submetidas a diferentes tensões (incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$), e taxas de ataque correspondentes.

Tensão (kV)	-4,0	-2,66	-1,33	0	+1,33	+4,0
Diâmetro (2 medições) (μm)	a.76,6 b.76,01	a.75,91 b.77,29	a.71,01 b.71,89	a.77,52 b.75,58	a.66,9 b.65,94	a.74,25 b.73,71
Taxa de Ataque (2 medições) ($\mu\text{m}/\text{min}$)	a.0,81 b.0,82	a.0,81 b.0,80	a.0,90 b.0,89	a.0,79 b.0,82	a.0,97 b.0,99	a.0,85 b.0,85

A figura 72 mostra o gráfico do diâmetro medido em função da tensão aplicada, onde se torna evidente a dispersão entre resultados para diferentes valores de tensão aplicada. A figura 73 mostra as taxas de ataque calculadas a partir dos diâmetros medidos. Apesar da alta dispersão entre os resultados, é possível observar um aumento da taxa de ataque quando a tensão aplicada aumenta.

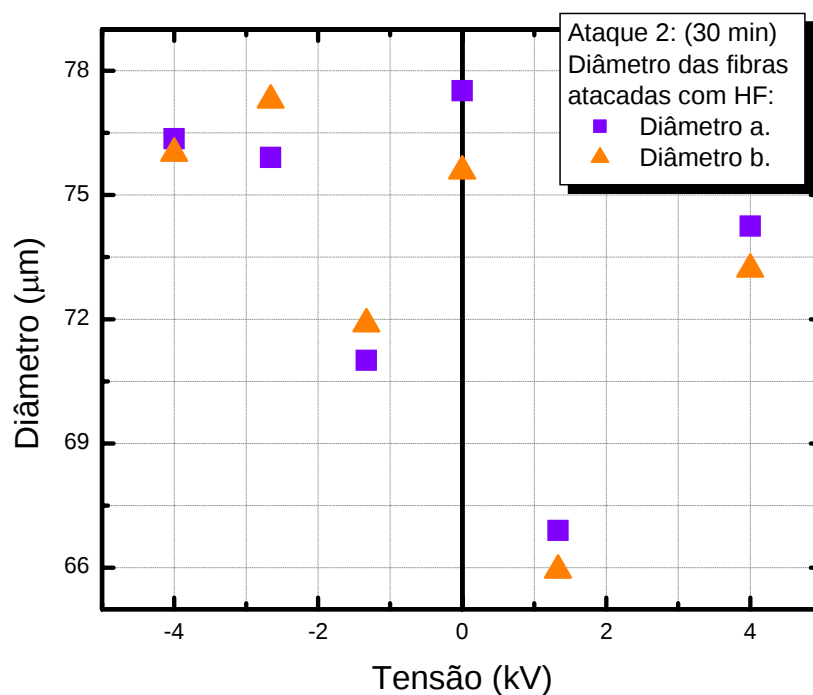


Figura 72 - Diâmetro resultante das fibras depois do ataque 2 de 30 min com HF versus a tensão aplicada. A incerteza de medição foi igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$.

Uma possível explicação para a alta dispersão dos resultados para este segundo ataque pode ser o fato deste ataque ter sido feito em fibras que haviam sido expostas a altos campos durante o primeiro ataque, que durou 30 minutos, o que pode tê-las fragilizado. Outra explicação pode ser a diminuição da tensão máxima aplicada de +5,0 kV para + 4 kV e, conseqüentemente, uma diferença menor entre as tensões aplicadas às fibras. É curioso que há alta dispersão entre os resultados para diferentes tensões aplicadas, mas há baixa dispersão entre os resultados para a mesma tensão.

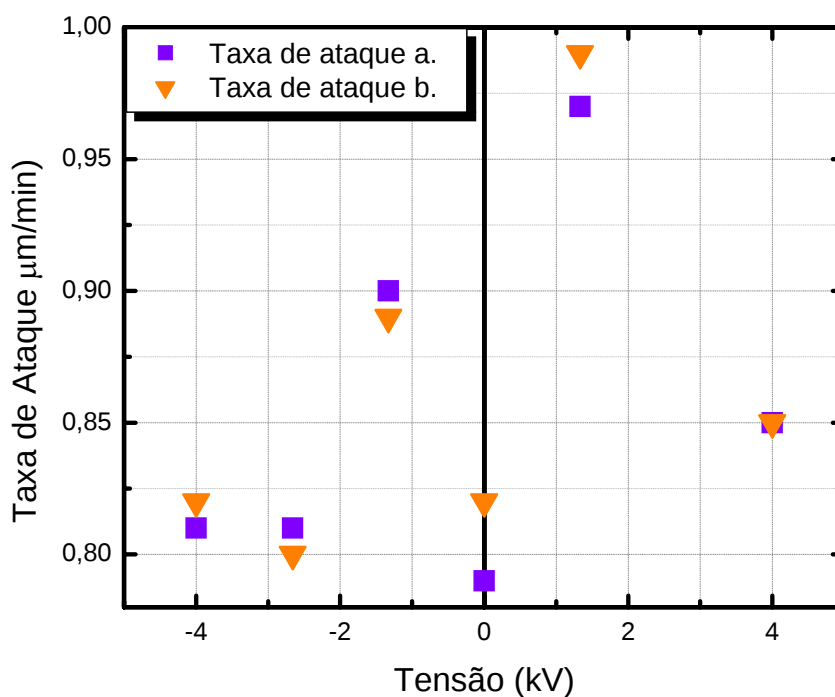


Figura 73 - Taxa de ataque obtida depois do ataque 2 de 30 min versus a tensão aplicada para cada fibra.

No terceiro e quarto ataques também foram aplicadas as tensões utilizadas no segundo ataque: -4,0 kV, -2,66 kV, -1,33 kV, 0 kV, +1,33 kV, +2,66 kV e +4,0 kV. No terceiro ataque (segundo grupo de fibras) nenhuma fibra quebrou, e o tempo do ataque foi de 40 min. A tabela 19 mostra os valores encontrados para os diâmetros medidos com um microscópio óptico, incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$, e as taxas de ataque correspondentes. Assim como para o ataque 2 deste item (7.6), apesar das duas medições feitas para cada valor de tensão não apresentarem alta dispersão, os resultados para diferentes tensões apresentam alta dispersão entre si. Mais uma vez, é possível observar que a taxa de ataque tende a aumentar com o aumento da tensão aplicada.

Tabela 19 - Diâmetros medidos com o microscópio óptico depois do ataque químico 3 durante 40 min para as fibras submetidas a diferentes tensões (incerteza de medição igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$)

Tensão	Diâmetro (2 medições)	Taxa de ataque (2 medições)
(kV)	(μm)	($\mu\text{m}/\text{min}$)
-4,0	a. 58,64 b. 58,19	a. 0,83 b. 0,84
-2,66	a. 60,36 b. 60,86	a. 0,81 b. 0,80
-1,33	a. 61,81 b. 60,25	a. 0,79 b. 0,81
0	a. 57,06 b. 58,14	a. 0,84 b. 0,84
+1,33	a. 52,54 b. 51,29	a. 0,91 b. 0,92
+2,66	a. 56,98 b. 58,01	a. 0,85 b. 0,84
+4,0	a. 50,95 b. 52,09	a. 0,93 b. 0,91

A figura 74 mostra o gráfico do diâmetro medido em função da tensão aplicada. Desprezando-se os pontos para tensão igual a -4,0 kV, observa-se uma tendência linear para a função do diâmetro com relação à tensão aplicada, apesar da dispersão entre resultados para diferentes valores de tensão aplicada. A figura 75 mostra as taxas de ataque calculadas a partir dos diâmetros medidos. Mais uma vez, apesar da alta dispersão entre os valores, é possível observar um aumento da taxa de ataque quando a tensão aplicada aumenta, especialmente quando os pontos para -4,0 kV são desprezados.

Mais uma vez, não foi encontrada uma explicação para a alta dispersão dos resultados para este segundo ataque. Como as fibras usadas neste ataque estavam sendo expostas a tensão pela primeira vez, não cabia a explicação de que estavam frágeis por já terem sido expostas a tensão. Haja visto que esse foi o único ataque realizado onde não houve quebra de pelo menos uma fibra. Por outro lado, o aumento da duração do ataque de 30 minutos para 40 minutos deveria diminuir a dispersão entre os resultados para diferentes tensões aplicadas, o que não ocorreu.

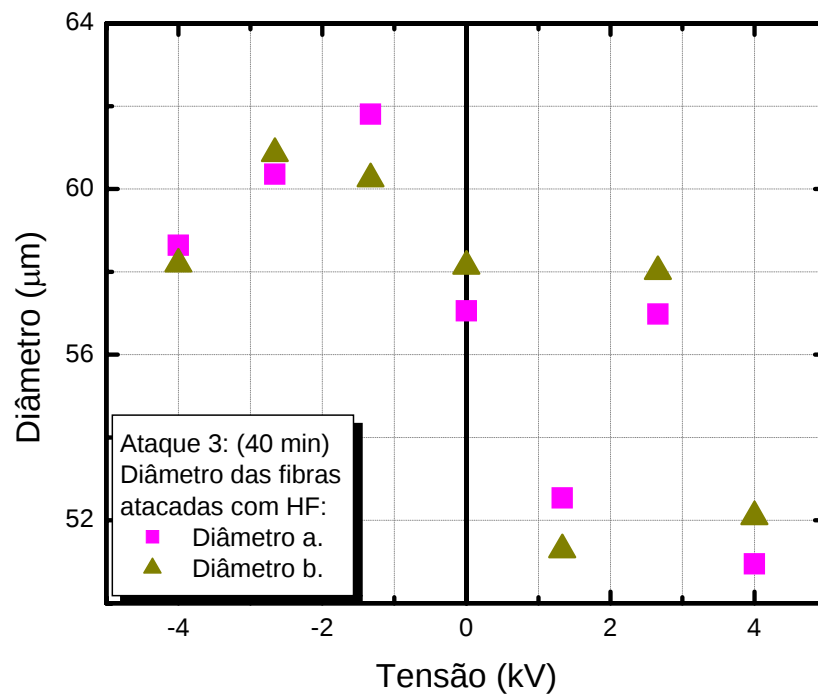


Figura 74 - Diâmetro resultante das fibras depois do ataque 3 de 40 min com HF versus a tensão aplicada. A incerteza de medição foi igual a $\pm 1,0 \mu\text{m}$.

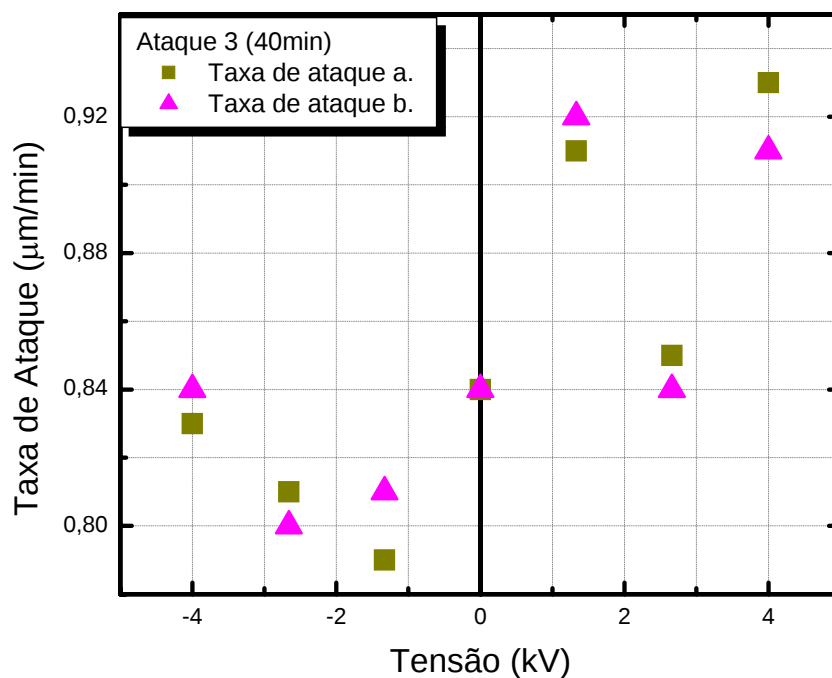


Figura 75 - Taxa de ataque obtida depois do ataque 3 de 40 min versus a tensão aplicada para cada fibra.

7.7. Conclusões

A medição dos diâmetros das fibras levantou muitas dúvidas, mas parecem indicar que o ataque das fibras com eletrodos ligados a tensões positivas (campo apontando para fora) resulte em taxas de ataque maiores que a das fibras ligadas a tensões negativas (campo apontando para dentro). No entanto, as incertezas das medições, mesmo quando o microscópio óptico foi utilizado, foram altas. Para distinguir a parte da fibra descascada que estava dentro do ácido, foram delimitados os extremos desta região colocando esmalte sobre a fibra. Após a experiência, este pedaço da fibra foi colado em uma lâmina de microscópio, colocando em um extremo da fibra fita durex para prendê-la, para depois ser observada no microscópio óptico. Quando as fibras eram coladas na lâmina de microscópio, tentava-se levar em conta qual era a região da fibra que tinha estado em contato com o catodo, no entanto, isso nem sempre foi possível. O melhor, para se ter um resultado reprodutível, seria medir o diâmetro exatamente entre o

ponto em contato com o catodo e o outro ponto do lado oposto. Devido a dificuldades experimentais, não houve certeza se a medição estava sendo feita nesta região.

Futuras experiências poderiam diminuir as incertezas, se for tomada a precaução de colar a fibra na lâmina de microscópio na mesma posição que tinha quando estava no ácido durante o ataque. Poderia-se, então, fazer várias medições, por exemplo cinco, com a fibra nessa posição e mais cinco medições virando a fibra 90° , e observar qual grupo de medidas está mais próximo ao resultado esperado.

A figura 76 ilustra a sugestão de como fazer esta medição. A idéia seria fazer medições entre **a** e **b** e entre **c** e **d** em vários pontos da fibra que estejam em contato com o eletrodo durante o ataque. As medições deste capítulo que foram feitas no microscópio óptico foram mais ou menos perto da posição de a-b-c-d, mas não exatamente. Porém não houve controle algum se a medição era **a-b** ou **c-d**.

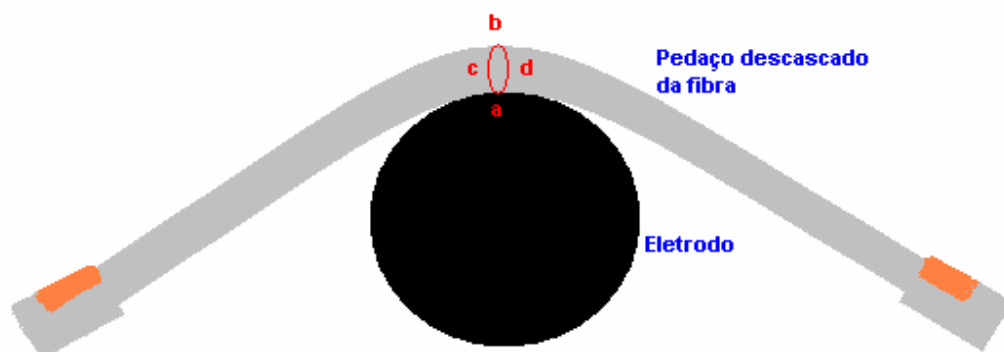


Figura 76 - A figura mostra a parte da fibra em contacto com o catodo. As medições do diâmetro resultante após do ataque deveriam ser feitas entre os pontos a e b.