



# **UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ**

*Programa de Pós-graduação em Física*

---

**Angela Maria Picolloto**

## **INTERFEROMETRIA DE ONDA TÉRMICA COM RADIAÇÃO DA LÂMPADA DE ARCO XENÔNIO: TESTE EM CIMENTO ENDODÔNTICO RÁPIDO**

**Orientador: Prof. Dr. Antonio Carlos Bento**

Dissertação de mestrado apresentada à  
Universidade Estadual de Maringá para a obtenção  
do título de mestre em Física

---

Maringá, Novembro/2012

**Angela Maria Picolloto**

**INTERFEROMETRIA DE ONDA TÉRMICA COM  
RADIAÇÃO DA LÂMPADA DE ARCO XENÔNIO: TESTE  
EM CIMENTO ENDODÔNTICO RÁPIDO**

**Orientador: Prof. Dr. Antonio Carlos Bento**

Dissertação de mestrado apresentada à  
Universidade Estadual de Maringá para a obtenção  
do título de mestre em Física

## Dedicatória

*Dedico esta dissertação:*

*A mente humana, ela tem habilidades incríveis.*

*Que cada um aprenda a caminhar dentro de si e explorar-se.*

*E se caminhar não tenha medo de se perder.*

*E se perder-se não tenha medo de mudar rotas.*

*E se mudar, repense sua vida, mas não desista.*

*Dê sempre uma nova chance para si mesmo.*

**Augusto Curry- Livro Mentas Treinadas, Mentas Brilhantes.**

## Agradecimentos

- Ao professor Dr. Antonio Carlos Bento pela sua orientação, sua dedicação, sua persistência e sua paciência.
- Aos meus colegas Taiana Grazielle Morretti pelas medidas com o DRX, Rogério Ribeiro Pezarini pelas medidas de calor específico, Vinicius Vaulei Gonçalves Mariucci pelo amplificador, e colaboração no programa da Espectroscopia Fotoacústica, a Vitor Santaella Zanutto pela colaboração ao programa da Espectroscopia de Ondas Térmicas, à Francine Baesso Guimarães Astrath por suas contribuições ao estudo dos materiais odontológicos, e a todos os meus colegas (alunos e professores) do GEF, pois todos contribuem de alguma forma com incentivo, auxílio físico e computacional, discussões construtivas, estudo, elucidações, cafezinhos e muitos outros fatores;
- Ao professor doutor João Carlos Silos Moraes pelas amostras CER e MTA estudadas no trabalho;
- A todo corpo docente do departamento de física da UEM;
- Aos meus colegas de mestrado, a convivência com todos foi muito edificante;
- A todos os funcionários do DFI, principalmente á Akiko que definitivamente auxilia muito na minha organização, ao pessoal da Mecânica, Jurandir e Marcio, e ao Marquinhos do almoxarifado, e Sergio da eletrônica;
- A UEM pela disposição do espaço de estudo e trabalho;
- Ao CNPQ pela disposição dos equipamentos de laboratórios e a oportunidade da Iniciação Científica;
- A capes pela a concessão da bolsa de mestrado;
- À Deus pelas oportunidades de crescimento, aprendizado e evolução que sempre me dá, e também por sua imensa bondade em nos conceber um anjo da guarda, para nos auxiliar durante a caminhada da vida;
- A minha família, por sempre me incentivarem á prosseguir com os estudos;
- As crianças da evangelização do Recanto Espírita Somos Todos Irmãos. Elas sem dúvida alguma me dão energia para querer ser sempre uma pessoa melhor a cada dia;
- Aos meus colegas evangelizadores;
- Aos meus amigos do grupo de estudos Emmanuel, pela a paciência e acolhimento;

## Sumário

Resumo .....	11
Abstract .....	12
Objetivo .....	13
1. Introdução .....	14
1.1. Considerações Gerais Sobre a Ciência Fototérmica .....	14
1.2. Ondas Térmicas.....	16
1.3. Interferometria de Ondas Térmicas: TWI .....	18
1.4. O Durepox.....	19
1.5. A Pasta Térmica .....	20
1.6. O Cimento Portland.....	20
1.7. O MTA .....	21
1.8. O Cimento Endodôntico Rápido: CER.....	23
Referências Bibliográficas .....	25
2. Desenvolvimento Teórico .....	28
2.1. Considerações Teóricas Iniciais .....	28
2.2. Equações Diferenciais Para a Condução e Transferência de Calor-1D ....	30
2.3. Coeficientes de Fresnel .....	32
2.4. Temperatura Superficial na Amostra .....	35
2.5. Equações Fundamentais da Interferometria de Ondas Térmica: Modelo Opaco.....	38
2.6. Equações Fundamentais da Interferometria de Ondas Térmicas: Modelo da Aderência.....	44
Referências Bibliográficas .....	50
3. Desenvolvimento Experimental.....	54
3.1. Propriedade Térmica de Vários Materiais .....	54
3.2. Montagem Experimental da TWI .....	55
3.3. Preparação das Amostras.....	58
3.4. Os substratos de Aço Inox .....	65
3.5. O substrato de Vidro Soda Lime.....	66
3.6. As Fontes de Iluminação.....	66
3.7. Detectores de Infravermelho.....	68

<b>Referências Bibliográficas .....</b>	<b>70</b>
<b>4. Resultados e discussão.....</b>	<b>72</b>
<b>4.1. Considerações Sobre as Propriedades Térmicas dos Materiais</b>	
<b>Estudados.....</b>	<b>72</b>
<b>4.2. As amostras de Durepox.....</b>	<b>74</b>
<b>4.3. Pasta Térmica-Resultados da Camada de Aderência Para Análise dos</b>	
<b>Cimentos Odontológicos .....</b>	<b>79</b>
<b>4.4. Cimento Portland .....</b>	<b>92</b>
<b>4.5. Cimento Endodôntico Rápido (CER) e Mineral Trioxide Aggregate.....</b>	<b>95</b>
<b>Referências Bibliográficas .....</b>	<b>106</b>
<b>5. Conclusões e Perspectivas.....</b>	<b>108</b>
<b>Apêndice A.....</b>	<b>109</b>
<b>Apêndice B.....</b>	<b>110</b>
<b>Apêndice C.....</b>	<b>113</b>
<b>Apêndice D.....</b>	<b>115</b>
<b>Apêndice E.....</b>	<b>121</b>

## Lista de Figuras

- Figura 1.1: Esquema do fotofone construído por Graham Bell no século XIX. Sua aplicação era para a transmissão de voz à distância sem a necessidade de cabos de comunicação. Com este aparelho, Bell observou acidentalmente o efeito fotoacústico.....15
- Figura 1.2: Reflexão das ondas térmicas dentro da espessura da amostra.....17
- Figura 1.3: Depois que a amostra absorve radiação, o efeito fototérmico pode de dar por vários processos, de modo direto como o decaimento térmico, ou indireto que são de decaimento não térmico, como a transferência de energia, fotoeletrecidade, fotoquímico e luminescência ..... 18
- Figura 1.4 (a): O clínquer é obtido em fornos elevados com elevadas temperaturas, da ordem de 1450 °C. (b): Os esferoides tirados do forno endurecidos e incandescente são obtidos após saírem do forno. (c): Os esferoides são resfriados e moídos até se obter o pó de clínquer ..... 21
- Figura 1.5(a): Pá dosadora mede a quantidade do pó de MTA necessária, 200 mg para cada 57  $\mu\text{L}$  de água. (b) A água endurece o pó de MTA formando a massa que será aplicada na boca humana para aplicações clínicas. (c): A agulha de Gilmore é utilizada para verificar o tempo de presa do MTA.....23
- Figura 2.1: Um pequeno elemento de volume de um corpo sólido na forma de cubo, com um fluxo de calor atravessando a superfície  $S$ . Representação para  $x$  em coordenada cartesiana ..... 30
- Figura 2.2: Meio 1 representado em rosa e meio 2 representado de marrom. De maneira análoga a da luz visível, as ondas térmicas incidem, refletem e transmitem sobre os materiais.....33
- Figura 2.3: Componentes da onda térmica dentro de uma amostra. As setas indicam que a onda térmica é transmitida para o substrato, volta, se refletindo entre as interfaces amostra-substrato e é transmitida novamente na interface amostra-gás.....38
- Figura 2.4: Simulação teórica do sinal normalizado versus a espessura térmica normalizada  $la_s$  para variados coeficientes de reflexão térmica entre substrato e amostra,  $-1 < R_b < 1$ . O valor assumido para  $R_g = 0.99$ .....42
- Figura 2.5: Simulação teórica para a  $\phi$  versus  $la_s$  considerando  $R_g = 1$ . A diferença de fase não é superior a 45°. A simulação considerou o intervalo para  $R_b \rightarrow [-1, 1]$ .....44
- Figura 2.6: As ondas térmicas transmitidas atravessam a camada de aderência e vão para o substrato. Como sequências são refletidas da interface camada de aderência-amostra e transmitidas pela interface amostra-gás.....45
- Figura 2.7: Gráfico da diferença de fase versus a espessura térmica normalizada para o modelo da TWI com a camada de aderência, com  $\alpha_s = 60 \cdot 10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$  e  $\alpha_s = 2 \cdot 10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$  e as espessuras para amostra e camadas de aderência com  $l_s = 600 \mu\text{m}$  e  $l_c = 200 \mu\text{m}$ . O coeficiente de reflexão efetivo entre a interface da amostra gás é  $\Gamma_0=1$ .....49
- Figura 3.1: Representação esquemática da montagem experimental da TWI usada tanto para o modelo opaco e o de aderência.....56
- Figura 3.2: Geometria para as amostras de cimentos odontológicos com espessura média de 600  $\mu\text{m}$ , colados sobre camadas de pasta térmica com espessura aproximada de 218  $\mu\text{m}$ . O substrato utilizado foi de aço inox AISI 316 termicamente grosso, com 3,16 mm de espessura (b): Visão central da ilustração à esquerda. As 4 primeiras amostras são do grupo de 25  $\mu\text{m}$  de granulometria, com a sequência do volume de emulsão em ordem crescente (140-170)  $\mu\text{L}$ , em sequência as amostras do grupo de 38  $\mu\text{m}$ , 45  $\mu\text{m}$  e 53  $\mu\text{m}$ , mantendo sempre a ordem de emulsão. A amostra MTA foi à última medida.....59
- Figura 3.3: Desenho ilustrativo para as amostras de cimento com espessuras descritas nas na tabela 3.4.....62

<i>Figura 3.4: Desenho esquemático da disposição das camadas de pasta térmica sobre os substratos de vidro soda lime e o aço inox AISI 304.....</i>	<i>64</i>
<i>Figura 3.5: Variação das espessuras da resina epóxi sobre o vidro soda lime.....</i>	<i>65</i>
<i>Figura 3.6: Espectro de absorção da termopilha.....</i>	<i>68</i>
<i>Figura 4.1: Gráfico adquirido experimentalmente da fase pela a posição, dada por duas frequências das quais foram medidas. O substrato empregado foi o vidro soda lime.....</i>	<i>75</i>
<i>Figura 4.2: Fases médias das amostras agrupadas por frequências versus a espessura térmica normalizada.....</i>	<i>76</i>
<i>Figura 4.3: Gráfico com o resultado experimental para a resina epóxi. Foi possível encontrar a região termicamente grossa após 20.5 Hz.....</i>	<i>78</i>
<i>Figura 4.4: Gráficos encontrados experimentalmente para a fase e o sinal com relação à posição. Novamente escolhemos duas frequências para serem trabalhadas. Os gráficos acima exibem os resultados sobre o substrato e os gráficos abaixo apresentam os resultados experimentais sobre o vidro soda lime.....</i>	<i>80</i>
<i>Figura 4.5: Gráficos com a relação da das fases médias das amostras com <math>l\sqrt{f}</math> para os substratos de inox e de vidro.....</i>	<i>81</i>
<i>Figura 4.6: Dados ajustados para a pasta térmica sobre os substratos de aço inox e vidro soda lime respectivamente.....</i>	<i>83</i>
<i>Figura 4.7: Gráficos da fase e do sinal para as pastas térmicas sobre os substratos de inox e de vidro respectivamente.....</i>	<i>84</i>
<i>Figura 4.8 Gráfico das fases médias versus <math>l\sqrt{f}</math> das pastas térmicas sobre os substratos de inox e de vidro.....</i>	<i>85</i>
<i>Figura 4.9: Gráficos da diferença de fase entre as espessuras das camadas com relação à espessura térmica normalizada.....</i>	<i>87</i>
<i>Figura 4.10: Varreduras realizadas no sentido da menor para maior espessura. Fases e sinais observados experimentalmente.....</i>	<i>88</i>
<i>Figura 4.11: Fases médias encontradas para as camadas de pastas térmicas com distintas espessuras.....</i>	<i>89</i>
<i>Figura 4.12: Ajuste da diferença de fase do modelo opaco das amostras de pasta térmica á direita para a base de soda lime e á esquerda para o aço inox 304.....</i>	<i>90</i>
<i>Figura 4.13: Fase térmica e o sinal térmico medidos para as amostras de cimento Portland.....</i>	<i>92</i>
<i>Figura 4.14: Fases médias do cimento.....</i>	<i>93</i>
<i>Figura 4.15: Fases médias do cimento.....</i>	<i>94</i>
<i>Figura 4.16: Ajuste médio do modelo da diferença de fase opaco para as amostras de cimento.....</i>	<i>96</i>
<i>Figura 4.17: Resultados do sinal e fase para a frequência de 25 Hz, para o grupo de amostras de 25 <math>\mu\text{m}</math>.....</i>	<i>97</i>
<i>Figura 4.18: Ajustes usando o modelo com aderência para a diferença de fase versus <math>l\sqrt{f}</math> para as amostras de cimentos odontológicos.....</i>	<i>99</i>



<i>Figura 4.19: Difusividade, condutividade, efusividade térmica e capacidade térmica volumétrica em dependência com a concentração do volume de emulsão para os conjuntos de amostras separados para os grupos de várias granulometrias.....</i>	<i>101</i>
<i>Figura 4.20: Médias dos valores da difusividade, condutividade, efusividade térmica e a capacidade térmica volumétrica em função da granulometria.....</i>	<i>102</i>
<i>Figura 4.21: Difusividade, efusividade e condutividade térmica em função da espessura das amostras.....</i>	<i>104</i>
<i>Figura D.1: Interferência á nível planar.....</i>	<i>116</i>
<i>Figura D.2: Varredura de (10-80)°, passo de 0.2°. Imagem do difatograma da pasta térmica. ....</i>	<i>117</i>
<i>Figura D.3: Aparato experimental.....</i>	<i>118</i>

## ***Lista de Tabelas***

<i>Tabela 2.1: Alguns parâmetros físicos mais abrangentes na teoria da TWI<sup>[1]</sup>. Os subscritos g, simbolizam o gás, b, o substrato, s, a amostra e i o meio analisado. As unidades de medida estão submetidas ao sistema cgs.....</i>	<i>29</i>
<i>Tabela 3.1: Propriedades Térmicas de alguns materiais.....</i>	<i>55</i>
<i>Tabela 3.2: As condições experimentais utilizadas neste trabalho para cada grupo de amostra utilizada.....</i>	<i>57</i>
<i>Tabela 3.3: Espessuras das amostras de CERS e MTA e das camadas de pasta térmicas nas quais foram coladas respectivamente.....</i>	<i>60</i>
<i>Tabela 3.4: Espessuras das cinco camadas analisadas no trabalho.....</i>	<i>61</i>
<i>Tabela 3.5: Espessuras para as pastas térmicas sobre os dois substratos, de aço inox e vidro soda lime.....</i>	<i>63</i>
<i>Tabela 3.6: Espessuras de detecção para as 4 camadas de epóxi.....</i>	<i>65</i>
<i>Tabela 3.7: Principais Características dos detectores térmicos da Oriel Corporation.....</i>	<i>69</i>
<i>Tabela 4.1: Parâmetros térmicos encontrados para as resinas.....</i>	<i>73</i>
<i>Tabela 4.2: Propriedades encontradas para a pasta térmica.....</i>	<i>73</i>
<i>Tabela 4.3: Propriedades térmicas encontradas para os cimentos.....</i>	<i>74</i>
<i>Tabela 4.4: Propriedades térmicas encontradas para os cimentos endodônticos.....</i>	<i>74</i>
<i>Tabela 4.5: Dados das fases médias para a menor frequência avaliada e a maior frequência medida.....</i>	<i>77</i>
<i>Tabela 4.6: Resultados das propriedades térmicas medidas e calculadas através do ajuste da figura 4.3.....</i>	<i>78</i>
<i>Tabela 4.7: Parâmetros Térmicos Obtidos Da Pasta Térmica por TWI com 2 substratos e 3 fontes de iluminação.....</i>	<i>91</i>
<i>Tabela 4.8: Resultados da média dos parâmetros térmicos encontrados experimentalmente para a pasta térmica.....</i>	<i>92</i>
<i>Tabela 4.9: Valores das fases médias para as amostras de 2-34 Hz.....</i>	<i>94</i>
<i>Tabela 4.10: Propriedades térmicas do cimento Portland obtidas via TWI.....</i>	<i>95</i>
<i>Tabela 4.11: Resultados dos parâmetros térmicos para a amostra padrão.....</i>	<i>98</i>
<i>Tabela 4.12: Valores médios para as amostras de CERS e de MTA, distribuídas de forma geral, por tamanho de grão e por volume de emulsão.....</i>	<i>103</i>

## **Resumo**

Neste trabalho a técnica de Interferometria de Ondas Térmicas (TWI) é aplicada para o estudo e análise das propriedades térmicas de amostras de Cimento Endodôntico Rápido (CER). Este novo cimento odontológico foi desenvolvido pelo grupo de vidros e cerâmicas do departamento de físico químico da UNESP/Ilha Solteira, e as amostras foram analisadas a partir das diferentes granulações (peneiradas por 25, 38, 45, 53)  $\mu\text{m}$  e também por diferentes concentrações do volume do gel emulsificante (140, 150, 160, 170)  $\mu\text{L}$ . Todas as medidas experimentais referentes às propriedades térmicas foram realizadas em laboratórios do GEF (Grupo de Estudos de Fenômenos Fototérmicos) da UEM. Um modelo com aderência para a TWI foi desenvolvido em virtude do uso de camadas de pasta térmica, que foi considerada na determinação das propriedades térmicas das amostras odontológicas. O conhecimento dessas propriedades podem auxiliar na escolha de uma formulação otimizada para o novo material odontológico em termos de sua aplicação na odontologia. Os resultados foram comparados aos da amostra de MTA, já aplicada como uso clínico. A TWI no modelo opaco também foi aplicada para a caracterização de propriedades com o auxílio da luz branca para algumas amostras: a pasta térmica, do cimento Portland e da resina epóxi.

## **Abstract**

This experimental technique Thermal Wave Interferometry (TWI) with white light instead laser heating is applied in the study and analysis of thermophysics parameters of Fast Endodontic Cement. This new dental cement is based on clínquer added barium sulphate and emulsion gel and was desenvolved in the Physics-Chemical Department of UNESP-Brazil. Prior samples present composition dependent upon grain sizes (sieved for 25, 38, 45 and 53  $\mu\text{m}$ ) and stabilized in gel emulsion with (140, 150, 160 and 170  $\mu\text{L}$ ). All experiments owing thermophysics parameters were carried out by TWI with arc Xe lamp. The opaque model was modified accordingly to take into account sample adherence on substrate, as needed by this technique. Results besides toward Mineral Trioxide Aggregate (MTA) properties, agreeing pretty well with its thermophysics properties. The used of arc Xe lamp was a prior validated with measurements of thermal grease, Portland cement and epoxy resin. All results were in agreement with literature.

## **Objetivos**

O objetivo central para este trabalho é a determinação da efusividade e da difusividade térmica para as amostras de cimentos endodônticos rápidos codificados como CERs e comparar os resultados com uma amostra de cimento comercial MTA e com o cimento Portland visando a melhor otimização do tamanho do grão e do volume de emulsão para este novo material odontológico, CER. Ao invés do laser usado convencionalmente para a técnica, utilizou-se uma fonte de luz branca de arco Xe.

Os objetivos secundários são a determinação da efusividade térmica da pasta térmica usada como camada de aderência estudada nos materiais odontológicos já que medidas com a pasta térmica nos permite uma avaliação do experimento da técnica de Interferometria de Ondas Térmicas através dos resultados obtidos por três fontes de radiação distintas e dois substratos de materiais diferentes.

E por fim o outro objetivo coadjuvante é a detecção da sensibilidade da TWI para o monitoramento de fase e sinal das amostras com diferentes camadas de espessuras analisando as amostras de pasta térmica, cimento Portland e resina epóxi, também medido experimentalmente com o aquecimento por luz branca de arco Xe.

## 1. Introdução

### 1.1. Considerações Gerais sobre a Ciência Fototérmica

Atualmente a ciência fototérmica abrange uma grande variedade de técnicas experimentais, e modelos teóricos que se fundamentam na conversão de energia luminosa modulada ou pulsada, que é absorvida e transformada em energia térmica e química. Esta conversão da energia de excitação em calor cingem muitos materiais sólidos, líquidos ou gasosos. Esta energia de excitação causa a ativação dos estados mais excitados dos átomos e das moléculas, ocorrendo em seguida uma série de decaimentos não radioativos perdendo a energia de excitação, e aquecendo os materiais. Hoje em dia estas técnicas são aplicadas para a pesquisa e caracterização das propriedades térmicas dos materiais <sup>[1]</sup>.

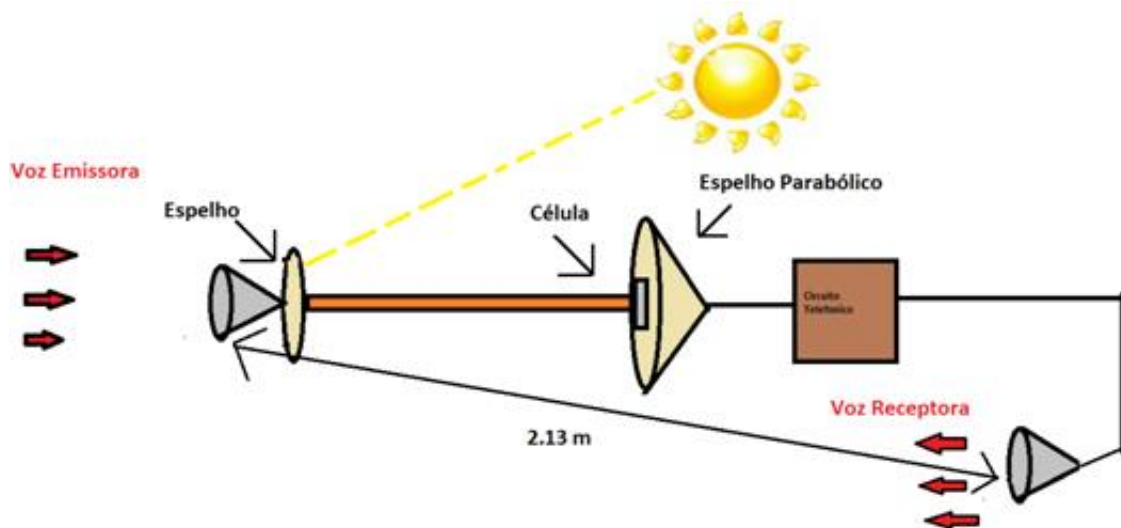
O primeiro efeito detectado dentro da técnica fototérmica foi o efeito fotoacústico, notado pelo cientista e inventor Alexander Graham Bell em 1880, quando trabalhava em seu fotofone <sup>[2]</sup>. O fotofone era um instrumento com a finalidade de comunicação à distância, sem o uso de cabos elétricos, onde poderia transmitir o som de sua voz a um espaço de 2.13 m. O fotofone inventado por Bell possibilitava que através da modulação de um feixe de luz solar pela a própria voz, vibra-se o espelho preso no diafragma num tubo gerando um sinal acústico no fone do aparato telefônico. Esta luz foi focalizada por um espelho parabólico sobre uma célula de selênio<sup>i</sup> conectada a um circuito elétrico de um telefone. A voz de Alexander modulava a luz solar, que variava a resistência elétrica da célula de selênio que gerava o som da fala (que nada mais era do que um sinal acústico) quando o feixe de luz era interrompido (aproximadamente 1000 vezes por segundo, valor relatado por Bell) por um disco giratório perfurado e era transmitido pelo telefone, que atuava como um receptor.

Bell continuou as suas pesquisas e percebeu que ao se mudar os materiais iluminados ou a intensidade da luz solar a intensidade do som variava e que inicialmente dependia do quadrado da intensidade inicial da luz. Para as suas pesquisas, Bell

---

<sup>i</sup> Knox em 1837 já havia descoberto que o selênio é um ótimo condutor de eletricidade quando aquecido, e Hittorff em 1851 descobriu que o selênio se comportava de modo alotrópico para distintas temperaturas.

dependia extremamente de fatores ambientais, principalmente com a intensidade do feixe de luz, e o seu ouvido era o próprio detector dos sinais sonoros observados. Dois outros cientistas bastante respeitados na época, Raylengh e Roentgen compartilharam da investigação científica de Bell, mas por falta de detectores apropriados na época esta pesquisa não prosseguiu.



**Figura 1.1:** Esquema do fofone construído por Graham Bell no século XIX. Sua aplicação era para a transmissão de voz à distância sem a necessidade de cabos de comunicação. Com este aparelho, Bell observou acidentalmente o efeito fotoacústico.

Durante a década de 70, quando os espectrômetros e alguns microfones já haviam sido inventados, assim como o laser, e os amplificadores, a ciência fototérmica voltou a ser estudada, e começaram-se a desenvolver as técnicas experimentais e os modelos matemáticos. Em 1973, Parker pesquisava alguns gases, por efeito fotoacústico e observou um sinal fraco originado nas janelas transparentes, se propondo assim a estudar o desenvolvimento de um modelo teórico para o sinal fotoacústico <sup>[3]</sup>. Alguns anos mais tarde, Gersho e Rosencwaig apresentaram a sua teoria para sólidos utilizada até hoje para o modelo para o efeito fotoacústico <sup>[4]</sup> e conseqüentemente observaram também um efeito fototérmico, que em seu conceito atual consiste na origem dos efeitos associados com o surgimento do calor em um material, causado pela absorção da radiação eletromagnética que interage com a matéria. Posteriormente Bennet e Patty

apresentaram a teoria e a técnica de Interferometria de Ondas Térmicas fundamentada no efeito fotoacústico <sup>[5]</sup>.

## 1.2.Ondas Térmicas

As ondas térmicas são ondas de infravermelho <sup>ii</sup>. O conceito de ondas térmicas é muito explorado na ciência fototérmica, se subjugando aos conceitos de reflexão, de refração, interferência e de espalhamento. As ondas térmicas aparecem em um material por causa da sua capacidade de absorver radiação eletromagnética ativando nos átomos e nas moléculas um estado excitado de energia. No momento em que um sólido recebe uma radiação modulada de uma fonte de luz, as ondas térmicas são geradas na amostra nos pontos em que a luz é absorvida trazendo uma liberação de calor na forma de ondas, em decorrência do decaimento não radioativo <sup>[5]</sup>. O decaimento não radioativo ocorre quando os átomos e moléculas saltam de um estado quântico para o outro sem que ocorra uma geração de radiação. Isto pode dar por relaxação vibracional, que é quando devido as colisões as moléculas perdem parte da sua energia vibracional, ou por conversão da energia interna, onde os átomos procuram saltarem para estados de energias estados que possuam spins de mesma multiplicidade. Com esta propagação de calor, passa a existir oscilações térmicas na amostra. O calor se propaga no meio antes do estado de equilíbrio ser alcançado. Quando a radiação que chega ao material é modulada o estado de equilíbrio alcançado poderá ser considerado dinâmico, pois haverá uma variação de temperatura constante na superfície da amostra <sup>[6]</sup>.

Nos sólidos, a geração de energia térmica <sup>iii</sup> a adição da energia vibracional da rede <sup>iv</sup> tem muita contribuição para a energia térmica dos materiais, podendo ser considerada como uma série de ondas superpostas, com o espectro de frequências determinados pelas as propriedades elásticas <sup>[7]</sup> do cristal <sup>v</sup>.

---

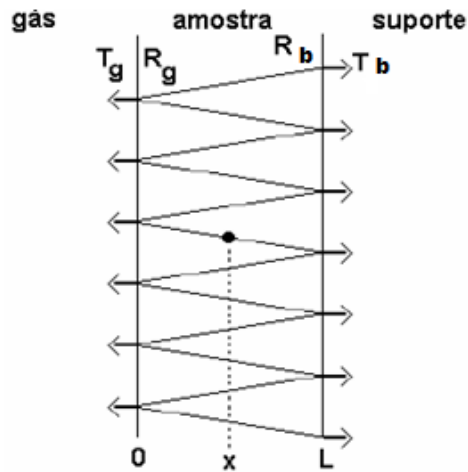
<sup>ii</sup> As ondas de infravermelho vão do limite de 700nm-1mm.

<sup>iii</sup>  $E = E_{ele} + E_{vib} + E_{rot}$ , sendo  $E_{ele} > E_{vib} > E_{rot}$ .

<sup>iv</sup> Uma rede cristalina é classificada como " Qualquer arranjo atômico ordenado no espaço de distribuição do cristal. "

<sup>v</sup> Denomina-se um cristal " Qualquer material que possua uma estrutura regularmente repetida e com um padrão de difração de picos pouco alargados. "





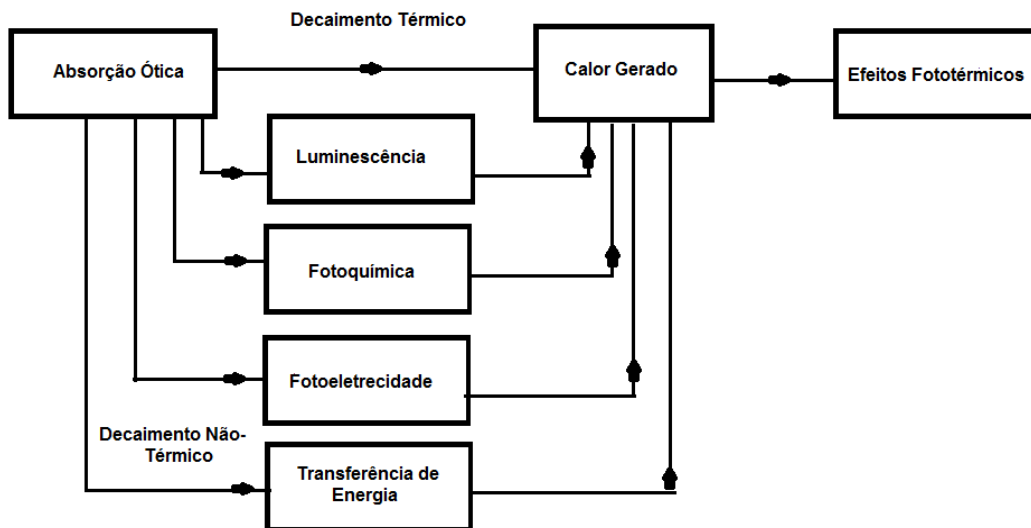
**Figura 1.2:** Reflexão das ondas térmicas dentro da espessura da amostra <sup>[8]</sup>.

Os materiais podem reagir de modo distinto ao se detectar flutuação de calor. Vários mecanismos podem ocasionar o efeito fototérmico, como por exemplo, reações fotoquímicas, transferência de energia, luminescência, fotoeletrecidade, e o decaimento térmico propriamente dito com a absorção ótica (figura 1.3). Podemos explicar os processos para a geração de calor de duas maneiras <sup>[9]</sup>:

- a) **As flutuações espaciais das fontes de calor, amostras homogêneas, e/ou não porosas:** Estas oscilações estão relacionadas nas regiões da absorção térmica das amostras e se modificam com a efetividade da fonte de calor <sup>vi</sup>. Fisicamente a efetividade é entendida como a “habilidade em gerar e trocar calor” com o meio. As oscilações espaciais são mais dependentes de fatores óticos, como o coeficiente de absorção ótico,  $\beta$ , e térmicos (condutividade e difusividade térmica,  $K$  e  $\alpha$ ) do próprio material. Ou seja, se o material é homogêneo em cada ponto deste mesmo material onde o calor é gerado, formam-se oscilações térmicas que são admitidas com ondas térmicas propagantes que respeitam algum mecanismo de transferência de calor ao chegarem até a superfície da amostra.
- b) **Variações espaciais em termos das propriedades térmicas das amostras homogêneas, e/ou porosas, sempre ocorrem quando existe interface:** É

<sup>vi</sup> Fontes de calor são todas aquelas que geram calor na amostra após absorverem radiação, podendo ser os átomos, as moléculas, os fótons, os fônons.

compreendido como o efeito de barreira da temperatura, é o que acontece na Interferometria de Ondas Térmicas. Após geração das ondas térmicas em um material, uma parte destas ondas são refletidas e outra parte transmitidas. A sobreposição das ondas térmicas resulta na temperatura superficial da amostra. As variações espaciais dependem totalmente das efusividades térmicas dos meios, caso a efusividade térmica dos meios sejam próximas, ocorrerá pouca reflexão das ondas, e a barreira de temperatura será pequena, mas se caso houver uma diferença muito grande entre as efusividades térmicas entre os dois meios, a barreira de temperatura será maior e pode não haver onda térmica transmitida, isto é a reflexão é maximizada.



**Figura 1.3:** Depois que a amostra absorve radiação, o efeito fototérmico pode de dar por vários processos, de modo direto como o decaimento térmico, ou indireto que são de decaimento não térmico, como a transferência de energia, fotoeletrecidade, fotoquímico e luminescência<sup>[9]</sup>.

### 1.3. Interferometria de Ondas Térmicas: TWI

A Interferometria<sup>vii</sup> de Ondas Térmicas (TWI) é uma técnica não destrutiva derivada da Radiometria Fototérmica (PTR). O princípio fundamental da TWI são as ondas térmicas geradas e propagadas através das interfaces amostra-substrato e amostra-

<sup>vii</sup> O termo interferometria significa que a solução da equação da difusão para a onda térmica é semelhante à solução da superposição do oscilador harmônico, que será melhor explicada no capítulo 2 desta dissertação.

gás. A superposição das ondas térmicas (sempre paralelas ao plano da superfície) refletidas e transmitidas induz a uma variação de temperatura na superfície do material, e por meio desta flutuação de energia térmica arranjada superficialmente determina as informações térmicas e óticas durante as medidas controladas por um detector de infravermelho [5,10-11]. Na prática como as ondas se propagam por um mecanismo de difusão de calor, varia-se a frequência de modulação da radiação incidente, alterando assim o comprimento de difusão térmica,  $\mu_s$ , na amostra [12]. As propriedades térmicas medidas através da TWI são a difusividade térmica, e o coeficiente de reflexão térmico entre as interfaces amostra-substrato, de onde se encontra a efusividade térmica do material, podendo ser obtidas a condutividade térmica e a capacidade térmica volumétrica (tabela 2.1) e o coeficiente de absorção ótica [8,13-15]. As técnicas experimentais que envolvem a obtenção do coeficiente de reflexão térmico carregam informações sobre os parâmetros termofísicos que são o calor específico,  $c$ , e a efusividade térmica,  $e$ , e a influência do coeficiente de transmissão térmico auxiliam na assistência de informações sobre a difusividade,  $\alpha$ , e a condutividade térmica,  $K$ , que são propriedades de transporte térmico. Essas superposições de ondas dependem das propriedades térmicas da base, dos efeitos e rugosidade do substrato e da aderência existente entre a amostra e a base.

Neste trabalho, analisaremos a TWI em seu modelo mais tradicional (opaco), e também no modelo da TWI com aderência de uma camada sólida entre o substrato “suporte” e a camada de revestimento “cobertura”, verificando assim o comportamento das propriedades térmicas para as amostras de cimento endodôntico [16] rápido<sup>viii</sup>, o CER.

#### **1.4. O Durepox**

A aplicação das amostras de durepox neste trabalho consistia apenas na validação do sistema da Interferometria de Ondas Térmicas com a fonte de radiação da luz branca. Como será explicado no capítulo 3, deste mesmo trabalho, a resina epóxi foi preparada para quatro camadas com espessuras diferentes, e cujo o objetivo era detectar a

---

<sup>viii</sup> “Endodôntico é a parte da odontologia que trata das causas, diagnóstico, terapêutica e profilaxia das lesões de polpa dentária e de raiz dentária, bem como de tecido periapical.”

diferença de fase entre cada camada. A resina epóxi é um plástico termoendurecido, um polímero<sup>ix, [16]</sup>, que ao ser submetido ao contato com a água endurece, e de acordo com a empresa Loctite<sup>[17]</sup>, é um produto obtido através da reação entre a bisfenol e a epiclorigidina

### **1.5. A pasta Térmica**

Neste trabalho, a pasta térmica foi considerada o meio aderente entre o substrato de inox e as amostras de CER. Uma finalidade importante da pasta térmica é a sua capacidade de dissipar calor entre a superfície da pasta e do material no qual ela vai ser aplicada. Para a composição química da pasta térmica, e muito importante que a sua superfície (que é muito irregular), seja composta por algum material plástico, por exemplo, óleo de silicone, e de um material que seja bom condutor térmico também (óxido de zinco, grafite e prata)<sup>[18-19]</sup>. De maneira geral as pastas térmicas são boas condutoras de calor. Precisávamos saber a difusividade térmica e a efusividade térmica desta pasta, como solicita o modelo da aderência da TWI, e por este motivo, testamos a pasta com espessuras variadas.

### **1.6.O cimento Portland**

Em 1824, o cimento foi patenteado pelo construtor inglês Joseph Aspdin, sendo semelhante à dureza e a coloração da pedra de Portland, localizada no sul da Inglaterra, e por causa disto até hoje o cimento conhecido na construção civil mundial, como cimento Portland. O cimento é composto principalmente por  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ , e em menores quantidades,  $\text{MgO}$ , os sulfatos alcalinos compostos por enxofres existentes nas argilas.

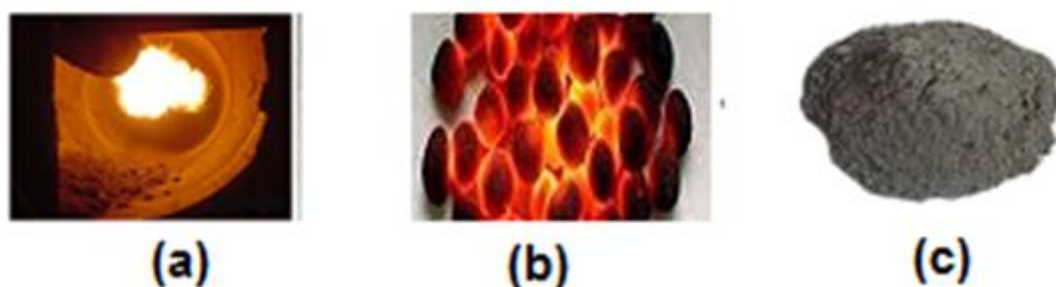
O cimento é a substância em pó, obtido por um processo de moagem do clínquer (uma mistura da moagem de calcários e silicatos semifundidos) e de suas adições. Para se produzir o clínquer, a rocha calcária é inicialmente britada, moída, e misturada com a

---

<sup>ix</sup> ”Um polímero pode ser considerado todo apresenta moléculas de tamanhos diferentes e grandes, mas com as mesmas propriedades químicas.”

argila moída, passando esta mistura toda para o forno giratório sobre uma temperatura de 1450 ° C, que após a saída do forno possui a forma de bola e após ser resfriado, e se reduz a pó<sup>[20]</sup>, apresentando estrutura química semelhante a do cimento, em decorrência da formação dos anidridos, C<sub>3</sub>S, alita, C<sub>2</sub>S, belita, C<sub>3</sub>A, aluminato tricálcio, C<sub>4</sub>AF, ferrita. A finalidade do clínquer ao se reagir com a água é a de um aglomerante, pois inicialmente se encontra em um estado plástico, fazendo com que durante certo período de tempo, ocorra uma elevação brusca da viscosidade, endurecendo posteriormente pela perda da água num processo paralelo ao da perda da plasticidade, adquirindo assim maior resistência e durabilidade, podendo dar sustentação mecânica a sistemas com cargas de peso elevados.

As outras matérias primas que contribuem como adição são o gesso, CaSO<sub>4</sub> (presente sempre e cimento, pois sem ele, o cimento endureceria instantaneamente ao se encontrar em contato com a água), as escórias de alto forno, os materiais pozolônicos e carbonáticos<sup>[21]</sup>.



**Figura 1.4 (a):** O clínquer é obtido em fornos elevados com elevadas temperaturas, da ordem de 1450 °C<sup>[22]</sup>. **(b):** Os esferoides tirados do forno endurecidos e incandescente são obtidos após saírem do forno<sup>[23]</sup>. **(c):** Os esferoides são resfriados e moídos até se obter o pó de clínquer<sup>[24]</sup>.

Para a preparação das amostras neste trabalho, foi utilizado o cimento Portland comum, classificado pela Associação Brasileira do Cimento Portland (ABCP), como o CP1, que contém a adição apenas do gesso, para uma proporção de 97% de clínquer e de 3 % de gesso.

## 1.7. O MTA

O Mineiral Trioxide Aggregate (MTA) é um cimento endodôntico na forma de pó, com as colorações branca ou cinza, contendo vários óxidos minerais em sua

formulação, ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ) na de partículas finas hidrofílicas (Partículas hidrofílicas são aquelas que absorvem água). Este material é muito indicado na forma de perfuração radicular (tratamento de canal), para lesões causadas por cárie, para obturações, proteção pulpar de inflamações e etc. A sua biocompatibilidade com os tecidos dentais, assim como a do CER já foi testada<sup>[25-26]</sup> em testes com animais e pacientes humanos.

As vantagens da aplicação do MTA na odontologia podem ser destacadas porque pode ser usadas em meio úmidos, como a boca, forma uma barreira dentinária, baixa solubilidade e a boa capacidade de selamento não permitindo a entrada de micro-organismos para dentro do canal radicular. Esta ação anti-microbiana cria uma barreira de proteção mineral no tecido do dente (o cimento<sup>[16]</sup>)<sup>x</sup>. Também possui uma resistência a compressão de 40 MPa após 24 horas e 65 MPa após 21 dias, é mais radiopaco<sup>xi</sup> do que a dentina e o osso, uma estabilização do PH com um fator 12 (alta alcalinidade), e solidifica-se em um ambiente úmido com um tempo de presa de aproximadamente 2:30 horas<sup>[27-28]</sup>. Por causa da presença do CaO, ocorre um processo de dissociação iônica, formando íons de cálcio e de hidroxila. Este cimento foi patenteado em 1993, pelo pesquisador Mahmoud Torabinejad, na Califórnia nos Estados Unidos, conquistando a autorização clínica em 1998, pela U.S Food And Drug Administration, e lançado comercialmente no ano seguinte com o nome de Pro-Root MTA. Em 2001, em Londrina no Brasil, a empresa Angelus Soluções Odontológicas anunciou a patente do MTA-Angelus, sendo composto por 80% de cimento Portland e 20 % de  $\text{BiO}$ , e tempo de presa é entre 10-15 minutos<sup>[29-31]</sup>, a retirada do  $\text{SO}_3$  da composição foi fundamental para diminuir seu tempo de presa. A resistência à compressão posterior há 28 dias é de 44,2 Mpa, o que é bom, pois não haverá abertura do canal depois da sua aplicação. O tempo de presa é o período de tempo entre o início da mistura até quando a agulha não penetra mais na superfície do material. Após o contato com o tecido humano (cimento), o MTA endurece transformando sua estrutura com fases de óxido de cálcio cristalino e de fosfato de cálcio amorfo, e a fase cristalina

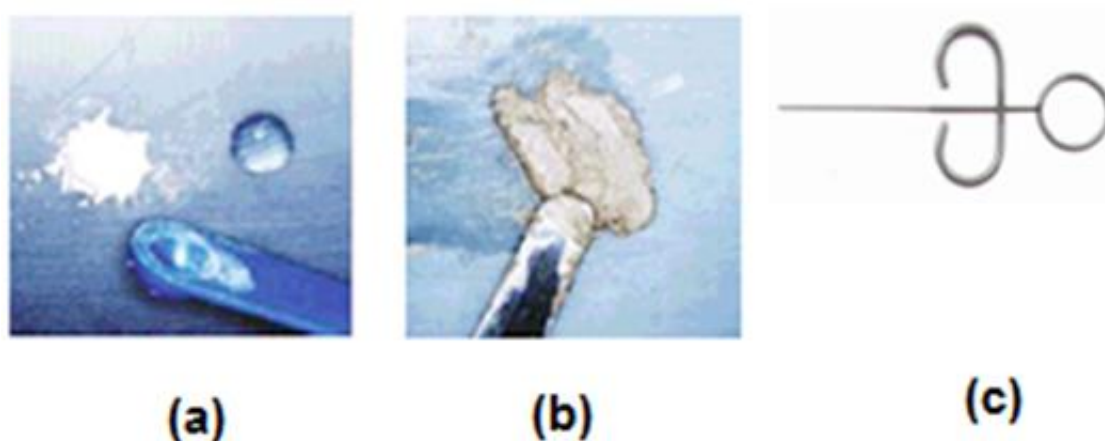
---

<sup>x</sup> "Cimento é o tecido conjuntivo, semelhante ao tecido ósseo que recobre a raiz dentária, enquanto que cimento é a substância em pó, utilizada como aglomerante ou para ligar certos materiais, e que, umedecida, se usa em estado plástico, endurecendo, depois, pela perda da água."

<sup>xi</sup> Radiopacidade é a qualidade de ser impermeável aos raios X.

tem a composição média de 87 % de Ca, 2,47 % de SiO<sub>2</sub>, e 9,53% de O, enquanto que a estrutura amorfa apresenta 33% de Ca, 49% de Ca<sub>3</sub>(Po<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, 2 % de C, 3 % de CaCl<sub>2</sub> e de 6 % de SiO<sub>2</sub>.

Mas os odontologistas diagnosticaram três dificuldades para trabalhar com o MTA: A necessidade da diminuição do tempo de presa ao se colocar este selador na boca dos pacientes, o segundo problema é o difícil manuseio, já que o MTA é bastante poroso e por fim o alto custo para a população.



**Figura 1.5 (a):** A pá dosadora mede a quantidade do pó de MTA necessária, 200 mg para cada 57 µL de água <sup>[31]</sup>. **(b):** A água endurece o pó de MTA formando a massa que será aplicada na boca humana para aplicações clínicas <sup>[31]</sup>. **(c):** A agulha de Gilmore é utilizada para verificar o tempo de presa do MTA <sup>[31]</sup>.

### 1.8. O Cimento Endodôntico Rápido-CER

Nos últimos séculos, a ciência vê alargar-se, renovar-se sem cessar, seu campo de exploração. Todos os dias, com auxílio de seus eficientes instrumentos de observação e análise, descobrem novos aspectos da matéria. Aliada ao desenvolvimento tecnológico existe uma grande interligação entre diversas áreas promovendo uma evolução da qualidade de vida geral do mundo moderno. Atualmente existe um grande interesse nas áreas de saúde, ciência e tecnologia, em conjuntos de materiais biocompatíveis e terapêuticos que possam ser utilizados em restaurações e implantes, que não cause algum tipo de efeito nocivo com maior acessibilidade para as pessoas, e um menor tempo de tratamento. Em decorrência de algumas inconveniências para se trabalhar com o MTA, apresentadas no final da seção anterior, o Grupo de Vidros e

Cerâmicas de Ilha Solteira, sobre a coordenação do professor doutor João Carlos Silos Moraes, desenvolveu um novo cimento endodôntico. Assim como o MTA, o CER é um material também biocompatível com o tecido e com as células humanas <sup>[25-26,32]</sup>, e com características de aplicação odontológica, possuindo características biológicas, químicas e físicas semelhante ao MTA.

A composição do CER é basicamente é a de 75 % clínquer, 20 % de sulfato de bário (que é radiopaco) e 5 % de um gel emulsificante, seu tempo de presa é de sete minutos, podendo ser manipulado de forma mais simples do que o MTA, em razão do gel em sua formulação, que auxilia em uma melhor solidez deste material. As propriedades térmicas dos cimentos estão sujeitas a dependência com a proporção pó-líquido, com o tamanho dos poros, a temperatura, umidade e quantidade de ar aprisionado nas amostras <sup>[30-33]</sup> podendo estar relacionadas com as propriedades de transporte térmico e com a estrutura da amostra. O aumento da porosidade e da solubilidade dos cimentos está relacionado com o aumento da concentração de água no material.

Alguns atributos físico-químicos já foram analisados, tempo de presa, infiltração marginal, liberação de íons de cálcio e expansão térmica mostrando que o CER tem qualidades semelhantes ao do MTA, com a conveniência de um menor tempo de presa. Este trabalho pretende avaliar as propriedades térmicas do CER e compará-las ao MTA e cimento Portland.



## Referências Bibliográficas

- [1]- Almond.D., Patel, *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Chapman & Hall, Londres, Inglaterra, Vo.11, Cap. 1.
- [2]- Bell.A.G., *On the Production and Reproduction of Sound by Light*, 1880, American Journal Science, Vol.118, pp.305-324.
- [3]- Parker.J.G., *Optical Absorption in Glass: Investigation Using an Acoustic Technique*, 1973, Journal of Applied Optics, Vol.12.
- [4]- Roseicwaig.A, Gersho.A.J., *Theory of Photoacoustic Effect with Solids*, 1976, Journal of Applied Optics, Vol.47, pp.64-69.
- [5]- Bennet.C.A, Patty.R.R, *Thermal Wave Interferometry: a potential application of the photoacoustic effect* , 1982, Journal of Applied Optics, Vol.21, pp.49-54.
- [6]- Morris.J.D., *Thermal Wave Testing of Ceramics*, 1990, University of Bath, Tese de Doutorado em Filosofia.
- [7]- Jackson.A.G., *Handbook of Crystallography-For Electron Microscopic and Others*, 1991, Ed. Springer Verlag, Nova York, Estados Unidos da América, Vol.1, Cap.1.
- [8]- Olenka.L., *Utilização das Técnicas Fototérmicas Para a Determinação de Propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados*, 2003, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.
- [9]- Bento.A.C., *Aplicações da Espectroscopia Fotoacústica em Materiais Transparentes*, 1987, Campinas, Dissertação de Mestrado em Física.
- [10]- Coelho.T.M, Nogueira.E.S, Weinard.W.R, lima.W.M, Steimarcher.A, Medina.A.N, Bento.A.C, *Thermal properties of natural nanostructured hydroxapatite extracted from fish bone waste*, 2007, Journal of Applied Optics, Vol.101.
- [11]- Bento.A.C, Almond.D.P., Brow.S.R., Turner.I.G., *Thermal and Optical Characterization of The Calcium Phosphate Biomaterial Hidroxypatite*, 1996, Journal of Applied Optics, Vol.79, pp.6848-6852.
- [12]- Bento.A.C, Almond.D.P, Brow.S.L., Turner.L, *Thermal wave non destructive thickness measurement of hidroxipatite coatings applied to prosthetic hip stems*, 1995, Journal of Materials Science-Materials In Medicine, Vol.6, pp 335.-339.
- [13]- Silva.E.N., *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para a Análise das Propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados, Pastilhas Metálicas e Revestimentos acrílicos*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.
- [14]- Bento.A.C, Almond.D.P., *The Accuracy of Thermal Wave Interferometry for the evaluation of thermophysical proprieties of plasma-sprayed coatings*, 1995, Journal Meas. Science Thecnology, Vol.6, pp 1022-1027.

- [15]- Gibkes.J., Bein.K, krugen.D., Pelzl.J., *Thermophysical Characterization of Fine Grain Graphites Based of Thermal Waves*, 1993, *Journal Carbon*, Vol 31, pp. 801-807.
- [16]- Dicionário Aurélio, Editora Positivo, São Paulo, Brasil, Vol.5.
- [17]- Loctite: Catálogo Hysol 1C™ resin epoxy.
- [18]- Barker.D.A., Wilson. I, *Measurement of Thermophysical Properties of a Thermoplastic Ceramic Paste Across its Solidification Range Using Power-Compensated Differential Scanning Calorimeter*, *Journal American Ceramic Society*, 3116-3124, 2005.
- [19]- Catálogo Semikro, Thermal Paste Application, 2010.
- [20]- Associação Brasileira de Cimento Portland, *Guia básico de utilização do cimento Portland*, 7ª edição, São Paulo, pp.6-28, 2002.
- [21]- Grande.F.M., *Fabricação de Tijolos modulares de Solo-Cimento por Prensagem Manual com e sem adição de sílica ativa*, 2003, Universidade de São Paulo em São Carlos, Dissertação de Mestrado Defendida em Arquitetura e Urbanismo.
- [22]-<http://compromissoconsciente.blogspot.com.br/2011/09/industria-do-cimento-fornos-de-cimento.html>-acessadoem02deoutubrode2012.
- [23]-[http://www.lafarge.com.br/wps/portal/br/5\\_4\\_A-Research\\_centers](http://www.lafarge.com.br/wps/portal/br/5_4_A-Research_centers)-acessadoem02deoutubrode2012.
- [24]-<http://portuguese.alibaba.com/product-free/cement-opc-clinker-42-5-52-5-111941212.html>- acessadoem02deoutubrode2012.
- [25]- Gomes.J E.F., Rodrigues.G., Watanabe.S., Bernabé.P.F.E., Lodi.C.S., Gomes.A.C, Farias.M.D., Santos.A.D, Moraes.J.C.S., *Evaluation of The Tissue Reaction To Fast Endodontic Cement (CER) and Angelus MTA*, 2009, *JOE*, vol.35, pp. 1377-1380.
- [26]- Brito.M.J., Quintino.A.F.C., Camilo.C.C., Normanha.J.A., Faria.A.L.S., *Nonsurgical Endodontic Management Using MTA for Perforative Defect of Internal Root Resorption: Report of a Long Term Follow-Up*, 2010, *Journal Endontology*, pp. 784-789.
- [27]- Torabinejad.M., Watson.T.F., Ford.R.P., *Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material*, 1003, *Journal Endontology*, Vol.19, pp. 591–595.
- [28]- Viola.N.V., Tanomaru.M.F., Cerri.P.S., *MTA versus Portland Cement: review of literature*, 2011, *Journal RSBO*, Vol.52, pp. 446-452.
- [29]- Embalagem MTA-Angelus, *Cimento Reparador*, 2001, Londrina.
- [30]- Santos.A.D., Moraes.J.C.S., Lofego. L., *Tempo de Presa e Microdureza do Cimento CER em Função da Proporção Pó-líquido*, 2006, Congresso Brasileiro de engenharia e Ciência das Matérias, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

[31]- Astrath. F.G.C., *Determinação de Propriedades Térmicas dos Materiais Odontológicos utilizando a técnica Fotoacústica Com Célula Aberta*, 2007, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.

[32]- Santos.A.D., Moraes.J.C.S, Araujo.E.B, Yukimitu.K., Valerio.W.V.F., *Physico-chemical properties of MTA and a novel experiment cement*, 2005, Journal International Endodontic, Vol.38, pp.443-447.

[33]- Astrath.F.B.G, Astrath.N.G.C, Baesso.M.L., Bento.A.C.Moraes.J.C.S, Santos.A.D, *Open Photoacoustic cell for thermal diffusivity measurement of a fast hardening cement used in dental restoring*, 2012, Journal of Applied Physics, Vol.111.

## 2. Desenvolvimento Teórico

### 2.1. Conceitos Teóricos Iniciais

Á partir deste capítulo, é importante que se tenha bem compreendido o conceito de alguns parâmetros térmicos e óticos que serão trabalhados nas equações teóricas e nos resultados analisados para esta técnica. A tabela 2.1 auxiliará neste entendimento.

Fisicamente a difusividade térmica,  $\alpha$ , é a medida da "velocidade" que um material tem para fluir o calor da região mais quente para á menos quente. O coeficiente de acoplamento térmico,  $b$ , controla a razão das efusividades térmicas entre uma interface que separa dois matérias distintos, e a efusividade térmica,  $e$ , por sua vez é a medida da sensibilidade térmica do material. Para as medidas de efusividade térmica são misteres às condições de interface quando um corpo é inserido em contato com outro corpo de temperatura distinta os materiais absorvem ou liberam mais ou menos energia térmica. O coeficiente de absorção ótica,  $\beta$ , regula a opacidade ou a transparência do material. Já o calor específico,  $c$ , tem a função de armazenar a energia térmica de um meio que é submetido a uma variação de temperatura. O coeficiente de reflexão térmico efetivo,  $\Gamma$ , está relacionado com as razões da efusividade térmicas entre duas interfaces encontradas que separam três meios diferentes<sup>i</sup>. A capacidade de um material para monitorar o fluxo de calor está expressa por sua condutividade térmica,  $K$ . O comprimento de absorção ótico,  $l_0$ , mede o espaço percorrido pela a luz na amostra até atingir  $e^{-1}$  da intensidade inicial da radiação incidente<sup>ii</sup>. A densidade,  $\rho$ , é a concentração de uma massa por um determinado volume. O coeficiente de reflexão térmico,  $R$ , é definido como a razão entre o campo elétrico da onda térmica refletido pela a incidente, enquanto que o coeficiente de transmissão térmico  $T$  é a razão entre o campo térmico da onda térmica transmitida pelo campo da onda incidente, e estes dois termos dependem do coeficiente de acoplamento térmico  $b$ . O comprimento de difusão térmica,  $\mu_s$ , representa o parâmetro térmico que significa o espaço para o qual a

---

<sup>i</sup> Ver expressão 2.46.

<sup>ii</sup> Ver apêndice A.

amplitude de flutuação térmica transmitida por uma fonte de calor que se atenua ao valor de 1/e da amplitude da fonte de calor.

Parâmetro	Denominação	Unidade	Classificação
$\alpha_i = K_i / \rho_i c_i$	Difusividade Térmica	cm <sup>2</sup> /s	Térmico
$b = e_b / e_s$	Coefficiente de acoplamento térmico		Térmico
$\beta$	Coefficiente de Absorção Ótica	cm <sup>-1</sup>	Ótico
$c$	Calor Específico	J/gK	Térmico
$e_i = (\rho_i c_i K_i)^{1/2}$	Efusividade Térmica	Ws <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> K	Térmico
$l_o$	Comprimento de Absorção Ótica	cm	Ótico
$a_i = (\pi l / \alpha_i)^{1/2}$	Coefficiente de Difusão Térmica	cm <sup>-1</sup>	Térmico
$r$	Coefficiente de Reflexão Efetivo da Onda Térmica		Térmico
${}^{iii}\sigma_i = (1+j) a_i$	Coefficiente Complexo de Difusão Térmica	cm <sup>-1</sup>	Térmico
$K$	Condutividade Térmica	W/cmK	Térmico
$l$	Espessura da amostra	cm	Geométrico
$\rho_i$	Densidade	g/cm <sup>3</sup>	Físico
$R$	Coefficiente de Reflexão de Onda Térmica		Térmico
$T$	Coefficiente de Transmissão de Onda Térmica		Térmico
$\mu_i = 1/a_i$	Comprimento de Difusão Térmica	cm	Térmico
$\theta$	Temperatura	K	Térmico

**Tabela 2.1:** Alguns parâmetros físicos mais abrangentes na teoria da TWI <sup>[1]</sup>. Os subscritos<sup>iv</sup> g, simbolizam o gás, b, o substrato, s, a amostra e i o meio analisado. As unidades de medida estão submetidas ao sistema cgs.<sup>v.[2]</sup>

<sup>iii</sup>  $j = (-1)^{1/2}$

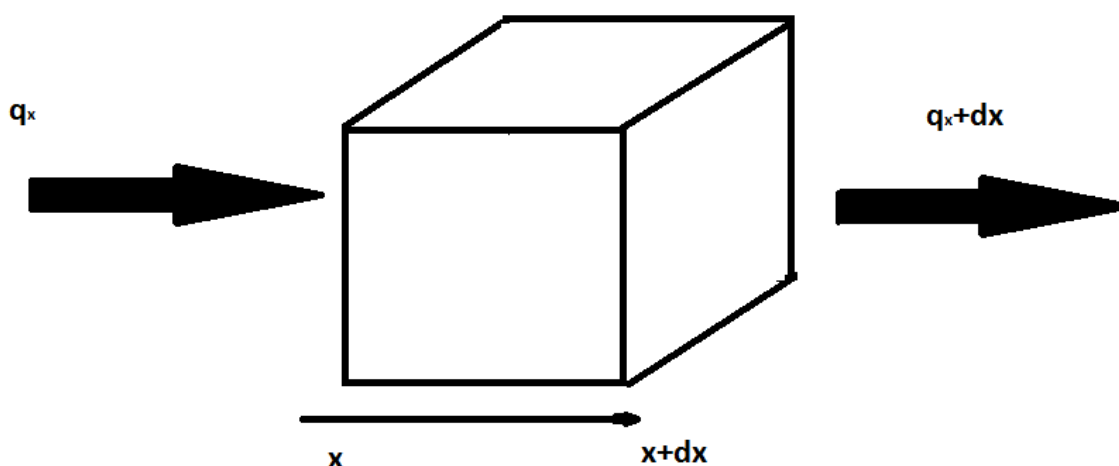
<sup>iv</sup> Estes subscritos serão apresentados de forma coerente em toda a dissertação, juntamente com o subscrito c que representa a camada de aderência.

E por fim a temperatura complexa,  $\theta$ , pode ser considerada a grandeza física que mede a energia cinética média para cada grau de liberdade<sup>vi</sup>.

Outra grandeza física que a TWI permite encontrar via cálculos da efusividade, difusividade e condutividade térmica é a capacidade térmica volumétrica,  $\rho c = \frac{K}{\alpha}$ , que pode ser explicada como a propensão que um material tem de acumular energia térmica.

## 2.2. Equações Diferenciais para a Condução e Transferência de Calor-Modelo 1D

Considerando uma pequena quantidade de calor como um pequeno elemento de volume infinitesimal  $dv = Sdx$ , e atravessa um fluxo de calor,  $q_x = \frac{dQ}{dt}$ , atravessando uma superfície perpendicular ao fluxo por unidade de tempo, poderemos encontrar a equação de difusão do calor.



**Figura 2.1:** Um pequeno elemento de volume de um corpo sólido na forma de cubo, com um fluxo de calor atravessando a superfície  $S$ . Representação para  $x$  em coordenada cartesiana.

A quantidade total de calor no sistema obedece a seguinte expressão:

---

<sup>v</sup> De acordo com a nova reforma ortográfica e gramática de 2011 pela ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), o título das legendas passa a ser aplicado na linha abaixo da tabela, assim como o que ocorre com as figuras.

<sup>vi</sup> Grau de liberdade pode ser explicado como a menor quantidade de números reais necessários para se encontrar o estado físico de um sistema.

$$Q_{in} + Q_g - Q_{ot} = Q_s \quad (2.1)$$

Envolvendo a quantidade de calor que entra no conjunto por unidade de tempo,  $Q_{in}$ , o calor gerado no elemento por unidade de tempo,  $Q_g$ , o calor que deixa o sistema por unidade de tempo,  $Q_{ot}$ , e a energia interna armazenada,  $Q_s$ , expressas como:

$$\begin{aligned} Q_{in} &= q_x \\ Q_g &= \frac{dq_x}{dx} q_x \\ Q_{ot} &= q_{x+dx} = q_x + \frac{dq_x}{dx} dx \\ Q_s &= \rho c \frac{d\theta}{dt} dx \end{aligned} \quad (2.2)$$

Todas estas quantidades são expressas satisfazendo à lei de Fourier para a condução de calor:

$$q_x = -K \frac{d\theta}{dx} \quad (2.3)$$

O sinal negativo que vem da lei da Fourier porque o fluxo de calor atravessa a superfície em sentido oposto ao da variação da temperatura, fluindo sempre da região de maior temperatura para a de menor temperatura. Substituindo a equação (2.3) no conjunto de equações (2.2) e em seguida na expressão (2.1), após um pouco de álgebra obtemos a lei da calorimetria:

$$-K \frac{d^2\theta}{dx^2} dx + \frac{dq_x}{dx} dx = \rho c \frac{d\theta}{dt} dx \quad (2.4)$$

O primeiro termo á esquerda da equação acima representa a nova razão do calor conduzido por unidade de volume, e o segundo termo a contribuição da energia térmica gerada também por unidade de volume, e o termo á direita da igualdade, a energia interna do sistema por unidade de volume. Eliminando  $dx$  da equação (2.4), e assumindo  $K$  uniforme e  $\rho c$  independentes da temperatura, se torna possível obter a distribuição da temperatura,  $\theta = \theta(x, t)$  como função do tempo, encontrara-se quatro casos especiais <sup>[3-7]</sup>:

i) Para um meio isotrópico:

$$-K \frac{d^2\theta}{dx^2} + \frac{dq_x}{dx} = \rho c \frac{d\theta}{dt} \quad (2.5)$$

ii) Sem o termo de geração de calor,  $Q_g$ , a distribuição de temperatura será exatamente a equação de Fourier, ou também chamada equação da difusão de calor:

$$-K \frac{d^2\theta}{dx^2} = \rho c \frac{d\theta}{dt} \quad (2.6)$$

iii) No estado estacionário, onde a temperatura é independente do tempo, o sistema não armazena energia interna, pois  $\frac{d\theta}{dt} = 0$ , mas com  $Q_g \neq 0$ , sendo este resultado similar ao da equação de Poisson :

$$-K \frac{d^2\theta}{dx^2} + \frac{dq_x}{dx} = 0 \quad (2.7)$$

iv) No estado estacionário e sem a geração de calor, obtêm a equação de Laplace para a distribuição de temperatura na condução de calor:

$$-K \frac{d^2\theta}{dx^2} = 0 \quad (2.8)$$

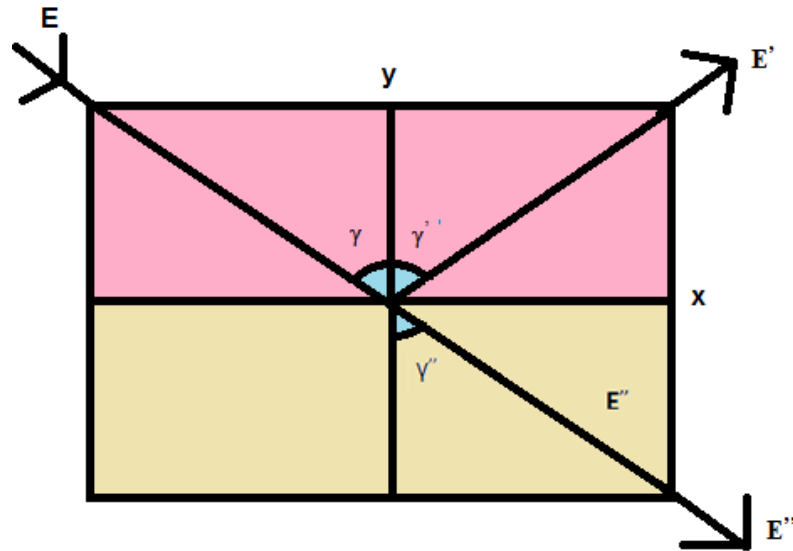
### 2.3. Coeficientes de Fresnel

Considerando dois meios distintos homogêneos, isotrópicos (sem direção atômica/molecular preferencial) separados por uma interface localizada sobre o plano xy (figura 2.2). Um raio de amplitude  $E^{vii}$  propaga-se através do meio 1 e incide sobre a interface, formando um ângulo  $\gamma$  com o eixo y. O raio refletido tem amplitude  $E^r$  na direção de propagação com um ângulo  $\gamma^r$ , e o raio transmitido  $E^t$  com propagação mediante o ângulo  $\gamma^t$ .

---

vii Amplitude do campo elétrico das ondas térmicas.





**Figura 2.2:** Meio 1 representado em rosae meio 2 representado de marrom. De maneira análoga a da luz visível, as ondas térmicas incidem, reflete e transmite sobre os materiais.

As expressões para as equações das temperaturas incidentes, refletidas e transmitidas são <sup>[3,6-7]</sup>:

$$\theta_i = Ae^{(-\sigma_1 x \cos(\gamma_i) - \sigma_1 y \sin(\gamma_i) + j\omega t)}$$

$$\theta_r = ARe^{(+\sigma_1 x \cos(\gamma_r) - \sigma_1 y \sin(\gamma_r) + j\omega t)}$$

$$\theta_t = ATe^{(-\sigma_2 x \cos(\gamma_t) - \sigma_2 y \sin(\gamma_t) + j\omega t)}$$

(2.9)

Onde A é a amplitude inicial da onda térmica incidente. A primeira condição de contorno assume a temperatura distribuída na interface  $x = 0$ , e de acordo com a figura 2.2, encontra-se a relação das temperaturas,  $\theta_i + \theta_r = \theta_t$ , temos:

$$Ae^{-\sigma_1 y \sin(\gamma_i)} + RAe^{-\sigma_1 y \sin(\gamma_r)} = ATe^{-\sigma_2 y \sin(\gamma_t)} \quad (2.10)$$

Com relação ao tempo, os coeficientes de Fresnel deverão ser os mesmos em qualquer instante, assumimos por simplicidade de cálculos na equação acima que  $t=0$ . Eliminando A da equação (2.10), e desde que isto seja verdadeiro para todo y, os argumentos destas exponenciais devem ser iguais, então:

$$\sigma_1 \sin(\gamma_i) = \sigma_1 \sin(\gamma_r) = \sigma_2 \sin(\gamma_t) \quad (2.11)$$

E:

$$1 + R = T \quad (2.12)$$

Comprovando a lei de reflexão ótica,  $\gamma_i = \gamma_r$ , e a lei de refração de Snell,  $\sigma_1 \sin(\gamma_i) = \sigma_2 \sin(\gamma_t)$ .

A segunda condição de contorno, agora para  $y=0$ , envolve equação da continuidade no fluxo de calor,  $\mathbf{J} = -K\nabla\theta$ <sup>viii</sup>. Na equação (2.13), tanto os termos A e y foram simplificados para a exposição do resultado, e assumindo novamente que para todo y os argumentos dentro das exponenciais são idênticos. Aplicando a densidade de corrente na equação (2.10), chegamos a que:

$$K_1\sigma_1 \cos(\gamma_i) - RK_1\sigma_1 \cos(\gamma_r) = TK_2\sigma_2 \cos(\gamma_t) \quad (2.13)$$

Como já foi encontrada a lei de reflexão ótica na primeira condição de contorno, e a substituindo esta igualdades entre os ângulos de incidência e de reflexão encontraram:

$$(1 - R)K_1\sigma_1 \cos(\gamma_i) = (1 + R)K_2\sigma_2 \cos(\gamma_t) \quad (2.14)$$

Desta relação nos deparamos com:

$$R = \frac{\sigma_1 K_1 \cos(\gamma_i) - \sigma_2 K_2 \cos(\gamma_t)}{\sigma_1 K_1 \cos(\gamma_i) + \sigma_2 K_2 \cos(\gamma_t)} \quad (2.15)$$

Considerando que o ângulo de incidência é de zero grau, e chamando  $b = \frac{K_2\sigma_2}{K_1\sigma_1}$ , o coeficiente de reflexão térmico é:

$$R = \frac{1 - b}{1 + b} \quad (2.16)$$

E da equação (2.12), obtemos:

$$T = \frac{2}{1 + b} \quad (2.17)$$

---

<sup>viii</sup> Na equação da continuidade,  $\mathbf{J}$  representa a densidade de corrente, e está representado em negrito porque é um vetor.

Tanto o coeficiente de reflexão como os de transmissão de ondas térmicas são reais, independentes da frequência e totalmente dependentes de  $b$ .

## 2.4. Temperatura Superficial na Amostra

As ondas térmicas são originadas num meio através de uma série de processos de decaimentos não radioativos se propagam em um material quando a superfície da amostra sofre um aquecimento [3,6,8]. Como não se pode considerar o processo de transferência de calor por radiação (por que não há radiação gerada durante as transições de estados de energia), e nem por convecção já que a onda térmica não é considerada um fluido pode-se supor inicialmente que o processo transferência de calor durante a propagação das ondas térmicas se de por condução [9-10]. Considerando um meio isotrópico, homogêneo e semi-infinito, a equação geral da difusão de calor foi descrita neste trabalho pela expressão (2.5), onde  $q_x(\mathbf{x}, t)$  é o chamado termo de fonte pode ser reescrita em termos da difusividade térmica [11-13].

$$\frac{d^2\theta}{dx^2} - \frac{1}{\alpha} \frac{d\theta}{dt} = \frac{q_x(\mathbf{x}, t)}{K} \quad (2.18)$$

Este meio está submetido a um aquecimento plano periódico com uma radiação incidente, dado pela a lei de Beer [14-15]:

$$I(x = 0, t) = \frac{I_0}{2} [1 + \cos(\omega t)] = \text{Re} \left[ \frac{I_0}{2} (1 + e^{j\omega t}) \right] \quad (2.19)$$

$I_0$  é a amplitude inicial da onda incidente que chega a amostra. A temperatura em qualquer ponto deste material será dada por:

$$\theta(x, t) = \theta_0 + \theta_{ac}(x) + \theta_{ac}(x, t) \quad (2.20)$$

Sendo:

$\theta_0$  = A temperatura ambiente;

$\theta_{ac}(x)$  = Temperatura Independente do Tempo;

$\theta_{ac}(x, t)$  = Temperatura Dependente do Tempo;

Substituindo (2.20) em (2.18), encontramos:

$$\nabla^2 \theta_{dc}(\mathbf{x}) + \nabla^2 \theta_{ac}(\mathbf{x}, t) = \frac{-1}{\alpha} \frac{d\theta_{ac}(\mathbf{x}, t)}{dt} \quad (2.21)$$

Chamando  $\theta_{ac}(\mathbf{x}, t) = \text{Re}[\theta_{dc}(\mathbf{x})e^{j\omega t}]$  e substituindo na equação (2.21), encontramos após um pouco de álgebra que :

$$\nabla^2 \theta_{dc}(\mathbf{x}) - \frac{j\omega \theta_{dc}(\mathbf{x})}{\alpha} = 0 \quad (2.22)$$

A distribuição espacial da temperatura satisfaz à equação de Helmholtz. Escrevendo a equação da difusão térmica (2.18) independente do tempo, e substituindo na equação (2.22) encontramos então a dependência da temperatura com o fluxo de calor:

$$\nabla^2 \theta_{dc}(\mathbf{x}) - \frac{j\omega \theta_{dc}(\mathbf{x})}{\alpha} = \frac{q_x(\mathbf{x}, t)}{K} \quad (2.23)$$

Cuja solução é dada por:

$$e^{j\omega t} \left( \frac{d^2 \theta(\mathbf{x})}{dx^2} - \frac{j\omega \theta(\mathbf{x})}{\alpha} \right) = 0 \quad (2.24)$$

E a solução geral para a temperatura estacionária é:

$$\theta(\mathbf{x}) = Ae^{-\sigma x} + Be^{\sigma x} \quad (2.25)$$

Para  $x \rightarrow \infty$   $B=0$ . Aplicando a condição de contorno,  $-K \frac{d\theta(x=0)}{dx} = \frac{dI(x=0)}{dx}$ , encontramos:

$$-K \frac{d\theta(x=0)}{dx} = K\sigma A e^{-\sigma x} = \frac{I_0}{2} \quad (2.26)$$

Para  $x = 0$ , que é a nossa condição de contorno, chega-se a que  $A = \frac{I_0}{2K\sigma}$

Substituindo  $A$  em (2.25), e em seguida em  $\theta_{ac}$  a solução para a equação da temperatura é:

$$\theta_{ac} = \frac{I_0}{2K\sigma} e^{(-\sigma x + j\omega t)} = \frac{I_0}{2K\sigma} e^{(-x \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha} + j \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha} \frac{\pi}{4}}})} \quad (2.27)$$

Refletindo sobre o resultado podemos apontar 5 fatores importantes:

- i) As ondas térmicas oscilam espacialmente e são atenuadas com relação a exponencial  $e^{j\omega t}$ .
- ii) A onda térmica é influenciada pelo comprimento de difusão térmica,  $\mu_s$ .
- iii) As ondas térmicas são muito dispersivas, com uma velocidade de grupo,  $v_g = \sigma r - \omega t$  e com a velocidade de fase  $v_f = \mu \frac{dv_g}{dt} = \omega \mu = \sqrt{2\omega\alpha}$
- iv) A variação progressiva da fase entre a temperatura na superfície da amostra e o ponto  $x$  no qual a onda se propaga é:  $\varphi = -\frac{x}{\mu} - \frac{\pi}{4}$ , havendo uma diferença de fase de até  $\frac{\pi}{4}$  entre a fonte de calor e a superfície da amostra.
- v) A impedância da onda térmica é definida por:  $Z = \frac{1}{K\sigma}$

Sabendo que a dependência temporal da equação da temperatura é dada pela a equação (2.27) e partindo da equação da difusão de calor (2.7), podemos encontrar a relação da impedância com a capacidade térmica volumétrica do material. Temos que:

$$\begin{aligned}\frac{d\theta_{ac}}{dt} &= \frac{I_0}{2K\sigma} j\omega e^{(-\sigma x + j\omega t)} \\ \frac{d^2\theta_{ac}}{dx^2} &= \frac{I_0}{2K\sigma} \sigma^2 e^{(-\sigma x + j\omega t)}\end{aligned}$$

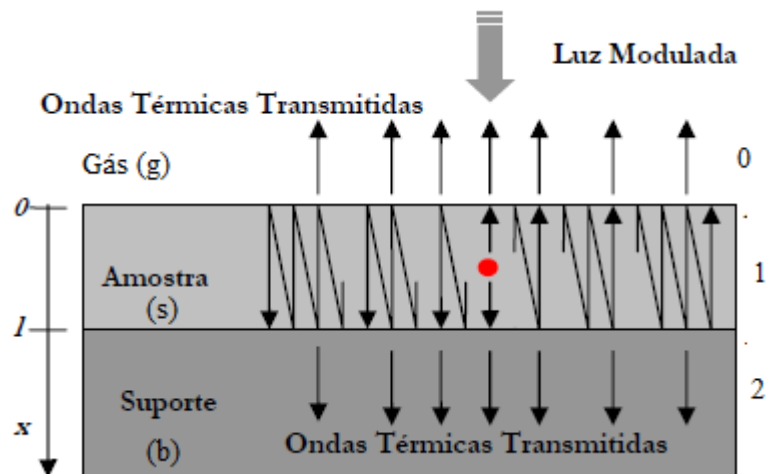
(2.28)

Logo encontramos,  $\sigma = \sqrt{\frac{\rho c j \omega}{K}}$ . A impedância da onda térmica pode então ser escrita em termos da capacidade térmica volumétrica:

$$Z = \frac{1}{\sqrt{j\omega\rho c K}} \quad (2.29)$$

## 2.5. Equações Fundamentais da Interferometria de Ondas Térmicas Modelo Opaco

Considerando a condição para que o substrato homogêneo obedeça ao regime termicamente grosso<sup>ix</sup>, em relação à amostra depositada sobre tal, e que a camada de gás acima da amostra seja o próprio ar. Se a espessura  $l$  da amostra for menor do que o comprimento de onda da luz incidente, surge muitas reflexões entre as interfaces-amostra gás e amostras-substrato, e esta somatória de ondas sobrepostas podem afetar a amplitude da onda térmica transmitida [3,6,8-32].



**Figura 2.3:** Componentes da onda térmica dentro de uma amostra. As setas indicam que a onda térmica é transmitida para o substrato, volta, se refletindo entre as interfaces amostra-substrato e é transmitida novamente na interface amostra-gás [19].

As ondas térmicas costumam a ser geradas em diferentes profundidades dentro da amostra e abaixo da superfície. A onda eletromagnética incide sobre a amostra submetida à equação (2.19). Por meio de um detector de infravermelho o sinal IR pode ser monitorado no interior das amostras por flutuações periódicas da temperatura, sendo possível neste caso preterir a contribuição não periódica térmica, a intensidade da radiação absorvida dentro das amostras entre os pontos  $x$  e  $x+dx$  terá a amplitude:

$$I_i = \frac{I_o \beta e^{-\beta x}}{2} \quad (2.30)$$

<sup>ix</sup> Ver apêndice A.

As ondas geradas se propagaram para a interface amostra-substrato e depois para a interface amostra-gás (figura 2.3). Com a ocorrência do efeito fototérmico as ondas térmicas geradas na região entre  $x$  e  $x+dx$  será dada por:

$$A_{tw} = \frac{I_o \beta e^{-\beta x}}{4K_s \sigma_s} dx \quad (2.31)$$

As ondas refletidas na interface amostra-gás são expressas com a forma:

$$A_{tw} T_g e^{-\sigma_s x} \left[ 1 + R_g R_b e^{-2\sigma_s l_s} + (R_g R_b)^2 e^{-4\sigma_s l_s} + \dots (R_g R_b)^n e^{-2n\sigma_s l_s} \right] \quad (2.32)$$

Com  $n$  pertencente aos números naturais. Os termos  $R_b$  e  $R_g$  são escritos como:

$$R_b = \frac{1 - b}{1 + b}$$

$$R_g = \frac{1 - g}{1 + g}$$

$$T_g = \frac{2}{1 + g}$$

(2.33)

E:

$$b = \frac{e_b}{e_s}$$

$$g = \frac{e_g}{e_s}$$

(2.34)

A equação (2.32) é reescrita como:

$$A_{tw} T_g e^{-\sigma_s x} \sum_{n=0}^{n=\infty} (R_g R_b)^n e^{-2n\sigma_c l_c} \quad (2.35)$$

Aplicando a série de Laurence até a primeira ordem para os termos da somatória (2.35), reescrevemos a contribuição das ondas térmicas refletidas na interface amostra-gás:

$$\frac{A_{tw}T_g e^{-\sigma_s x}}{1 - (R_g R_b)^n e^{-2n\sigma_s l_s}} \quad (2.36)$$

<sup>x</sup>E apurando a contribuição das ondas térmicas refletidas para a interface amostra-substrato é:

$$A_{tw}T_g e^{\sigma_s x} [R_b e^{-2n\sigma_s l_s} + R_b (R_b R_g) e^{-4\sigma_s l_s} + \dots R_b (R_b R_g)^n e^{-2n\sigma_s l_s}] \quad (2.37)$$

$$= A_{tw}T_g R_b e^{\sigma_s x} e^{-2\sigma_s l_s} \sum_{n=0}^{n=\infty} (R_b R_g)^n e^{-2n\sigma_s l_s} = \frac{A_{tw}T_g R_b e^{-2\sigma_s l_s}}{1 - R_g R_b e^{-2\sigma_s l_s}} e^{\sigma_s x}$$

Tanto a equação (2.36) como a equação (2.37) são séries geométricas<sup>xi</sup> de mesma razão.

$$r = R_g R_b e^{-2\sigma_s l_s} \quad (2.38)$$

Sendo r a razão das séries geométricas. A quantidade total das ondas térmicas refletidas é dada pela integral no intervalo de x=0 até x=l (espessura total da amostra) para a soma,  $R_{gs+sc}$ , da contribuição das ondas transmitidas nas duas interfaces, e podem ser escritas com:

$$R_{gs+sc} = \frac{A_{tw}T_g}{1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s}} [e^{-\sigma_s x} + R_b e^{-2\sigma_s l_s} e^{\sigma_s x}] \quad (2.39)$$

Integrando (2.38), temos:

$$\theta_{dc}(x) = \int_0^l \frac{I_o \beta e^{-\beta x} T_g}{4K_s \sigma_s (1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s})} [e^{-\sigma_s x} + R_b e^{-2\sigma_s l_s} e^{\sigma_s x}] dx$$

<sup>x</sup> Para o resultado da contribuição das ondas térmicas transmitidas, aplicamos os mesmos procedimentos de analisar a contribuição em série e aplicar a série de Laurence nos termos da somatória.

<sup>xi</sup> Série geométrica:

$$\sum_{n=0}^{\infty} ar^n = \frac{a}{1 - r}$$



$$\theta_{dc}(x) = \frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s (1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s})} \left[ \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{R_b e^{-2\sigma_s l_s} (-e^{-(\sigma_s + \beta)l} + 1)}{\beta - \sigma_s} \right] \quad (2.40)$$

O primeiro termo representa a contribuição da onda térmica que se propaga da amostra para o gás e o segundo termo, o da contribuição da onda térmica que viaja da amostra para o substrato, daí e termo  $R_b$ . A equação da temperatura é uma quantidade complexa, pois  $\sigma_s$  é o coeficiente complexo da difusão térmica, e fisicamente representa o surgimento a diferença de temperatura entre o calor gerado na superfície da amostra e a temperatura proveniente da fonte de calor.

O sinal fotoacústico depende da resposta do detector de temperatura, da emissão de calor, da geometria da coleta, que possa dificultar a coleta de informações do sistema. Procurando um sistema adequado podemos escolher uma amostra termicamente grossa associando a um sinal desde que não apresente nenhuma estrutura devido à sobreposição das ondas térmicas, então o sinal normalizado pode ser escrito como:

$$|R(\omega)| = M/M_r \quad (2.41)$$

Com  $M$  sendo o sinal da amostra e  $M_r$  o sinal da referencia termicamente grossa devido à frequência de modulação.

$$M^{-1}_r = \frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s (1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s})} \left[ \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{R_b e^{-2\sigma_s l_s} (-e^{(\sigma_s - \beta)l} + 1)}{\beta - \sigma_s} \right]$$

$$M = \frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s}$$

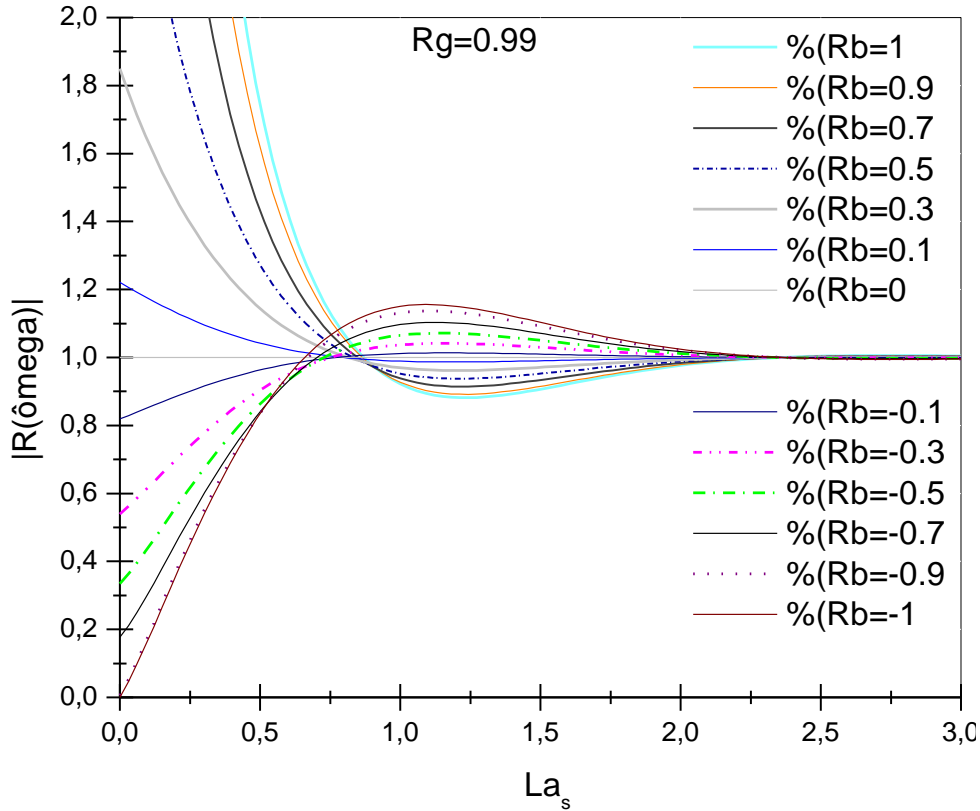
$$R(\omega) = \frac{1}{(1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s})} = \left( \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{R_b e^{-2\sigma_s l_s} (e^{(\sigma_s - \beta)l} - 1)}{\sigma_s - \beta} \right) \quad (2.42)$$

Considerando a amostra termicamente grossa e opaca,  $\beta \gg |\sigma_s|$  e  $\beta l \rightarrow \infty$ ,  $R(\omega)$  se torna:

$$R(\omega) = \frac{1 + R_b e^{-2\sigma_s l_s}}{(1 - R_b R_g e^{-2\sigma_s l_s})} \quad (2.43)$$

Substituindo  $\sigma_s = (1 + j)\sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}$  em (2.41), e como  $|R(\omega)| = \sqrt{R(\omega)R^*(\omega)}$ , usando a fórmula de Euler,  $e^{\pm 2la_s} = \cos 2la_s \pm \sin 2la_s$ , encontramos, e a substituímos o cosseno do arco duplo<sup>xii</sup>, encontramos:

$$|R(\omega)| = \frac{-R_b(1 + R_g)e^{-2a_s l} \sin(2a_s l)}{1 - R_g(R_b e^{-2a_s l})^2 + R_b(1 - R_g) \cos(2a_s l)} \quad (2.44)$$



**Figura 2.4:** Simulação teórica do sinal normalizado versus a espessura térmica normalizada  $la_s$  para variados coeficientes de reflexão térmico entre substrato e amostra,  $-1 < R_b < 1$ . O valor assumido para  $R_g = 0.99$ . A difusividade térmica usada para a simulação é de  $30 \text{ cm}^2/\text{s}$ .

Se  $R_b > 0$ , as ondas refletidas da interface amostra-substrato devem chegar à interface amostra-gás em fase, gerando um padrão de interferência construtiva para a região termicamente fino da amostra, e este limite ocorre até  $la_s \cong 0.75$ . A partir deste valor, um padrão de interferência destrutiva começa a se formar para a região termicamente espessa. Mas se  $R_b < 0$  acontece o contrário, ou seja, o padrão de interferência destrutiva se passa no limite inferior á  $la_s \cong 0.75$ , e construtivo superior a

<sup>xii</sup>  $\cos(2x) = \cos^2(x) - \sin^2(x)$

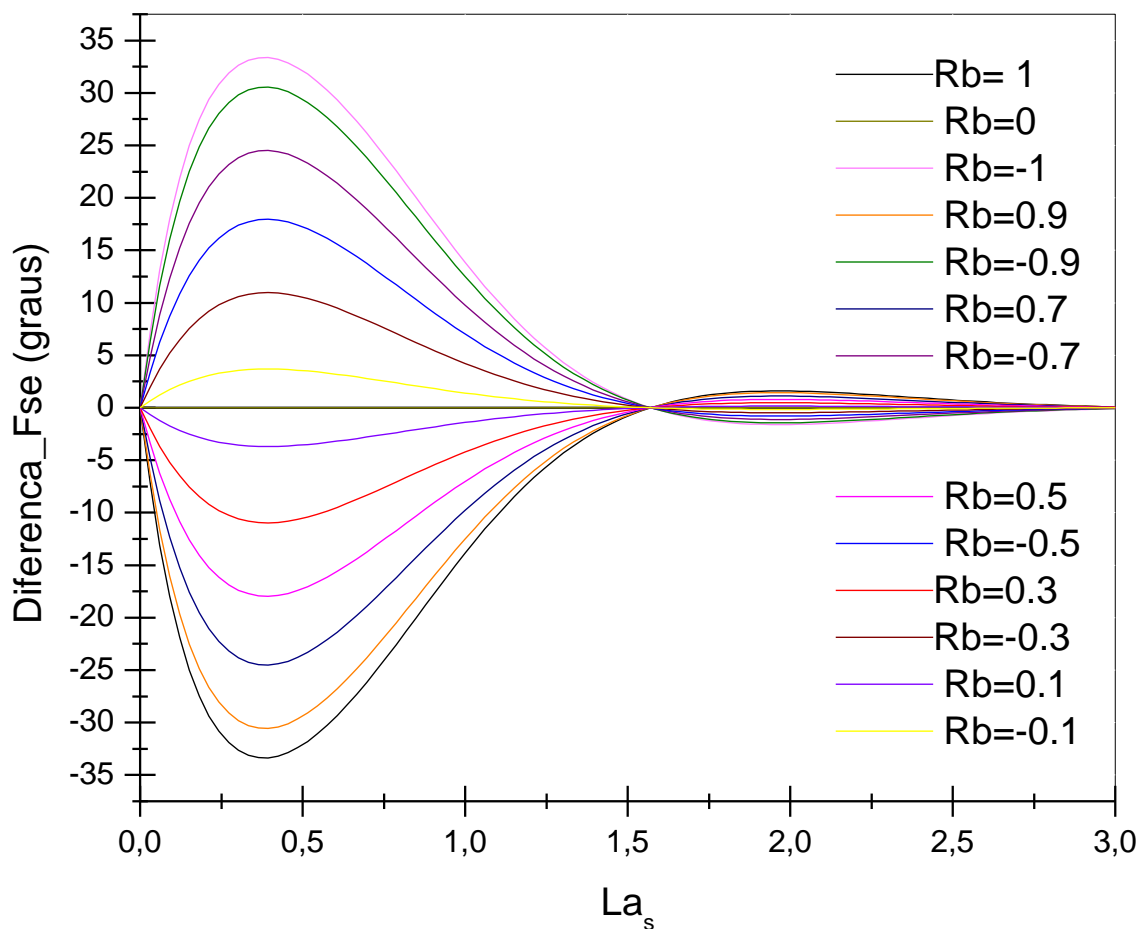
este  $la_s$ . Para calcular a diferença de fase entre o sinal de referencia e o sinal da amostra, separamos a parte real e imaginária da equação (2.43), fazendo novamente a substituição de  $\sigma_s$ . Represento a diferença de fase,  $\varphi$  em coordenadas polares, temos:

$$\varphi = \tan^{-1} \left( \frac{Im(R(\omega))}{Re(R(\omega))} \right) =$$

$$\varphi = \tan^{-1} \left( \frac{-(1 + R_g)R_b e^{-2a_s l} \sin(2a_s l)}{1 + R_b(1 - R_g)e^{-2a_s l} \cos(2a_s l) - R_b^2 R_g e^{-4a_s l}} \right) \quad (2.45)$$

A figura 2.5 mostra que após  $la_s \cong 1.5$ , ocorre uma saturação para a diferença de fase. Se  $R_b$  é negativo, a efusividade térmica da amostra é menor do que a do substrato, mas para  $R_b$  positivo, a efusividade térmica do material medido é maior do que a base. Quanto maior for a diferença da efusividade térmica do substrato e da amostra, maior será a diferença de fase entre a fonte de calor e a temperatura na superfície da amostra. Para o caso especial de  $e_s \cong e_b$ , ocorre o chamado casamento térmico conhecido também como acoplamento térmico, neste caso  $R_b \cong 0$  e dificulta muito a obtenção da difusividade térmica, por isto que é importante uma boa escolha do substrato. Observando gráfico simulado na figura 2.5 entendemos que a concavidade da curva da diferença de fase é positiva para  $R_b$  negativo, cuja sua concavidade é negativa quando encontramos  $R_b$  positivo. Quanto mais a direita ocorrer a saturação da curva, e mais espesso for este pico de saturação, maior será a difusividade térmica do material.

É possível encontrar a difusividade e a efusividade térmica dos materiais com a interferometria de ondas térmicas tanto pela análise do sinal normalizado, como pela a diferença de fase em função de  $la_s$ . Mas geralmente é analisada a diferença de fase, pois esta demora mais para saturar com a difusividade térmica em comparação ao sinal.



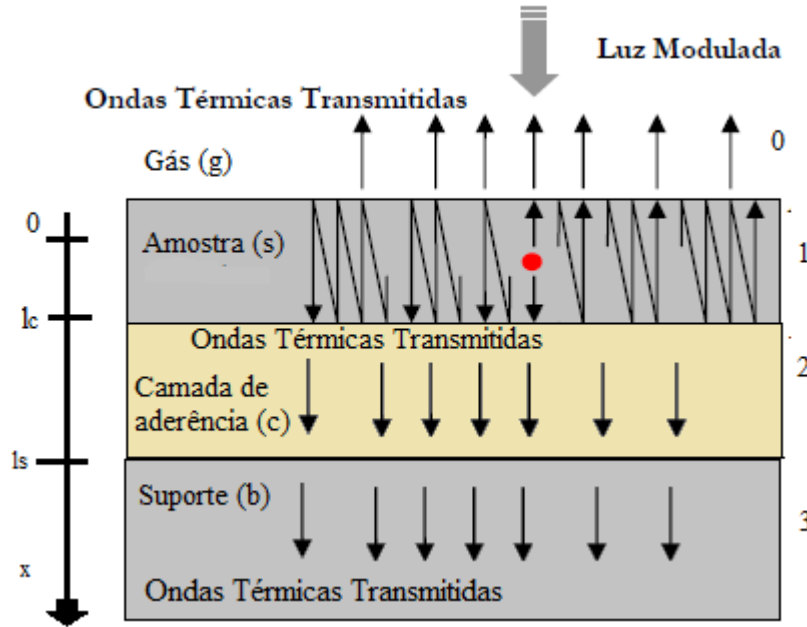
**Figura 2.5:** Simulação teórica para a  $\phi$  versus  $la_s$  considerando  $R_g = 1$ . A diferença de fase não é superior a  $45^\circ$ . A simulação considerou o intervalo para  $R_b \rightarrow [-1, 1]$ . A difusividade térmica é de  $30 \text{ cm}^2/\text{s}$  usada na simulação.

## 2.6. Equações Fundamentais da Interferometria de Ondas Térmicas Modelo da Aderência

Quando temos outra camada existe entre a amostra e o substrato, por exemplo, para uma melhor adesão, é necessário se levar em conta as propriedades térmicas deste novo meio para a obtenção das características térmicas da amostra.

As interfaces podem ser consideradas ar-amostra, amostra-camada de aderência e camada de aderência-substrato. A camada de aderência será representada ao longo da seção através do subíndice  $c$ . O principal efeito ocorrido com esta nova camada é a alteração da amplitude da diferença de fase resultante da variação da temperatura.

Considerando a camada de aderência como um meio semi-infinito, homogênea e isotrópica.



**Figura 2.6:** As ondas térmicas transmitidas atravessam a camada de aderência e vão para o substrato. Como sequências são refletidas da interface camada de aderência-amostra e transmitidas pela interface amostra-gás.

O coeficiente de reflexão efetivo para as multicamadas é dado por<sup>[3, 6, 9,33-37]</sup>:

$$\Gamma = \frac{\Gamma_1 + \Gamma_2 e^{-\sigma_c l_c}}{1 + \Gamma_1 \Gamma_2 e^{-\sigma_c l_c}} \quad (2.46)$$

Sendo  $b_{\frac{i+1}{i}} = \frac{\sigma_{i+1} K_{i+1}}{\sigma_i K_i}$

A espessura da camada de aderência influencia no coeficiente de reflexão efetivo. Para a interface entre a amostra-camada de aderência, as ondas térmicas propagam-se da dianteira da interface até a superfície da amostra, e na interface camada de aderência-substrato, as ondas térmicas são transmitidas através da camada de aderência para o substrato. O coeficiente de reflexão efetiva da interface entre amostra-camada de aderência e camada de aderência-substrato é respectivamente:

$$\Gamma_0 = R_{g_{opaco}}$$

$$\Gamma_1 = \frac{1 - b_{21}}{1 - b_{21}}$$

$$\Gamma_2 = \frac{1 - b_{32}}{1 - b_{32}}$$

$$(2.47)$$

As ondas refletidas na interface amostra-camada de aderência podem ser expressas com a forma:

$$A_{tw}T_g e^{-\sigma_s x} [1 + \Gamma_0 \Gamma e^{-2\sigma_s l_s} + (\Gamma_0 \Gamma)^2 e^{-4\sigma_s l_s} + \dots (\Gamma_0 \Gamma)^n e^{-2n\sigma_s l_s}] =$$

$$\frac{T_g A_{tw} e^{-\sigma_s x}}{1 - (\Gamma_0 \Gamma)^n e^{-2n\sigma_s l_s}}$$

$$(2.48)$$

E a contribuição das ondas térmicas refletidas da interface camada de aderência-substrato é dada por:

$$A_{tw}T_g e^{\sigma_s x} \Gamma_1 e^{-2n\sigma_s l_s} + \Gamma(\Gamma\Gamma_0) e^{-4\sigma_s l_s} + \dots \Gamma(\Gamma\Gamma_0)^n e^{-2n\sigma_s l_s}]$$

$$= \frac{A_{tw}T_g \Gamma e^{-2n\sigma_s l_s}}{1 - \Gamma_0 \Gamma e^{-2n\sigma_s l_s}} e^{\sigma_s x}$$

$$(2.49)$$

A quantidade total das ondas térmicas refletidas é dada pela soma das duas contribuições anteriores:

$$\Gamma_{sc+cb} = \frac{A_{tw}T_g}{1 - \Gamma\Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s}} [e^{-\sigma_s x} + \Gamma e^{-2\sigma_s l_s} e^{\sigma_s x}] \quad (2.50)$$

Integrando  $r_{sc+cb}$  de  $x=0$  até  $x=l$ , encontramos a temperatura superficial:

$$\theta_{dc}(x) = \int_0^l dx \frac{T_g}{4K_s \sigma_s} \frac{I_0 \beta e^{-\beta x}}{(1 - \Gamma\Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} [e^{-\sigma_s x} + \Gamma e^{-2\sigma_s l_s} e^{\sigma_s x}] =$$

$$\frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s (1 - \Gamma \Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} \left[ \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{\Gamma e^{-2\sigma_s l_s} (-e^{-(\sigma_s + \beta)l} + 1)}{\beta - \sigma_s} \right] \quad (2.51)$$

Permanecendo a dependência da temperatura sobreposta total na superfície da amostra com o coeficiente de absorção ótico na superfície da amostra. O coeficiente de reflexão efetivo tem papel análogo ao do  $R_b$  opaco, com a diferença que é um termo complexo e envolve a efusividade térmica da amostra, da camada aderente e do substrato. Para o meio óticamente opaco,  $\beta l \gg 1$ ,  $\theta_{dc}(\mathbf{x})$  a expressão (2.51) é simplificada:

$$\theta_{dc}(\mathbf{x}) = \frac{T_g I_o \beta (1 + \Gamma e^{-2\sigma_s l_s})}{4K_s \sigma_c (1 - \Gamma \Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} \quad (2.52)$$

O sinal normalizado é:

$$|\Lambda(\omega)| = M' / M'_r \quad (2.53)$$

$M'$  é o sinal da amostra e  $M'_r$  o sinal de referência .

Seguindo o mesmo procedimento para o modelo opaco, encontramos o sinal normalizado para o meio óticamente opaco:

$$\Lambda(\omega) = \frac{1 + \Gamma e^{-2\sigma_s l_s}}{(1 - \Gamma \Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} \quad (2.54)$$

Sabendo que:

$$\varphi = \tan^{-1} \left( \frac{\text{Im}(\Lambda(\omega))}{\text{Re}(\Lambda(\omega))} \right) =$$

$$\varphi = \tan^{-1} \left( \frac{-(1 + \Gamma_0) R_b e^{-2a_s l} \sin(2a_s l)}{1 + \Gamma(1 - \Gamma_0) e^{-2a_s l} \cos(2a_s l) - \Gamma^2 \Gamma_0 e^{-4a_s l}} \right) \quad (2.55)$$

Substituindo a expressão (2.46) em (2.55), a expressão para a diferença de fase encontrada é:

$$\varphi = \tan^{-1} \left( -2 \frac{[R_2 + R_1 R_3 \sin 2x_s + R_3 \sin(2(x_s + x_c)) - R_1 R_2 \sin(2(x_c - x_s))]}{1 + R_1^2 - R_2^2 - R_3^2 - 2R_2 R_3 - R_1 \cos(2x_c)} \right)$$

(2.56)

Onde:

$$x_s = \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha_s}}$$

$$x_c = \sqrt{\frac{\pi f}{\alpha_c}}$$

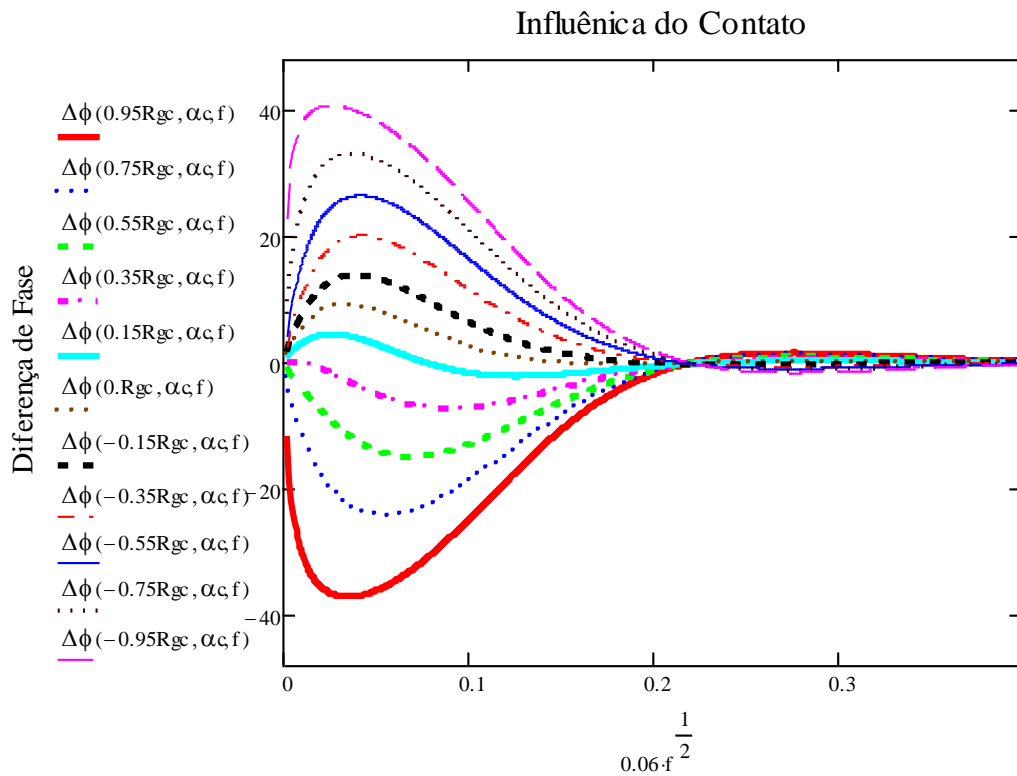
$$R_1 = r_2 r_1 e^{-2x_c}$$

$$R_2 = r_1 e^{-2x_s}$$

$$R_3 = r_2 e^{-2(x_s + x_c)}$$

A diferença de fase e a temperatura dependem termicamente da difusividade e da efusividade térmica, geometricamente de espessura, da amostra, da camada de aderência e do substrato. Podemos observar através da figura 2.7, que a saturação para  $la_s$  também ocorre em 1.5, assim como no modelo opaco. O  $Rgc$  mostrado na figura acima corresponde ao coeficiente efetivo entre a interface amostra-camada de aderência,  $r_1 = \frac{1-b_{cs}}{1+b_{cs}}$ . Observa-se aqui novamente que quanto maior a diferença entre as efusividades térmicas do meio aderente e da amostra medida, maior a variação da fase, e a difusividade térmica aumentará a direita do eixo x e com a espessura da curva saturada. Com respeito á concavidade das curvas da diferença de fase o comportamento é similar ao modelo opaco.





**Figura 2.7:** Gráfico da diferença de fase versus a espessura térmica normalizada para o modelo da TWI com a camada de aderência, com  $\alpha_s = 60 \cdot 10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$  e  $\alpha_c = 2 \cdot 10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$  e as espessuras para amostra e camadas de aderência com  $l_s = 600 \mu\text{m}$  e  $l_c = 200 \mu\text{m}$ . O coeficiente de reflexão efetivo entre a interface amostra-gás é  $r_0=1$ .

## Referências Bibliográficas

- [1]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Chapman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.0.
- [2]- <http://www.abnt.org.br/>- acessadoem26deoutubrode2012.
- [3]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Chapman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1,Cap.2.
- [4]- Kreith.F., Manglik.R.M., Bohn.M.S., *Principles of Heat Transfer*, , 2011, Ed. Cengage, Stamford, Estados Unidos da América, Vol.7, Cap.2.
- [5]- Mariucci.V.V.G, *Estudo da Difusividade Térmica de Materiais em Pó Utilizando Uma Célula Fotoacústica Aberta (OPC) e Seu Comportamento na Liga Magnetocalórica  $Gd_{5,09}Si_{2,03}Ge_{1,88}$* , 2011, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.
- [6]- Patel.P., *An Evaluation of the Technique of Photothermal Radiometry for the Non destructive Testing and Characterization of Plasma-sprayed Coatings*, 1988, Univerity of Bath, Tese de Doutorado em Filosofia.
- [7]- Carslaw.H.S., Jaerser.J.C., *Conduction of heat in solids, 19559, Ed. Claredon., Oxford, Inglaterra, Vol.1, Cap.2.*
- [8]- Silva.E.N., *Montagem e Aplicação da Interferometria de Ondas Térmicas ao Estudo de Filmes Espessos e Imagens de Defeitos em Sólidos Amorfos*, 2002, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.
- [9]- Morris.J.D., *Thermal Wave Testing of Ceramics*, 1990, Univerity of Bath, Tese de Doutorado em Filosofia.
- [10]- Coelho.T.M, *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para o Estudo de Materiais: Filmes Poliméricos, Corantes Alimentícios e Hidroxipatita Natural*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Dourorado em Física.

[11]- Silva.E.N, *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para a Análise das Propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados, Pastilhas Metálicas e Revestimentos acrílicos*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[12]- Bennet.C.A, Patty.R.R, *Thermal Wave Interferometry: a potencial application of the photoacoustic effect*, 1982, Journal of Applied Optics, Vol.21, pp.49-54.

[13]- Brusse.G, Dewhurst.R.J., Nikoonahad.M., Scruby.C.B, *Imaging with Optically Generated Thermal Waves*, 1986, Journal Philosophical Transaction of The Royal Society, Vol.320, pp;181-186 .

[14]- Cernhusci.F., Figari.A., *Thermal Wave Interferometry for measuring the thermal diffusivity of thin slabs*, 2000, Journal of Materials Science, Vol.35, pp. 5891-5897

[15]- Bento.A.C, Almond.D.P, Brow.S.L., Turner.L, *Thermal wave non destructive thicness measurement of hidroxiapatite coatings aplicated to prosthetic hip stems*, 1995, Journal of Materials Science-Materials In Medicine, Vol.6, pp 335.-339.

[16]- Prandel.L.V., *Implementação da Célula Fotoacustica de Célula Aberta Para a Obtenção da Difusividade Térmica dos Metais*, 2009, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Dissertação de Mestrado em Ciências.

[17]- Dahod.A.A.H., *Photothermal Materials Characterization at Hight Temperature by Means of IR Radiometry*, 1999, Universital Bochum, Dissertação de Mestrado em Física e em Astronomia.

[18]- Butkov.E., *Physics Mathematics*, 1973, Ed. Addison Wesley Publishing Company, Boston, Estados Unidos da América, Vol.1, Cap.3,5,14.

[19]- Moxsin.M.M., Almond.D.P., *Non destructive examination of paint coatings using the thermal wave techniques*, 1995, Journal Materials Science, Vol.30.

[20]- Bento.A.C, Almond.D.P., *The Accuracy of Thermal Wave Interferometry for the evalution of thermophysical proprieties of plasma-sprayed coatings*, 1995, Journal Meas. Science Technologic, Vol.6, pp 1022-1027.

- [21]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Champman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.3.
- [22]- Butkov.E., *Physics Mathematics*,1973,Ed.Edson Wesley Publishing Company, Boston, Estados Unidos da América, Vol.1, Cap.2.
- [23]- Gibkes.J., Bein.B.K, Ktugen.D., Pelzl.J., *Thermophysical Characterization of Hine Grain Based on Thermal Waves*, 1993, Journal Carbon, Vol.31, pp. 801-807.
- [24]- Coelho.T.M, Nogueira.E.S, Weinard.W.R, lima.W.M, Steimarcher.A, Medina.A.N, Bento.A.C, *Thermal properties of natural nanostructured hydroxipatite extracted from fish bone waste*, 2007, Journal of Appllied Optics, Vol.101.
- [25]- Silva.E.N., Pereira.J.R.D., Baesso.M.L., Bento.A.C., *Stydy of layered and defective amorphous solids by means of thermal wave method*, 2003, Journal of Non Crystalline Solids, Vol.318, pp.314-321.
- [26]- Roseicwaig.A, Gersho.A.J., *Theory of Photoacoustic Effect with Solids*, 1976, Journal of Appllied Optics, Vol.47, pp.64-69.
- [27]- Bento.A.C, Almond.D.P, Brow.S.L., Turner.L, *Thermal wave nom destructive thicness measurement of hidroxipatite coatings aplicated to prosthetic hip stems*, 1995, Journal of Materials Science-Materials In Medicine, Vol.6, pp 335.-339.
- [28]- Coelho.T.M, Nogueira.E.S, Weinard.W.R, lima.W.M, Steimarcher.A, Medina.A.N, Bento.A.C, *Thermal properties of natural nanostructured hydroxipatite extracted from fish bone waste*, 2007, Journal of Applied Optics, Vol.101.
- [29]- Mandelis., *Hamilton Jacobi formulation and a quantum theory of thermal wave propagation in solid state*, 1985, Journal Math. Pysics, Vol.26, pp.2676-2683.
- [30]- Lima.J.A.P., Silva.M.G., Massunaga.M.S.O., Cardoso.S.L., Vargas.H., *Monitoring of Gas diffusion in air using the TWI: Thermal diffusivity measurements made easy*, 2003, Journal of Scientific Instruments, Vol.74, pp.842-844.
- [31]- Olenka.L., *Utilização das Técnicas Fototérmicas Para a Determinação de Propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados*, 2003, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Dourorado em Física.

[32]- Nogueira.E.S., Santos.M.A., Baesso.M.L., Bento.A.C., *Comparison between TWI and OPC for studying porous mettalic slabs*, 2005, Journal De Physque, Vol.4, pp 569-572.

[33]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Champman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.7.,9.

[34]- Born.M., Wolf.E., *Principles of Optics*, 1980, Ed. Pergamon Press, Oxford, Inglaterra, Vol.6, Cap.1.

[35]- Zijp.F., *Near Field Optical Data Storage*, 2007, Ed.Copright, Phoenix, Estados Unidos da América, Vol.1, Cap.4.

[36]- Barbone.P.E., *Estudo de Espalhamento de Ondas Ultra Sônicas por intefaces defeituosas*, 2002, 6° Congresso Tecnologia de Equipamentos, Salvador.

[37]- Patel.M.P., Almond.D.P., Reither.H., *Thermal Wave detection and characterizaton of subfarces defects*, 19787, Journal of Applied Pysics, Vol.43, pp.9-15.

### **3. Desenvolvimento Experimental**

#### **3.1. Propriedades Térmicas de Vários Materiais**

O conhecimento de muitas propriedades físicas dos materiais já estudados na literatura científica contemporânea possibilita a expansão do conhecimento de novas propriedades de diversos materiais assim como também o desenvolvimento de novos materiais que podem ser utilizados a serviço da sociedade.

Para a técnica de interferometria de ondas térmicas, é fundamental se conhecer a efusividade térmica de seu substrato, pois é a referência de toda a análise obtida experimentalmente.

No caso do desenvolvimento de um novo material odontológico como o que foi feito em Ilha Solteira, era preciso o conhecimento dos valores físico-químicos do cimento Portland, dos cimentos endodônticos já existentes e do dente para que este produto pudesse ser planejado. A tabela 3.1 exhibe determinadas características térmicas para alguns materiais conhecidos.

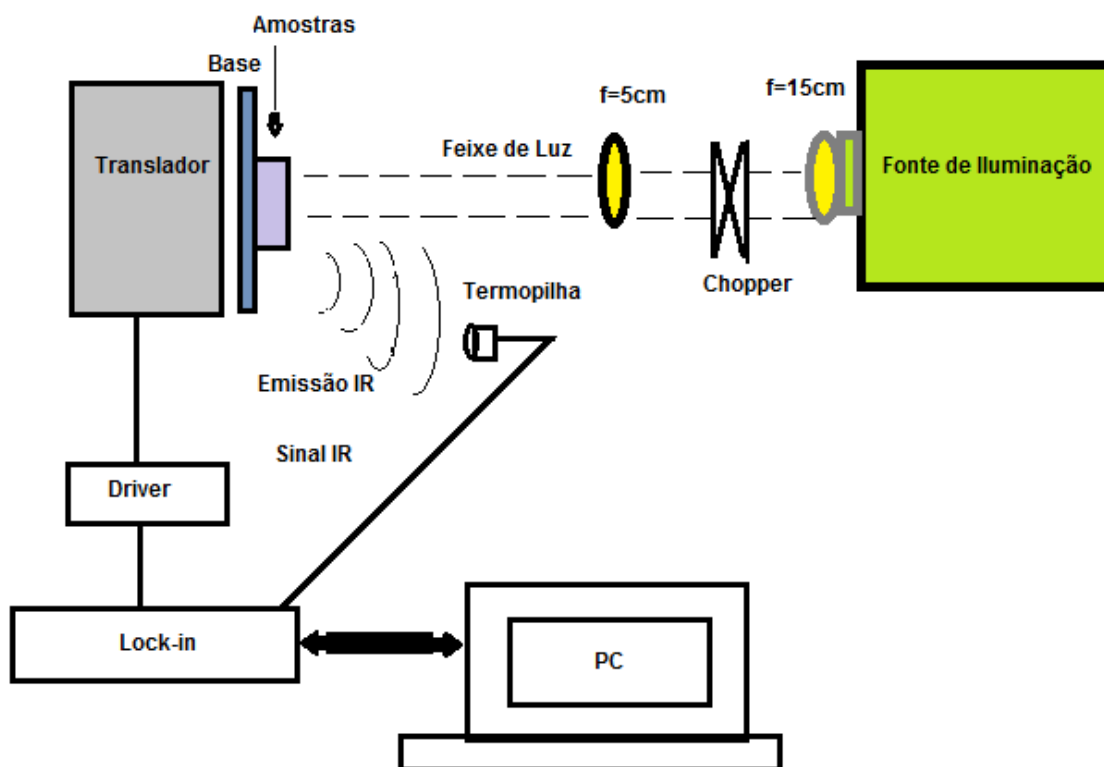
Material	c (J/kgK)	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$\alpha$ (10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s)	e (Ws <sup>1/2</sup> /m <sup>2</sup> K)	K (W/mK)
Aço Inox AISI 316	468	8238	3.48	7187.64	13.4
Aço Inox AISI 304	500	8030	4.03	8064.92	16.2
Vidro Soda Lime	858	2510	0.46	1467.51	1.0
Alumínio (Puro)	945	2700	93.28	24642.59	238
Cobre	385	8933	116.6	37136.52	401
Bronze	420	8800	14.07	13863.33	52
Ouro	129	19300	127.32	28093.32	317
Ferro	447	7870	22.8	16796.87	80.2
Magnésio	1024	1740	87.55	16671.97	156
Níquel	444	8900	22.95	18931.72	90.7
Prata	235	10500	173.86	32535.48	429
Titânio	522	4500	9.32	7172.38	21.9
Tungstênio	132	19300	68.3	21054.27	174
Diamante	509	3500	1291.05	64011.33	2300
Germânio	322	5360	34.71	10167.72	59.9
Vidro de Quartz	730	2210	0.87	1502.87	1.4
Ar	1007	1.16	0.26	5.51	0.026
Hélio	5193	0.1785	153	11.32	0.14
Acetona	2210	792	0.0914	529.23	0.16

Tabela 3.1: Propriedades Térmicas de alguns materiais <sup>[1-7]</sup>.

### 3.2. Montagem experimental da TWI

A TWI é uma técnica experimental não destrutiva. O sistema experimental é composto por: uma fonte de radiação que constou de luz branca e lasers, Sistema Oriel Arco Xenônio 1000W (Newport modelo 69920), Laser TTL de Diodo (modelo DHOM-M) 500mW@532nm e Laser Argônio 6W Coherent (TEM00 modelo Innova 90-Plus) na linha 514nm, o chopper mecânico, (modelo SR 540 da Stanford Research) um detector térmico (Termopilha Oriel modelo 71765) com a janela de germânio e consegue realizar uma leitura de na região de 8-14  $\mu\text{m}$ , o pré-amplificador lock-in EG&G, modelo 5110, um computador para receber e atualizar os dados do lock-in e gerenciar a viagem do motor de passo modelo (TYPE 23LM-K005/20, MINEBEA

LTDA), e um translador de 20 cm construído na no departamento de Física da UEM conectado ao motor de passos, além de 2 lentes BK7 de 15 e 5 cm de distância focal e um espelho plano de área de 9 cm<sup>2</sup>. A figura 3.1 apresenta o aparato experimental usado neste trabalho.



**Figura 3.1:** Representação esquemática da montagem experimental da TWI usada tanto para o modelo opaco e o de aderência.

A superfície da amostra aquecida foi monitorada por um detector térmico, a termopilha, que foi posicionada de forma que a abertura frontal<sup>xiii</sup> ficasse o mais próximo possível da superfície aquecida da amostra. A emissão térmica proveniente das amostras foi detectada pela Termopilha conectada ao lock-in, que monitora os valores de sinal e fase coletados, o qual combina o sinal do com a referência do modulador. Um computador com um software desenvolvido na graduação por mim (Angela Maria Picolloto) como projeto de iniciação científica, em colaboração com o aluno de graduação na ocasião também Vitor Santaella Zanuto para a técnica TWI tem monitoração de uma interface RS 232, sendo então os dados de sinal e fase obtidos

<sup>xiii</sup> A janela de germânio.



através da porta paralela do computador, este controla a viagem do motor de passos durante a aquisição.

As condições experimentais para as amostras medidas podem ser observadas na tabela 3.2:

Amostras	Fonte Luminosa	Range de Frequência (Hz)	Spot (mm)	Potência na Amostra (mW)	Potência da Fonte Luminosa (W)	Constante de tempo do Lock-in	Subpontos	Substrato
<b>CER-MTA</b>	Lâmpada de arco Xenônio	1-25	5	260	750	3 e 10	30	Aço Inox 316 AISI
<b>Cimento Portland</b>	Lâmpada de arco Xenônio	1-34 Hz	3	300	880	3 e 10	20	Vidro Soda Lime
<b>Pasta Térmica</b>	Lâmpada de arco Xenônio, Laser de TTL, Laser de Argônio	0.5-80	4 e 5	300 350 500	800 0.5 0,675	3 e 10	60	Vidro Soda Lime e Aço Inox AISI 304
<b>Durepox Loctite</b>	Lâmpada de arco Xenônio	0.7-44	3	310	880	3 e 10	50	Vidro Soda Lime

**Tabela 3.2:** As condições experimentais utilizadas neste trabalho para cada grupo de amostra utilizada.

Medir os subpontos significa medir o número de leituras realizadas em cada ponto monitorado no sistema durante a aquisição dos dados. No caso das pasta térmica, o spot foi de 4 mm para a lâmpada e 5 mm para os demais lasers, 300 mW para a lâmpada de xenônio, 350 mW para o laser de TTL, e 500 mW para o laser de argônio e 800 W para a lâmpada de xenônio, 500 mW para o laser de TTL, e 675 mW para o laser de argônio.

Foram realizadas algumas varreduras com e sem filtro de infravermelho acoplado a lente, para verificar se haveria alguma diferença nos resultados, mas a presença do filtro de infravermelho não modificou os resultados. Para cada 1 mm medido, varremos 4 pontos e optamos pelo passo completo 2 com maior torque dentre os passos existentes para comandar o motor de passos <sup>[8]</sup>. A precisão do motor de passo é de 10  $\mu\text{m}$ .

O substrato escolhido precisa ser termicamente grosso em comparação com a amostra para que não contribua com a interferência com o material medido.

Com relação a constante de tempo o manual do chopper mecânico garante maior estabilidade para as frequências superiores a 10 Hz <sup>[9]</sup>. Foi observado durante os experimentos, que dependendo da quantidade de subpontos lidos, e do sinal absorvido por cada amostra, que a estabilidade da frequência ocorria de 6- 10 Hz. Para resolver este problema e evitar a ruídosidade do sinal, que afeta a fase medida, aumentou a constante de tempo para 10 s em todas as frequências medidas abaixo de 10 Hz.

A detecção das potências que chegam às amostras for feita pelo sensor de potência (Spectra Phisicys, modelo 470-A), posicionado no mesmo ponto de localização das amostras.

### **3.3. Preparação das amostras**

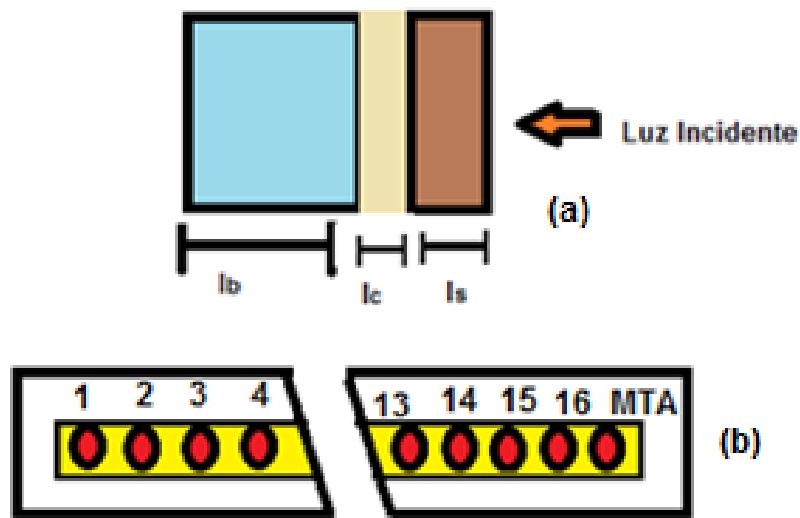
#### **i) CER e MTA**

As amostras do CER foram preparadas no departamento de Físico-Química da Unesp de Ilha Solteira, pelo grupo de Vidros e Cerâmica.

As 16 amostras do cimento endodôntico foram preparadas com anéis de aço inoxidável de 10 mm de diâmetro interno e 2 mm para cada uma com a relação pó-líquido variando o tamanho do grão em 25, 38, 45,53  $\mu\text{m}$  e também o volume de emulsão 140, 150, 160,170  $\mu\text{L}$ , para 600 mg de pó clínquer. Para fazer a mistura, utilizou-se uma espátula de aço e uma placa de vidro, preenchendo os anéis com o cimento sustentados sob uma lâmina de vidro com 1 mm de espessura. Depois de pronta a mistura, depositou-se sobre o anel outra lâmina de vidro de 1 mm de espessura para

nivelar a superfície da amostra <sup>[10]</sup>. Todo o processo de preparo das amostras foi realizado em temperatura ambiente, já o grupo de lâmina/anel/lâmina esteve em compartimento em uma estufa com a temperatura média de 37° C, próxima à temperatura da boca humana, e umidade entre 95% e 100%. Para medir o tempo de presa, se utilizou a técnica de penetração da agulha de Gilmore na superfície da amostra, repetindo a penetração da agulha a cada 2 minutos até que não ficassem mais marcas na superfície da amostra.

A amostra do MTA para comparação foi comprada no mercado local. Para se preparar as amostra de MTA, foi colocada 200 mg do pó com 20 µm de granulometria e volume 57 µL de água destilada sobre o molde padrão de uma chapa metálica de 550 µm de espessura e 6 mm de diâmetro <sup>[11-12]</sup>. Por 30 segundos esta mistura foi espatulada até chegar a uma homogeneização completa. O resultado é uma massa parecida com a do cimento Portland, e análogo ao da amálgama<sup>xiv</sup>, com uma consistência arenosa de maior umidade.



**Figura 3.2 (a):** Geometria para as amostras de cimentos odontológicos com espessura média de 600 µm, colados sobre camadas de pasta térmica com espessura aproximada de 218 µm. O substrato utilizado foi de aço inox AISI 316 termicamente grosso, com 3,16 mm de espessura. **(b):** Visão central da ilustração á esquerda. As 4 primeiras amostras são do grupo de 25 µm de granulometria, com a sequencia do volume de emulsão em ordem crescente (140-170) µL, em sequência as amostras do grupo de 38 µm, 45 µm e 53 µm, mantendo sempre a ordem de emulsão. A amostra MTA foi à última medida.

<sup>xiv</sup> O material amálgama de prata é outro cimento restaurador utilizado na odontologia para restauração.

Sobre o substrato de aço inox AISI 316 com 3.16 mm de espessura, depositou-se inicialmente as camadas de pasta térmica a espessura média de 218  $\mu\text{m}$  e posteriormente sobre as pastas às amostras dos materiais odontológicos, a espessura média de 600  $\mu\text{m}$  e diâmetro médio de 6 mm. O substrato de aço inox foi limpo com acetona e lixado com lixas d' água 400, 600, 800, 1200.

As medidas das espessuras medidas neste trabalho foram realizadas com o apoio do micrometro Mytutoyo com precisão de 1  $\mu\text{m}$ .

Com o aumento da granulometria, mais quebradiças ficam as amostras, devido ao aumento de porosidade <sup>[12]</sup>.

<b>Amostras</b>	<b>Espessura cimentos (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>	<b>Espessura da pasta (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>
<b>25/140</b>	580	216
<b>25/150</b>	532	217
<b>25/160</b>	592	216
<b>25/170</b>	565	217
<b>38/140</b>	564	228
<b>38/150</b>	645	216
<b>38/160</b>	486	217
<b>38/170</b>	565	225
<b>45/140</b>	640	230
<b>45/150</b>	610	226
<b>45/160</b>	617	232
<b>45/170</b>	598	217
<b>53/140</b>	640	218
<b>53/150</b>	625	222
<b>53/160</b>	735	216
<b>53/170</b>	606	209
<b>MTA</b>	589	184

**Tabela 3.3:** Espessuras das amostras de CERs e MTA e das camadas de pasta térmicas nas quais foram coladas respectivamente.

## ii) Cimento

O cimento usado neste experimento foi o cimento comum Portland, CP1, vendido pela empresa Votorantin. Sobre uma placa de petri, as amostras de cimento foram preparadas com a mistura de 2,59 g de cimento e 2.5 mL de água destilada,

umedidos repetidamente com a balança analítica (AND GH-202) com precisão de 0.1 mg, a massa da placa de petri utilizada era de 3,71 g e a massa total com a placa e o cimento era de 6,30 g), e com um balão volumétrico graduado com 1 mL.

Depois de bem homogeneizada e assim como o MTA deixar a mistura em estado arenoso, porém viscoso, para que o endurecimento do cimento não ocorresse tão rápido dificultando seu manuseio experimental, as amostras foram postas com o auxílio de espátulas de aço inox sobre o substrato de vidro soda lime com 2 mm de espessura, lixado com a lixadeira elétrica da marca Maylon deixando a superfície do substrato rugosa, dando uma melhor associação mecânica as amostras e a base, não precisando assim de uma outra camada que possibilita-se a aderência entre eles. O preparo do substrato abarcam operações que permitem limpeza e rugosidade. A limpeza elimina as impurezas e a rugosidade da superfície melhora a aderência. O diâmetro médio de cada amostra foi de 9.6 mm, visualizados na figura 3.3.

Para o molde da espessura das amostras, foi utilizada sobre o substrato de vidro uma fita dupla face, cuja parte adesiva de tal fita média 58  $\mu\text{m}$ , e a parte adesiva e branca, o dobro 116  $\mu\text{m}$ .

A temperatura ambiente na sala era de 20 ° C e a umidade relativa do ar estavam em torno de 51 %, medido pelo termostato (ICEL Manaus Ht-208).

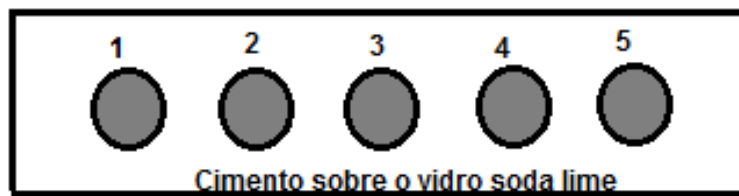
	<b>Camada 1 (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>	<b>Camada 2 (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>	<b>Camada 3 (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>	<b>Camada 4 (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>	<b>Camada 5 (<math>\mu\text{m}</math>) <math>\pm 1</math></b>
<b>Substrato Vidro Soda Lime</b>	2070	2080	2080	2080	2080
<b>Substrato+ Cimento Votorantim</b>	2190	2210	2330	2470	2500
<b>Apenas Cimento Votorantim</b>	<b>120</b>	<b>130</b>	<b>250</b>	<b>390</b>	<b>420</b>

**Tabela 3.4:** Espessuras das cinco camadas de cimento analisadas no trabalho.

O tempo de preparação destas amostras em temperatura ambiente durou 01h30min h e secaram dentro da estufa (LabStore, NovaEtica, modelo 10115-xx) por 2:15 h, à 36 °C. As espessuras das amostras estão na tabela 3.4.

É muito importante que exista uma variação entre a espessura das camadas para que os sistemas de varreduras sejam abrangentes tanto nas regiões termicamente finas e

espessas. Como esta condição depende das frequências de aquisição e da espessura das amostras  $la_s \gg 1.5$  e  $la_s \ll 1.5$  temos que avaliar os limites de frequência de nosso sistema e os limites espessuras. Para as menores espessuras temos maior chance de estarmos no limite termicamente fino do sistema dependendo da frequência utilizada, assim como as amostras mais espessas tem maior chance de estarem na região mais espessa da TWI. O nosso limite de frequência <sup>[9,13]</sup> inferior é de 0.5 Hz permitido pelo o lock-in, e o limite superior adequado para a realização das medidas é até onde tenha sinal superior ao ruído de fundo do detector, que na maioria dos experimentos feitos com esta técnica neste trabalho foi de 1.5  $\mu$ V.



**Figura 3.3:** Desenho ilustrativo para as amostras de cimento com espessuras descritas nas na tabela 3.4.

A granulometria do grão foi medida sobre a pressão do micrômetro e o registro era de 58  $\mu$ m.

### iii) Pasta Térmica

A efusividade térmica da pasta térmica utilizada como camada de aderência para os experimentos dos materiais odontológicos precisava ser conhecida, pois era o valor de referência para a obtenção do valor da efusividade térmica das amostras, pois  $r_1 = \frac{1-b_{cs}}{1+b_{cs}}$  e  $b_{cs} = \frac{e_s}{e_c}$ . Esta pasta térmica utilizada tem procedência de uma empresa brasileira, mas cujo seus dados físico-químicos não foram disponibilizados.

As medidas da pasta térmica foram realizadas com 2 substratos distintos, vidro soda lime, espessura de 3 mm, e aço inox AISI 304, com espessura de 3 mm, e três fontes de radiação distintas, a lâmpada de arco xenônio, o laser de argônio e o laser de diodo de TTL, sendo que para todas estas fontes as varreduras foram realizadas sobre os

2 substratos. A composição da pasta térmica trabalhada era de silicone e óxido de zinco<sup>xv</sup>.

Tanto as bases de inox e de vidro foram limpas com acetona, e lixadas com lixas d' água 400, 600, 800, 1200.

O procedimento de preparação das amostras foi semelhante para o depósito das amostras sobre os dois substratos. Sobre as bases lixadas, com a ajuda de espátulas de aço inox e de moldes de espessuras finas com materiais simples, alumínio 10 µm, papel contact 60 µm, folha de papel sulfite 100 µm, lixa d' água 1200 com a espessura de 170 µm, papel cartão da caixa de cotonete 278 µm, e papel cartão comercial 343 µm as camadas de pasta térmica foram construídas em cima das bases, O excesso de pasta era retirado com a ajuda das espátulas. Em todos estes moldes com o auxílio de um pastilhador mecânico foram furados em um círculo de 10 mm de diâmetro.

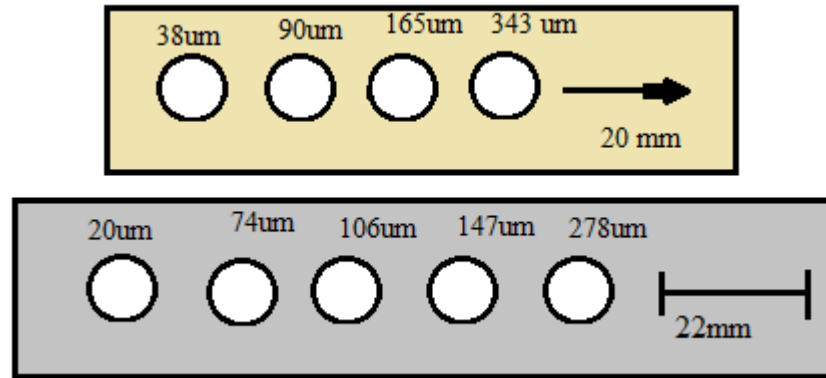
Como manualmente não é tão simples obter exatamente a mesma espessura dos moldes, pois a pasta é muito viscosa, e adere com facilidade à espátula, após 24 horas de termino de preparação, para que a pasta pudesse secar sobre o substrato, foram medida novamente as suas espessuras com moldes dos mesmos materiais e mesmas espessuras que os utilizados para a preparação das amostras. As camadas mais finas apresentaram maior diferença do que o molde de papel alumínio, assim como a de contact utilizado sobre o inox. Com o molde da folha de sulfite também ocorreu variação de sua espessura para mais 6 µm no substrato de aço e de -10 µm para a base de vidro, ficando mais preciso apenas com o as maiores espessuras. Foram varridas 20 mm de substrato para o vidro soda lime e 22 mm para o aço inox.

	<b>Camada 1 (µm) ±1</b>	<b>Camada 2 (µm) ±1</b>	<b>Camada 3 (µm) ±1</b>	<b>Camada 4 (µm) ±1</b>	<b>Camada 5 (µm) ±1</b>
<b>Substrato de Aço Inox AISI 304</b>	20	74	106	147	278
<b>Substrato Vidro Soda Lime</b>	38	90	166	343	

**Tabela 3.5:** Espessuras para as pastas térmicas sobre os dois substratos, de aço inox e vidro soda lime.

---

<sup>xv</sup> Ver apêndice D.



**Figura 3.4:** Desenho esquemático da disposição das camadas de pasta térmica sobre os substratos de vidro soda lime e o aço inox AISI 304.

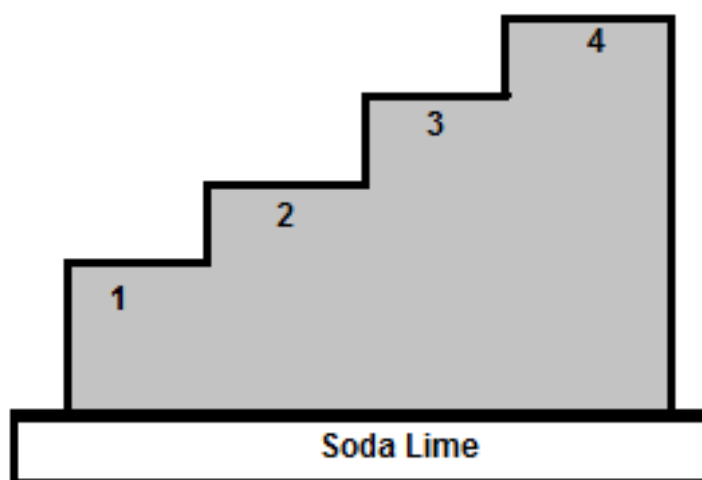
#### **iV) Durepox**

O durepox usado neste trabalho com a marca Loctite também comprado em mercado local. Tanto a parte branca da resina epóxi, e a cinza foram pesadas sobre uma balança analítica, medindo a massa de 8,55 g (parte branca), e 8,64 g (cinza). Estas misturas foram preparadas sobre uma placa de petri, com a adição de 5 mL de água destilada medida com um balão volumétrico graduado de 1 em 1 mL, até atingir estado homogêneo.

Inicialmente em cima da placa de vidro soda lime com 2 mm de espessura, o durepox em estado viscoso foi preparado na forma de rampa, com o auxílio de espátulas e de uma lâmina de microscópio (1 mm de espessura), fazendo um "sanduiche" com o substrato. O substrato foi preparado da mesma maneira que o explicado para as amostras de cimentos cimento Portland, lixado com o lixador elétrico, e limpo com acetona.

O molde para as espessuras das amostras de durepox foram realizados com a ajuda da fita dupla face (com e sem adesivo). A temperatura ambiente na sala era de 26 °C e, as amostras secaram sobre o soda lime 3 horas em temperatura ambiente, e mais 24 horas secando na estufa á 37 °C. Após a secagem, as amostras de durepox foram lixadas com lixas dá água, 320, 400 e 600.





**Figura 3.5:** Variação das espessuras da resina epóxi sobre o vidro soda lime.

O diâmetro médio entre as amostras foi de 5.3 mm

	<b>Camada1</b> ( $\mu\text{m}$ ) $\pm$ 1	<b>Camada2</b> ( $\mu\text{m}$ ) $\pm$ 1	<b>Camada3</b> ( $\mu\text{m}$ ) $\pm$ 1	<b>Camada 4</b> ( $\mu\text{m}$ ) $\pm$ 1
<b>Substrato Vidro Soda Lime</b>	2280	2280	2290	2290
<b>Substrato+Durepox</b>	2360	2480	2580	2770
<b>Apenas Durepox</b>	<b>80</b>	<b>200</b>	<b>290</b>	<b>480</b>

**Tabela 3.6:** Espessuras de detecção para as 4 camadas de epóxi.

### 3.4. Os substratos de aço inox

Os aços inoxidáveis são ligas de cromo e de ferro, contendo entre outros elementos níquel. Os aços inox com composição superior a 12 % de cromo são classificados com aços inoxidáveis e são classificados como <sup>[2,14]</sup>: Ferrítico, martensíticos e austeníticos. Devido à adição do cromo, estes materiais são muito resistentes à corrosão e a oxidação, enquanto que a adição do níquel permite à manutenção do material a temperatura ambiente. Neste trabalho é abordado com mais detalhamento os dois tipos de aços utilizados como substrato neste trabalho. Os aços ferríticos são os aços com resistência a corrosão, mas sem o níquel, martensíticos tem

menor resistência à corrosão, mas com maior dureza, e autênticos tem mais elevada resistência à corrosão.

**i) Aço Inox AISI 316:**

O aço inox AISI 316 pertence ao grupo dos aços inoxidáveis austeníticos, possuem estruturas cúbicas de face centrada, e não são magnéticos. O grupo dos aços austeníticos possui estrutura cúbica de face centrada. A composição deste aço é de no máximo 0.08 % de carbono, 17-19 % de cromo, (66-74) % de ferro, igual ou inferior a 2 % de manganês, (13-15.5) % de níquel, 0.025 % de fósforo, 1 % máximo de silício, 0.01 % de enxofre, entre 2-3 % de molibdênio, igual ou inferior a 0.1 % de nitrogênio e 0,5 % de cobre.

**ii) Aço Inox AISI 304:**

O aço inox AISI também é do grupo dos aços austeníticos. Este material contém 0.08 % de carbono, 18-20 % de cromo, (66-74) % de ferro, no máximo 2 % de manganês, (8-10.5) % de níquel, 0.05 % de fósforo, 1 % máximo de silício, 0.03 % de enxofre.

### **3.5. O substrato de vidro soda lime**

Os vidros soda limes são compostos basicamente por <sup>[3]</sup> sílica, 73 % de SiO<sub>2</sub>, óxido de sódio, 15 % de Na<sub>2</sub>O, 11 % de óxido de cálcio, CaO, e 1 % de outros elementos. São excelentes isolantes térmicos e usados na indústria, por exemplo, para a fabricação de janelas.

### **3.6. As fontes de iluminação**

Neste trabalho foi proposta para técnica da Interferometria de Ondas Térmicas o uso da lâmpada de arco xenônio como fonte de radiação, diferentemente do diagrama

geral mais utilizado na literatura cuja fonte de radiação é um laser. A lâmpada de arco xenônio emite espectro de radiação de (200 -4000) nm. Como método de comparação, para as medidas da pasta térmica foram usados também para esta mesma técnica experimental o laser de argônio (TEM<sub>00</sub>) na faixa do visível e o laser de Diodo TTL emprestado ao GEFF pelo departamento de física da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

### **i) Lâmpada de Arco Xenônio:**

As lâmpadas de arco xenônio são lâmpadas com um espectro emissão quase contínuo na região da do ultravioleta A, B, e C<sup>xvi</sup>, da luz visível e com alguns picos de intensidade no infravermelho<sup>xvii</sup> próximo e médio.

Dois eletrodos (cátodo e ânodo) separados são conectados aos terminais de uma fonte de corrente estabelecendo assim um contato elétrico. Ao ligar a fonte da lâmpada a corrente segue para o cátodo e o ânodo gerando um arco entre eles produzindo uma carga luminosa de luz branca.

### **ii) Lasers de Argônio e de Diodo TTL:**

Os lasers são fontes de luz coerente (todas as ondas sobrepostas estão em fase), monocromáticas, basicamente os lasers funcionam se ocorrer à excitação dos átomos levando a uma inversão de população que é ter uma maior quantidade de átomos alojados em um estado excitado do que no estado fundamental, isto leva como consequência a emissão espontânea dos fótons.

O laser de argônio emite dois  $\lambda$  diferentes na faixa do visível, 480 e 514 nm, e o laser diodo emite  $\lambda=532$  nm.

---

<sup>xvi</sup> UVC= 100-280 nm, UVB= 280-320 nm, UVA= 320-400 nm.

<sup>xvii</sup> Infravermelho Próximo= 800-1600 nm, Infravermelho médio= 1500-6000 nm.

### 3.7. Detectores de Infravermelho

Em princípio qualquer dispositivo que produza uma resposta à radiação incidente é um detector. O mais comum é o olho, pois neste existem células fotorreceptoras sobre as quais são formadas as imagens. Entretanto, este tipo de receptor fornece uma resposta qualitativa subjetiva, porém o que queremos quando falamos de medição é justamente o contrário: medidas quantitativas. Os detectores que podem fornecer uma medida objetiva e quantitativa de luz podem ser divididos em dois grupos: detectores térmicos e detectores quânticos. Os detectores quânticos que respondem à taxa de fótons incidentes, ao invés de medirem o aquecimento do elemento devido à radiação incidente.

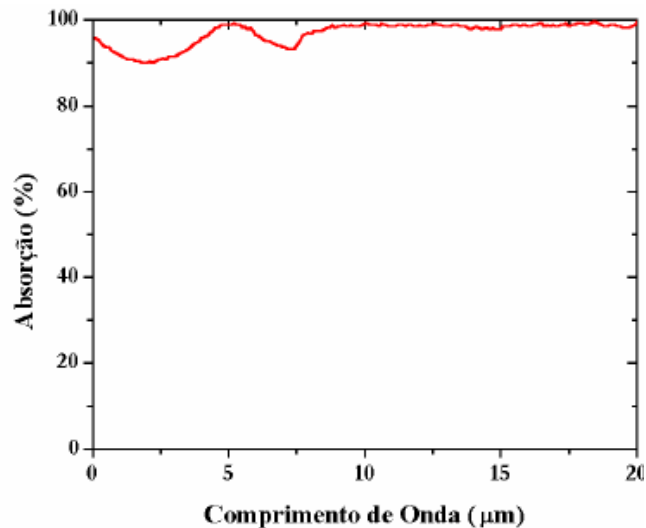


Figura 3.6: Espectro de absorção da termopilha <sup>[15]</sup>.

Os detectores térmicos são chamados assim, pois a resposta do detector à radiação tem um aumento em sua temperatura e geralmente tem uma banda de resposta muito larga (micro-onda/UV). Entre eles podemos destacar os termopares ou termopilhas. No equilíbrio térmico há o aparecimento de uma barreira entre um metal e outro. A altura desta barreira depende da temperatura. Quando a luz incide sobre uma das junções, é absorvida causando um aumento de temperatura. Quando a outra junção está a uma temperatura diferente da primeira, há um fluxo de elétrons entre as duas junções, de forma a equilibrar a diferença entre as barreiras e, portanto há o aparecimento de uma d.d.p (diferença de potencial) entre os terminais. Uma termopilha é um conjunto de termopares que tendem a aumentar a eficiência do dispositivo, pois as

d.d.p se somam. Estes detectores, para radiação de taxa de repetição contínua ou alta, são pequenos, usam uma tecnologia de filme fino, possuem uma resposta rápida e vem com uma janela protetora. Sua resposta só está limitada pelo plano espectral do filme fino e com as características de transmissão da janela de proteção. As propriedades espectrais são modificadas pelas propriedades de transmissão das janelas usadas com eles <sup>[15-16]</sup>.

Na tabela 3.6 encontraremos algumas das características dos detectores disponíveis comercialmente. A TWI um detector que selecione apenas os comprimentos de ondas infravermelhos e que evitem a possível detecção de reflexões do feixe de excitação.

Modelo	Área de Detecção (mm)	Janela	Irradiação Máxima (W/cm <sup>2</sup> )	Resposta DC(V/W)	Resistência (KΩ)	Constante do Tempo (ms)
7108	2x2	KBr	0.1	9-17	5-15	50-100
7109	2x2	KRS-5	0.1	9-17	5-15	50-100
71755	2x2	GERMÂNIO	0.1	9-17	5-15	50-100
71765	2x2	GERMÂNIO	0.1	18-30	5-15	150-300
71767	2x2	SAFIRA	0.1	9-17	5-15	50-100
71768	2x2	CaF <sub>2</sub>	0.1	9-17	5-15	50-100

**Tabela 3.7:** Principais Características dos Detectores Térmicos da ORIEL CORPORATION.

## Referências Bibliográficas

- [1]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techinques*, 1996, Ed. London: Champman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.1.
- [2]- Stainless Steel AISI 304: Data Sheet AK Stell 304/ 304L Stainless
- [3]- Glass Soda Lime: DataSheet PPG Industries INC-Glass Technology Center-Starphure.
- [4]- Baesso.M.L., Shen.J., Snook.R.D., *Time resolved thermal lens measurement of thermal diffusivity of soda-lime glass*, Journal Chemical Physics Letters, 1992, Vol.197, pp.255-258.
- [5]- Shinoara.K., *Fundamental and Rheological Properties of Powders*, 1997, Handbook of Powder Science & technology, Ed. London: Champman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.2.
- [6]- Hudson.D.R., *Density and Packing in an Aggregate of Mixed Spheres*, *Journal of Applied Physics*, 1947, Vol.20, pp.154-162.
- [7]- Mariucci.V.V.G, *Estudo da Difusividade Térmica de Materiais em Pó Utilizando Uma Célula Fotoacústica Aberta (OPC) e Seu Comportamento na Liga Magnetocalórica  $Gd_{5,09}Si_{2,03}Ge_{1,88}$* , 2011, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.
- [8]- [www.rogercom.com/pparalela/IntroMotorPasso.htm](http://www.rogercom.com/pparalela/IntroMotorPasso.htm) acessado em outubro de 2009.
- [9]- Catálogo Stanford Research Systems Modelo SR540, Optical Chopper, 1995.
- [10]- Santos.A.D, Moraes.J.C.S, Lofego. L, *Tempo de Presa e Microdureza do Cimento CER em Função da Proporção Pó-líquido*, Congresso Brasileiro de engenharia e Ciência dos Materias, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, 2006.
- [11]- Catálogo MTA-Angelus, *Cimento Reparador*, 2001, Londrina.

[12]- Astrath. F.G.C., *Determinação de Propriedades Térmicas dos Materiais Odontológicos utilizando a técnica Fotoacústica Com Célula Aberta*, 2007, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.

[13]- Catálogo EG&G Instruments, Pré Amplificador lock-in Modelo 5110, 1993-1994, Princeton Applied Research,

[14]- Weinard.W.R., *Hidroxiapatita Natural Obtida Por Calcinação de Osso de Peixe e de sua Aplicação Na Produção de Materiais Compostos Cerâmicos Biocompatíveis*, 2009, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[15]- Silva.E.N., *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para a Análise das Propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados, Pastilhas Metálicas e Revestimentos acrílicos*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Dourorado em Física.

[16]- Coelho.T.M, *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para o Estudo de Materiais: Filmes Poliméricos, Corantes Alimentícios e Hidroxiapatita Natural*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Dourorado em Física.

## **4. Resultados e Discussão**

### **4.1. Considerações sobre as propriedades térmicas dos materiais estudados**

O maior objetivo do nosso trabalho era conseguir verificar se as amostras de CERs também eram compatíveis termicamente com o cimento MTA. Dentre estas propriedades destaca-se a efusividade térmica, pois é um parâmetro difícil de ser obtido de modo direto em uma técnica experimental (apesar de que a efusividade térmica é conseguida indiretamente, por exemplo, nas técnicas fototérmicas de OPC <sup>[1]</sup> e efeito miragem (também conhecido como técnica de deflexão fototérmica <sup>[2]</sup>) em amostras porosas. A vantagem da TWI é exatamente esta, consegue-se através do coeficiente de reflexão térmico entre as interfaces amostra-substrato ou amostra-camada de aderência, a determinação da sensação térmica nas amostras. Além disso, na maior parte do estudo trabalhamos com a lâmpada branca como fonte de radiação, o que não é muito convencional para a técnica TWI e precisávamos verificar se esta fonte poderia ser válida para a avaliação das propriedades térmicas, via TWI. Para isto analisamos outros materiais como o cimento Portland, que é o material responsável pela a maior parte da composição química do CER e do MTA, e a camada de aderência composta por pasta térmica, cujo suas informações térmicas não foram fornecidas pela empresa da qual foi adquirida, e a resina epóxi, que ajudou na validação experimental do sistema. As tabelas apresentadas nesta seção ajudaram como referências de algumas propriedades térmicas de materiais semelhantes aos analisados neste trabalho, que auxiliaram como referência de comparação. Serão 4 tabelas com algumas quantidades térmicas para a resina epóxi e materiais análogos, pasta térmica variando suas composições químicas, cimento Portland podendo ter alguns aditivos ou não, e por último os cimentos endodônticos.



Material	c (J/gK)	$\rho$ (g/m <sup>3</sup> )	$\alpha$ (10 <sup>-3</sup> c m <sup>2</sup> /s)	e (Ws <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> K)	K (W/cmK)	Técnica Experimental
Epoxi-Loctite <sup>[3]</sup>	1.65	1.55	2.1	1.18	54.4	
Epoxi- Robnor <sup>[4]</sup>		1.70			85	
Epoxi- TEC-EPO <sup>[5]</sup>					50	
Epoxi Thermal Coupaud <sup>[6]</sup>					50	
Resina epóxi <sup>[7]</sup>		1.55				
Tintas <sup>[8]</sup> (compostas por resinas)			3.7	1.43	150	TWI- Opaco
Resina Epoxi com Carga Metálica <sup>[9]</sup>			5000	9.86	6975	OPC

Tabela 4.1: Parâmetros térmicos encontrados para as resinas.

Material	c (J/gK)	$\rho$ (g/m <sup>3</sup> )	$\alpha$ (10 <sup>-3</sup> c m <sup>2</sup> /s)	e (Ws <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> K)	K (W/cmK)	Técnica Experimental
Pasta Térmica com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>[10]</sup>					107	
Pasta Térmica com partículas metálicas <sup>[10]</sup>					320	
Pasta Térmica c/ Silicone Coupaud <sup>[6]</sup>		2.17			493	
Pasta Térmica com silicone-Loctite <sup>[11]</sup>	0.3	1.05	66.66	2.572	21	
Pasta Térmica com silicone e ZnO <sup>[12]</sup>		1.6			76.5	

Tabela 4.2: Propriedades encontradas para as pastas térmicas.

Material	c (J/gK)	$\rho$ (g/m <sup>3</sup> )	$\alpha$ (10 <sup>-3</sup> c m <sup>2</sup> /s)	e (Ws <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> K)	K (W/cmK)	Técnica Experimental
Cimento SCMs (com adição de madeira, fornalha de brasa, e sílica fumê) <sup>[13]</sup>	0.74	2.32	20.98	7.86	36.02	Método Flash e Método do Transiente
Cimento Portland ASTM 3 <sup>[14]</sup>		1.83			26	Método Flash
Cimento (com adição de sílica fumê, látex e fibra de carbono)-cimento pastoso com água destilada <sup>[15]</sup>	0.75	1.81	29.5	23.3	400	Método Flash e Método do Transiente
Cimento Portland- Pastilha de Pó e Água Destilada <sup>[16]</sup>			13.5			OPC
Cimento Portland em Pó <sup>[17]</sup>			34.8			OPC

Tabela 4.3: Propriedades térmicas encontradas para cimentos.

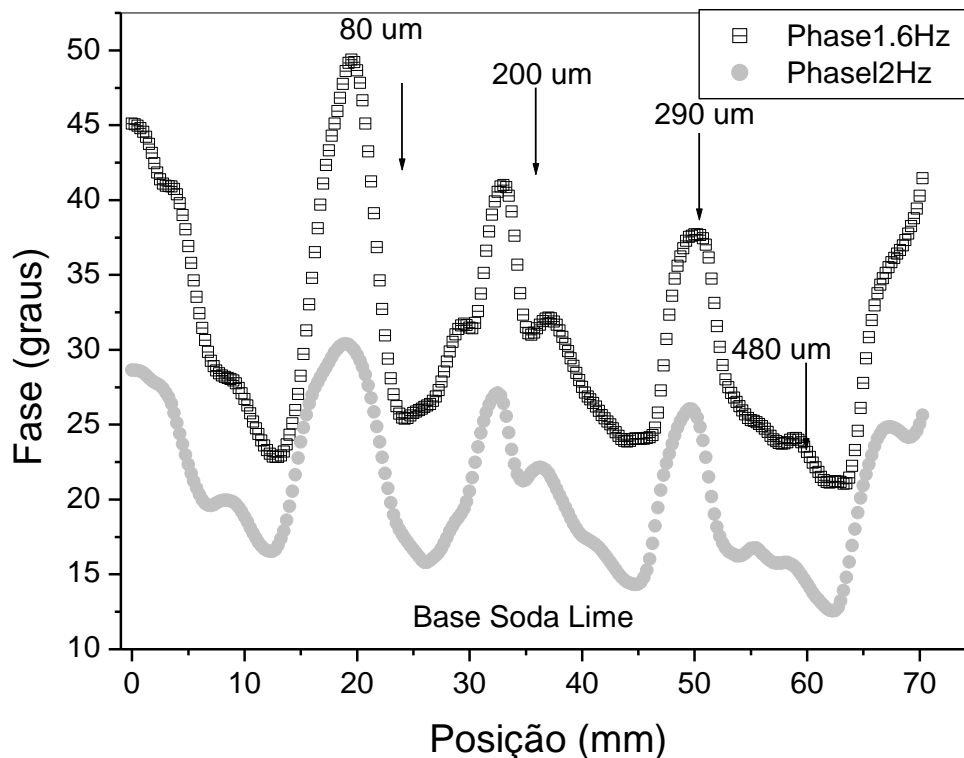
Material	c (J/gK)	$\rho$ (g/m <sup>3</sup> )	$\alpha$ (10 <sup>-3</sup> c m <sup>2</sup> /s)	e (Ws <sup>1/2</sup> /cm <sup>2</sup> K)	K (W/cmK)	Técnica Experimental
CER- Valor Médio <sup>[16]</sup>	0.9	2.5	19.97		19.12	OPC, Método de Arquimedes, e Calorimetria
MTA			46		48	OPC
Acrílico, Cavitine, Life, Lumicom, Prisma-Fil- Valores Médios <sup>[18]</sup>			3			OPC
Vários cimentos endodônticos de marcas conhecidas- Valor Médio <sup>[19]</sup>			1.87		0.52	Método do transiente

Tabela 4.4: Propriedades térmicas encontradas para cimentos endodônticos.

#### 4.2. As amostras de Durepox-

A TWI tem a função de analisar as propriedades térmicas das amostras disposta em camadas, bem como verificar a sensibilidade para a análise da espessura de distintas camadas. Foram realizadas varreduras de frequências já apresentadas na tabela 3.2 sobre as amostras com 4 espessuras distintas exibidas na tabela 3.6, observando uma variação da amplitude das fases para cada amostra de espessura distinta. As varreduras da frequência sempre são realizadas varrendo a posição das amostras.

Conforme a espessura é incrementada, observamos que a fase na amostra diminui o que pode ser concluído de acordo com a figura 2.5 que  $R_b$  é negativo.

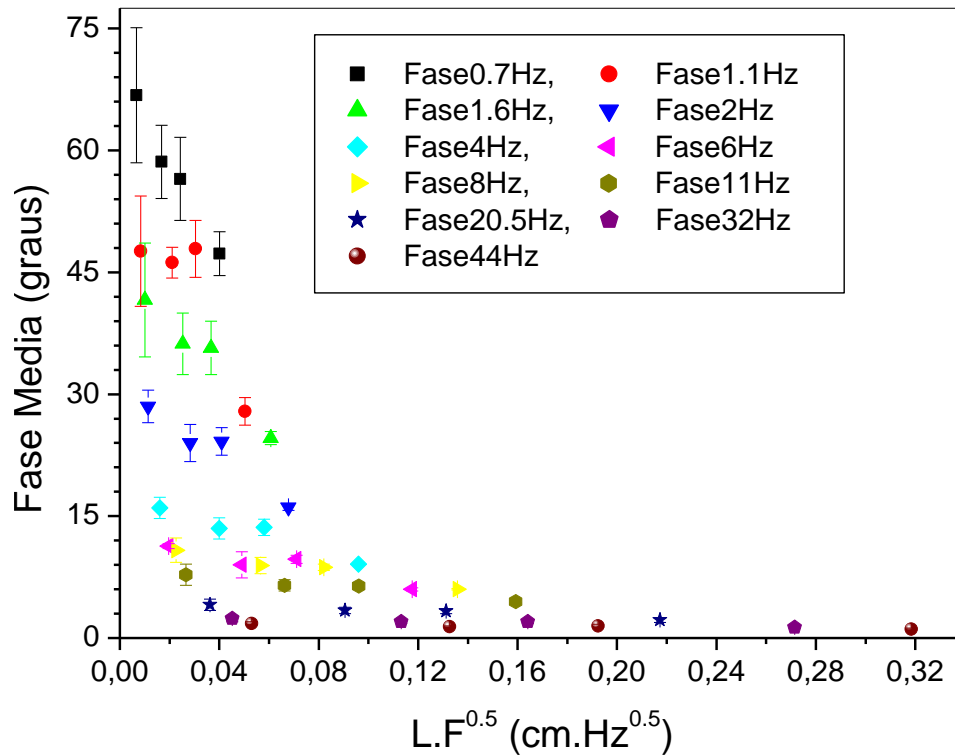


**Figura 4.1:** Gráfico adquirido experimentalmente da fase pela a posição, dada por duas frequências das quais foram medidas. O substrato empregado foi de vidro soda lime.

Na sequência calculamos a fase média calculada para cada amostra e traçamos um gráfico da fase média por  $la_s$ . Uma vez que  $\sqrt{\frac{\pi}{\alpha}}$  é constante podemos traçar o gráfico de  $\Delta\phi$  por  $l\sqrt{f}$  pois a informação sobre o valor das espessuras das amostras é conhecida previamente com o auxílio do micrômetro, e as frequência são escolhidas durante as varreduras.

Os pontos a serem ajustados pelas equações (2.44) e (2.45) do modelo opaco ou (2.54) e (2.55) do modelo da aderência são correspondentes à quantidade de valores para amostras com distintas espessuras que possuímos no nosso caso quatro espessuras. Estes ajustes têm como função a determinação da difusividade térmica,  $\alpha$ , e do coeficiente de reflexão entre amostra e substrato  $R_b$ . Ao medirmos uma única frequência encontraremos apenas alguns poucos dados experimentais para ajuste, comprometendo a análise dos dados. Para resolver este problema, várias aquisições de dados são feitas, uma para cada frequência, permitindo assim uma variação do

comprimento de onda térmica,  $\mu_s$  e multiplicação do número de números usados no processo de ajuste numérico.



**Figura 4.2:** Fases médias das amostras agrupadas por frequências versus a espessura térmica normalizada.

Com as menores frequências (abaixo de 8 Hz), encontramos as maiores defasagens entre as espessuras medidas, decaindo lentamente, até começar a atingir os limites de saturação acima de 20.5 Hz. Este limite de saturação é atingido já na região termicamente grossa da amostra quando a diferença de fase entre as diversas espessuras é praticamente nula. A tabela 4.5 exhibe melhor esta ideia, com as fases médias das amostras da resina epóxi com a menor frequência considerada e a maior frequência medida.

E por fim deslocamos todos os grupos de frequência da figura 4.2, ordenando as fases e  $la_s$  para chegarmos ao ajuste completo. Fazemos 3 ajustes, um para a fase média mais o erro encontrado, outro para a fase média menos o erro, e outro apenas para fazer média.

Calculando a uma média dos 3 ajustes e chegamos ao resultado final, exibido na figura abaixo. O modelo matemático para o ajuste utilizou a equação (2.45) do modelo

opaco para a técnica de Interferometria de Ondas Térmicas. Este ajuste foi escolhido, pois como as amostras foram feitas sobre o substrato lixado de vidro soda lime e obteve boa aderência não foi necessária à utilização de pasta térmica ou de outro material para uma nova camada de aderência.

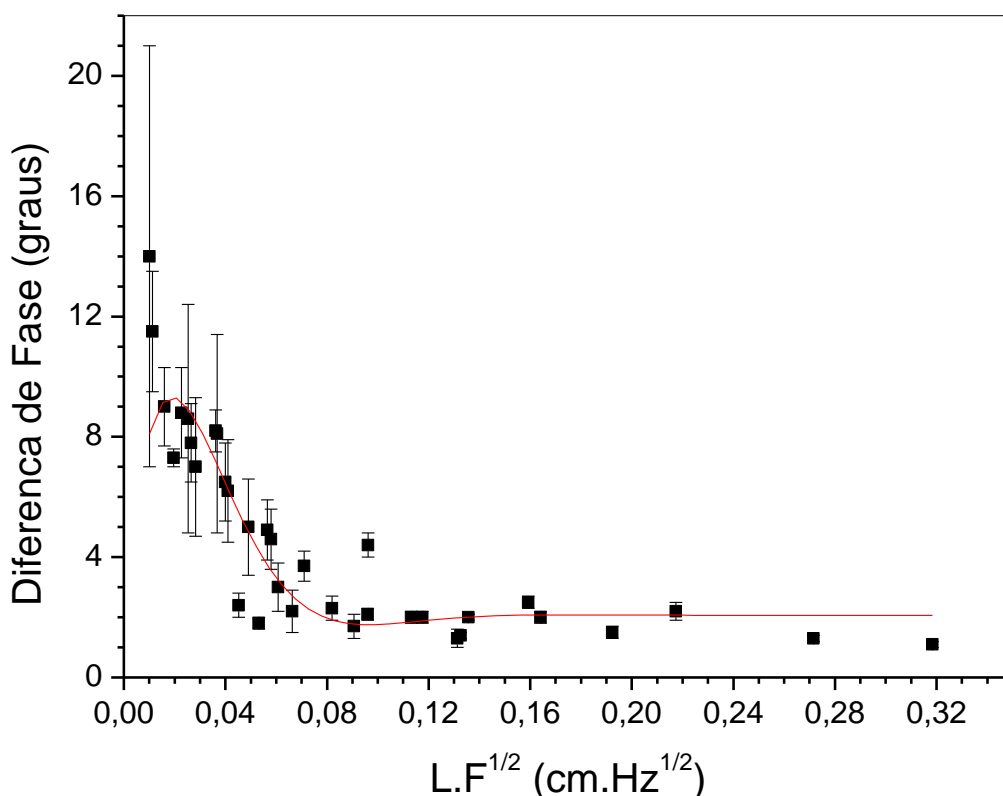
Amostras/Espessuras ( $\mu\text{m}$ )	Fase Média (graus) 1.6 Hz	Fase Média (graus) 44 Hz
Durepox- 80	41.6 $\pm$ 7	1.8 $\pm$ 0.2
Durepox- 200	36.2 $\pm$ 3.8	1.4 $\pm$ 0.1
Durepox- 290	35.7 $\pm$ 3.8	1.5 $\pm$ 0.2
Durepox- 480	24.6 $\pm$ 0.8	1.1 $\pm$ 0.1

**Tabela 4.5:** Dados das fases médias para a menor frequência avaliada e a maior frequência medida

A linha contínua do gráfico é a do ajuste dos dados. As variações das fases analisadas ficaram próximas a  $10^\circ$ , com o  $R_b = 0.196 \pm 0.022$ , podendo se obter a razão entre as efusividades  $b = \frac{1-R_b}{1+R_b}$  portanto a efusividade térmica da amostra é  $e_s = \frac{e_b}{b}$ , a condutividade térmica é obtida com a relação  $K_s = e_s \sqrt{\alpha_s}$ , e a capacidade térmica volumétrica  $\rho_s c_s = \frac{K_s}{\alpha_s}$ . A tabela (do resultado) apresenta os resultados faz quantidades térmicas para a resina epóxi.

O erro por desvio relativo para a efusividade e a difusividade térmica é de 12 % e da condutividade térmica, e capacidade térmica volumétrica é de 24 %, se for calculado pela teoria de propagação dos erros.

Ao se observar a figura 4.3, vemos que a espessura mínima obtida durante o preparo das camadas, 80  $\mu\text{m}$ , ainda é considerada espessa, dificultando a aquisição dos dados de toda região termicamente fina. As flutuações dos dados encontrados podem ter causas na incompleta homogeneização durante o preparo das amostras.



**Figura 4.3:** Gráfico com o resultado experimental para a resina epóxi. Foi possível encontrar a região termicamente grossa após 20.5 Hz.

A tabela 4.1 trás alguns resultados já encontrados na literatura científica para amostras semelhantes às estudadas. As resinas possuem uma difusividade térmica da ordem de  $10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$ , sendo a mesma ordem de magnitude encontrada em nosso experimento, garantindo uma boa validação da técnica de interferometria de Ondas Térmicas com a fonte de radiação da luz branca.

$\alpha$ ( $10^{-3} \text{cm}^2/\text{s}$ )	$e$ ( $\text{Ws}^{1/2}/\text{cm}^2\text{K}$ )	$K$ ( $\text{mW}/\text{cmK}$ )	$\rho c$ ( $\text{J}/\text{cm}^3\text{K}$ )
$7.58 \pm 0.90$	$8.59 \pm 2.06$	$98.7 \pm 11.8$	$1.13 \pm 0.27$

**Tabela 4.6:** Resultados das propriedades térmicas medidas e calculadas através do ajuste da figura 4.3.

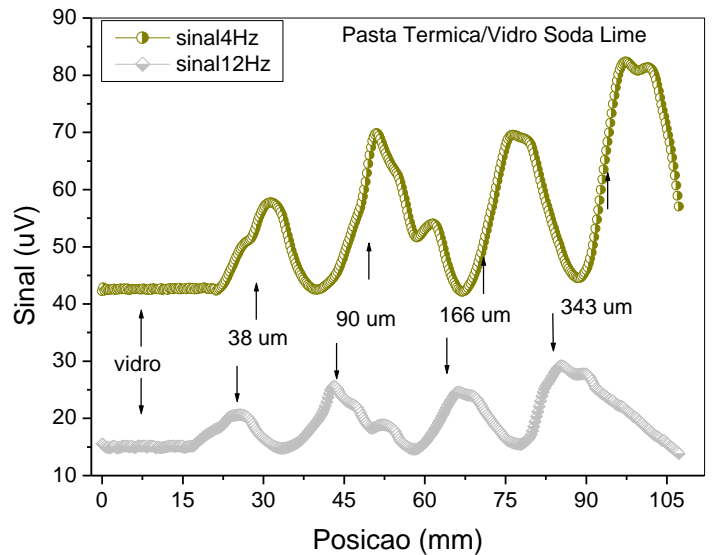
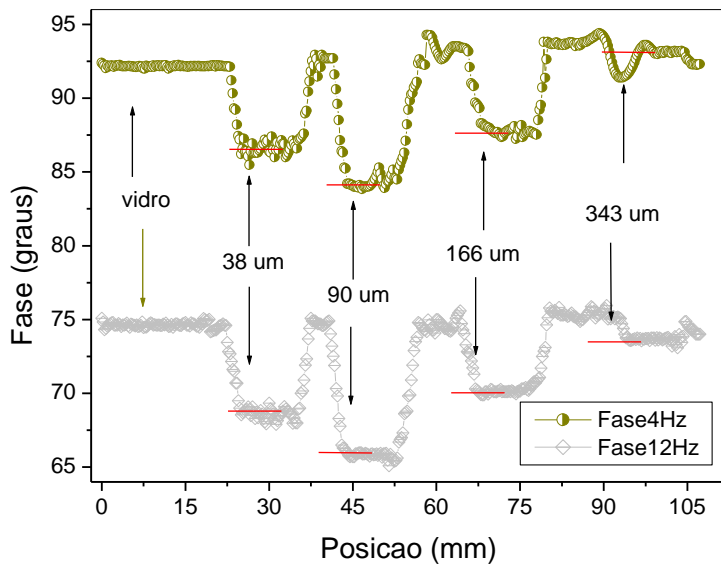
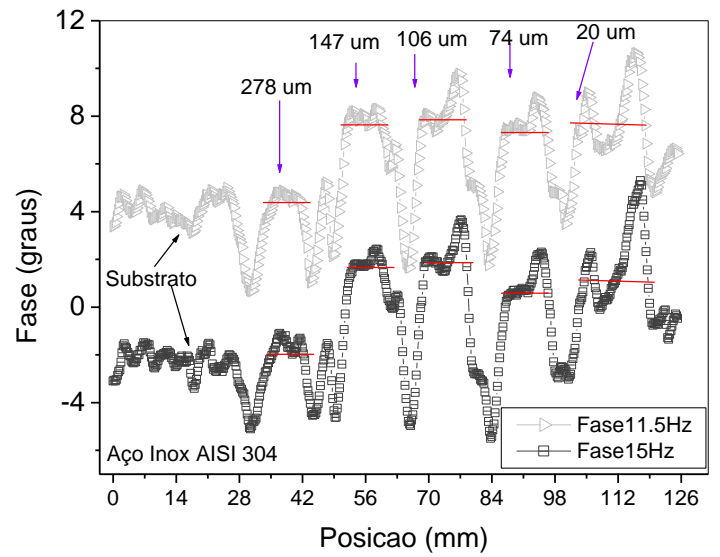
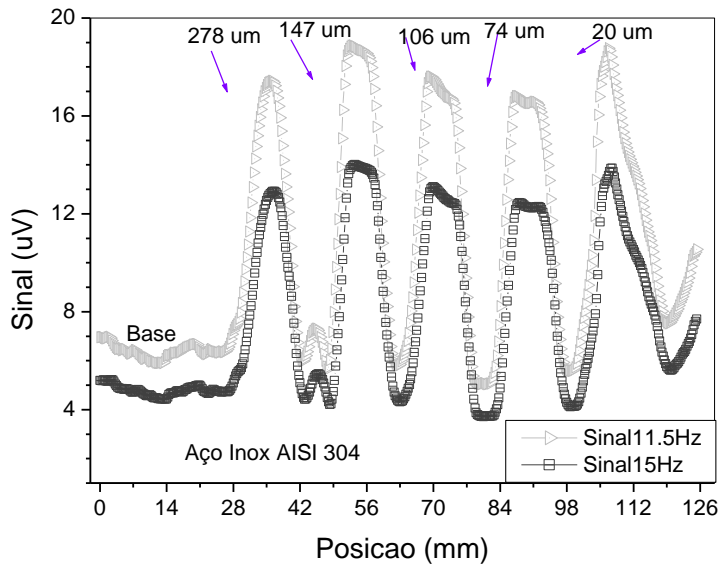
### 4.3. Pasta Térmica-Resultados da Camada de Aderência Para Análise dos Cimentos Odontológicos

O objetivo das medidas com a pasta térmica era encontramos sua efusividade térmica. Todos os ajustes matemáticos desta seção considerou a equação da diferença de

fase (2.45) do modelo opaco da TWI, pois não existia uma camada intermediária entre a pasta e os substratos. Assim o valor das propriedades térmicas da pasta era necessário para o modelo da TWI com aderência.

#### **i) Resultado com a Lâmpada de Arco Xenônio**

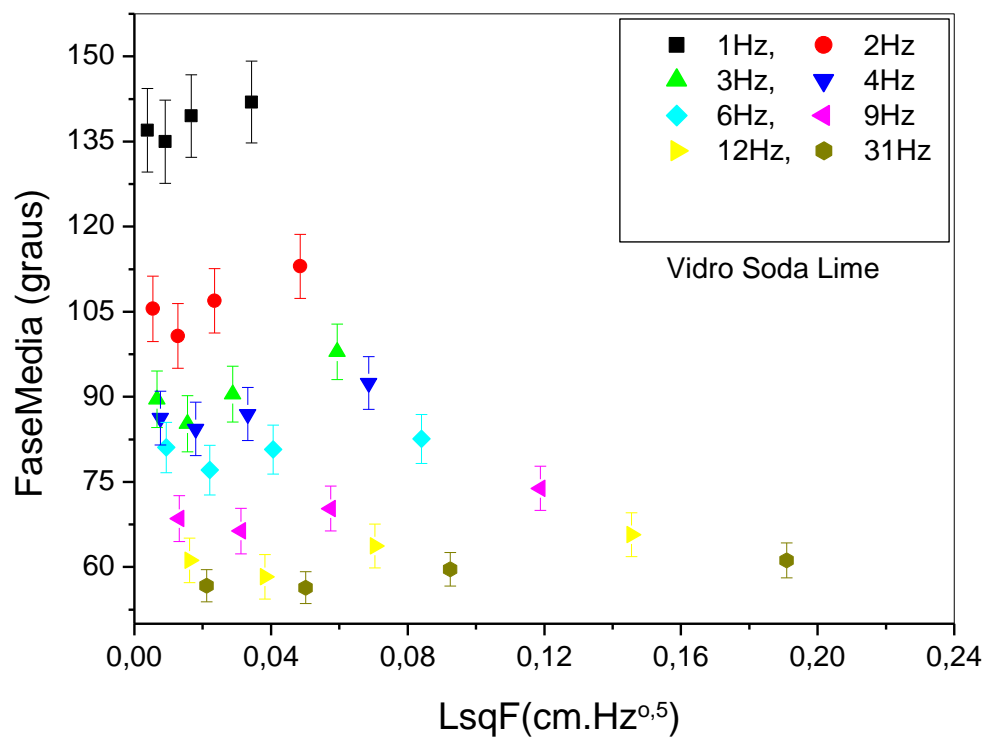
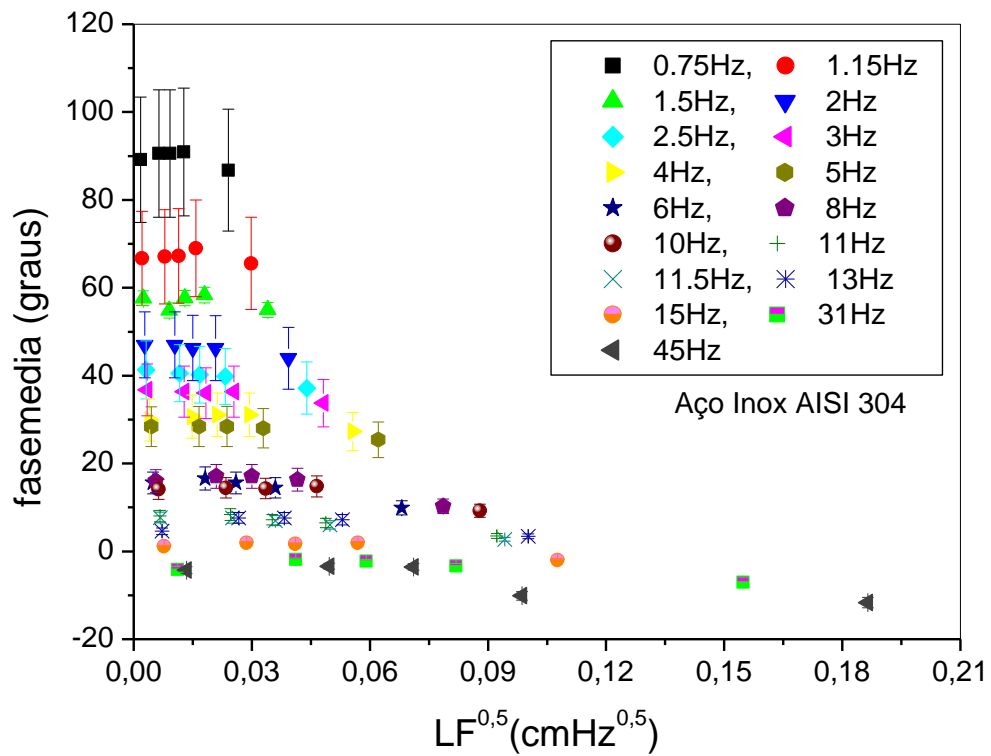
As amostras foram colocadas sobre os substratos de aço inox AISI 304 e vidro soda lime como apresentado na figura 3.5. Inicialmente usamos como fonte de radiação a lâmpada de xenônio. As varreduras para a lâmpada de xenônio foram realizados nas frequências de 0.7 até 45 Hz e de 1 até 31 Hz nas amostras depositadas na base de vidro. As espessuras das amostras de pasta térmicas assentadas sobre o substrato de inox foram varridas do sentido da maior para a menor espessura. A fase decreta com o aumento da espessura da amostra, indicando que a espessura da amostra é menor do que a do inox, com  $R_b < 0$ . O traço contínuo indica a fase média das amostras. As amostras de pasta sobre o vidro soda lime foram realizadas na ordem das espessuras menores para as maiores. A fase média da pasta média está tracejada de rosa, indicando que as fases médias crescem com a espessura das camadas de pastas, sugerindo que  $R_b > 0$ , e que a efusividade térmica da pasta é maior que a do vidro. O sinal detectado para as amostras no substrato de inox apresentou um ligeiro decréscimo com a espessura, e para o vidro soda lime ele é incrementado com o acréscimo da espessura, confirmando as tendências de  $R_b$  para a fase.



**Figura 4.4:** Gráficos encontrados experimentalmente para a fase e o sinal com relação à posição. Novamente escolhemos duas frequências para serem trabalhadas. Os gráficos acima exibem os resultados sobre o substrato e os gráficos abaixo apresentam os resultados experimentais sobre o vidro soda lime.

O ajuste foi concretizado da mesma maneira que a seção anterior, calculamos a fase média de cada amostra, e plotamos o gráfico da fase média pela a espessura térmica normalizada,  $la_s$ . A figura 4.5 exhibe os resultados dos ajustes da pasta térmica sobre o substrato de inox e soda lime respectivamente.



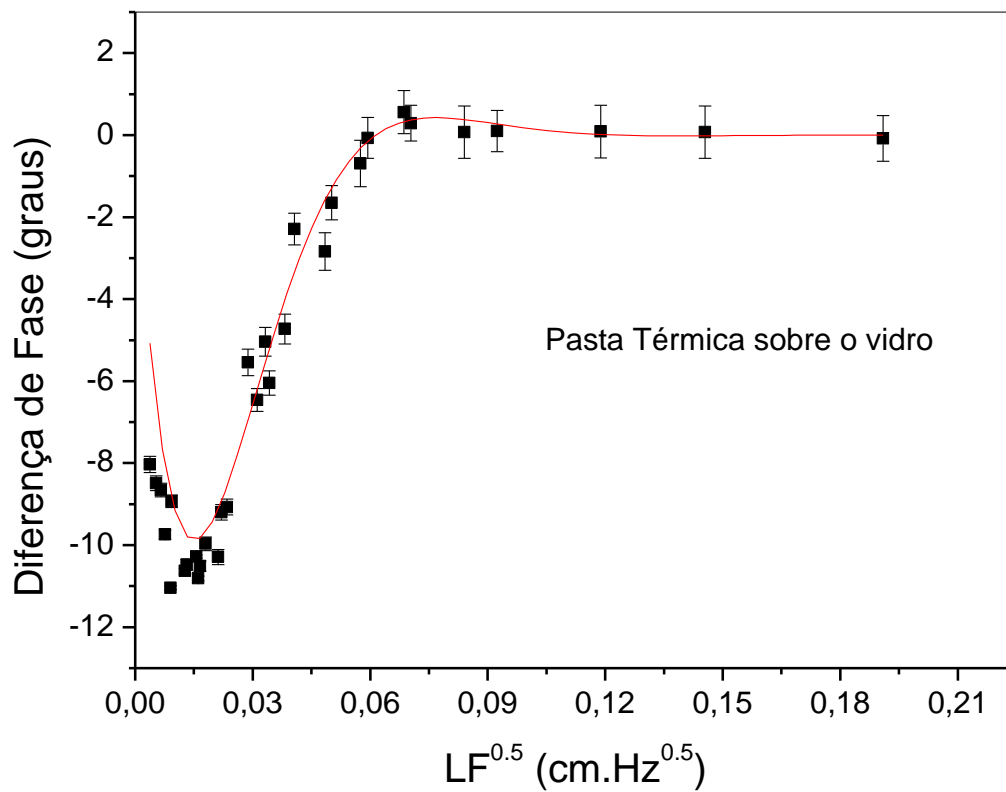
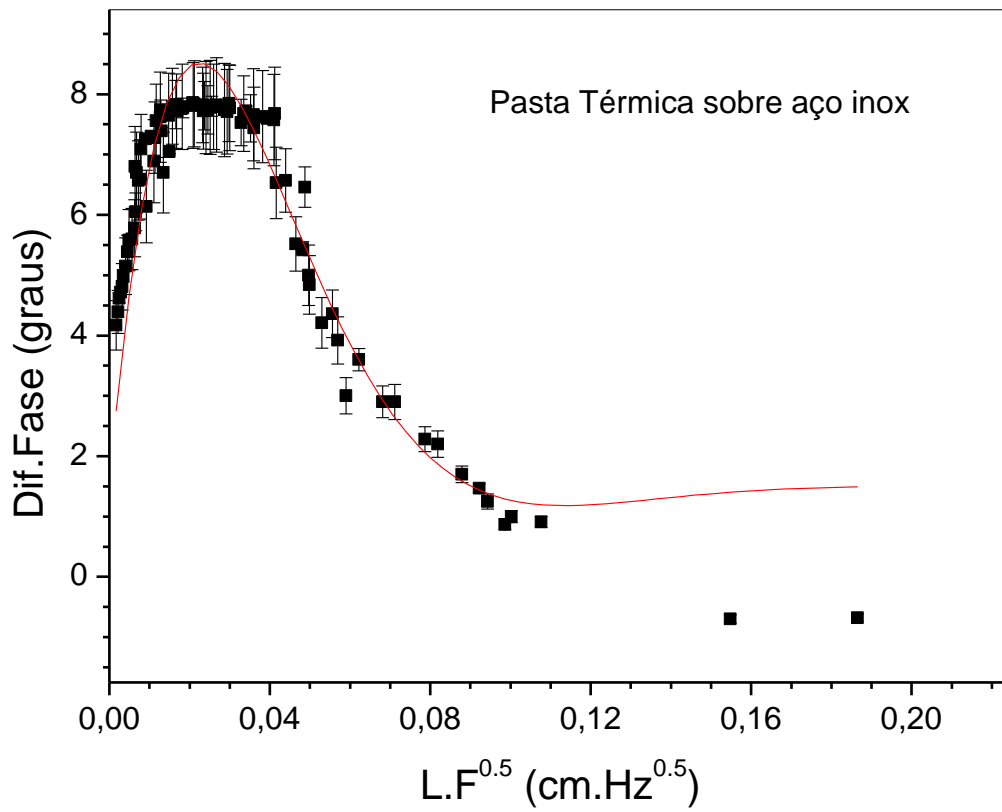


**Figura 4.5:** Gráficos com a relação da das fases médias das amostras com  $l\sqrt{f}$  para os substratos de inox e de vidro.

A maior variação de fase entre as espessuras das amostras ocorre á partir de 5 Hz, indicando que poderemos encontrar alguns dados medidos na região termicamente fina para o substrato de aço inox, e isto ocorreu possivelmente por causa das espessuras obtidas, e das baixas frequências varridas. Com relação ao vidro soda lime as fases médias da segunda espessura medida para 90  $\mu\text{m}$  obteve o menor valor, apresentando que encontramos um pico na transição entre as regiões térmicas finas e espessas. Para as frequências superiores á 9 Hz para os dois substratos é observado que o material se encontra entrando em regime termicamente espesso, com maior tendência a saturação principalmente para o substrato de vidro.

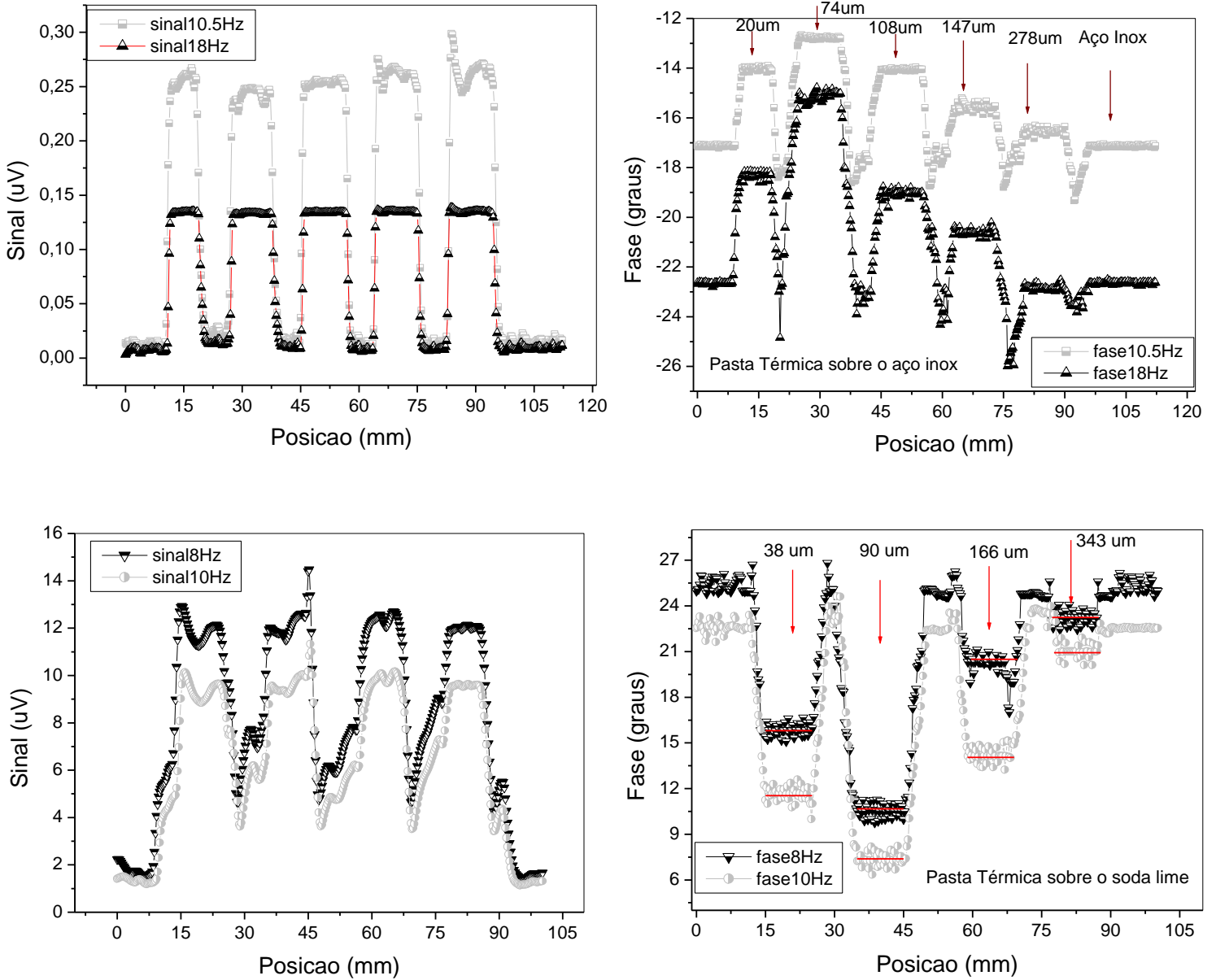
O passo seguinte é movermos os grupos de frequências da figura 4.6, ordenando as fases com  $la_s$  para chegarmos ao ajuste completo, como descrito na seção anterior do trabalho. O ajuste médio para das fases com a soma e subtração do erro está apresentado nas ilustrações 4.6.

A diferença de fase para a pasta sobre o inox ficou com aproximadamente  $9^\circ$ , com  $R_b$  médio de  $(-0.190 \pm 0.0123)$  e sobre o soda lime  $12^\circ$  e  $R_b = (0.268 \pm 0.013)$



**Figura 4.6:** Dado ajustado para a pasta térmica sobre os substratos de aço inox e vidro soda lime respectivamente.

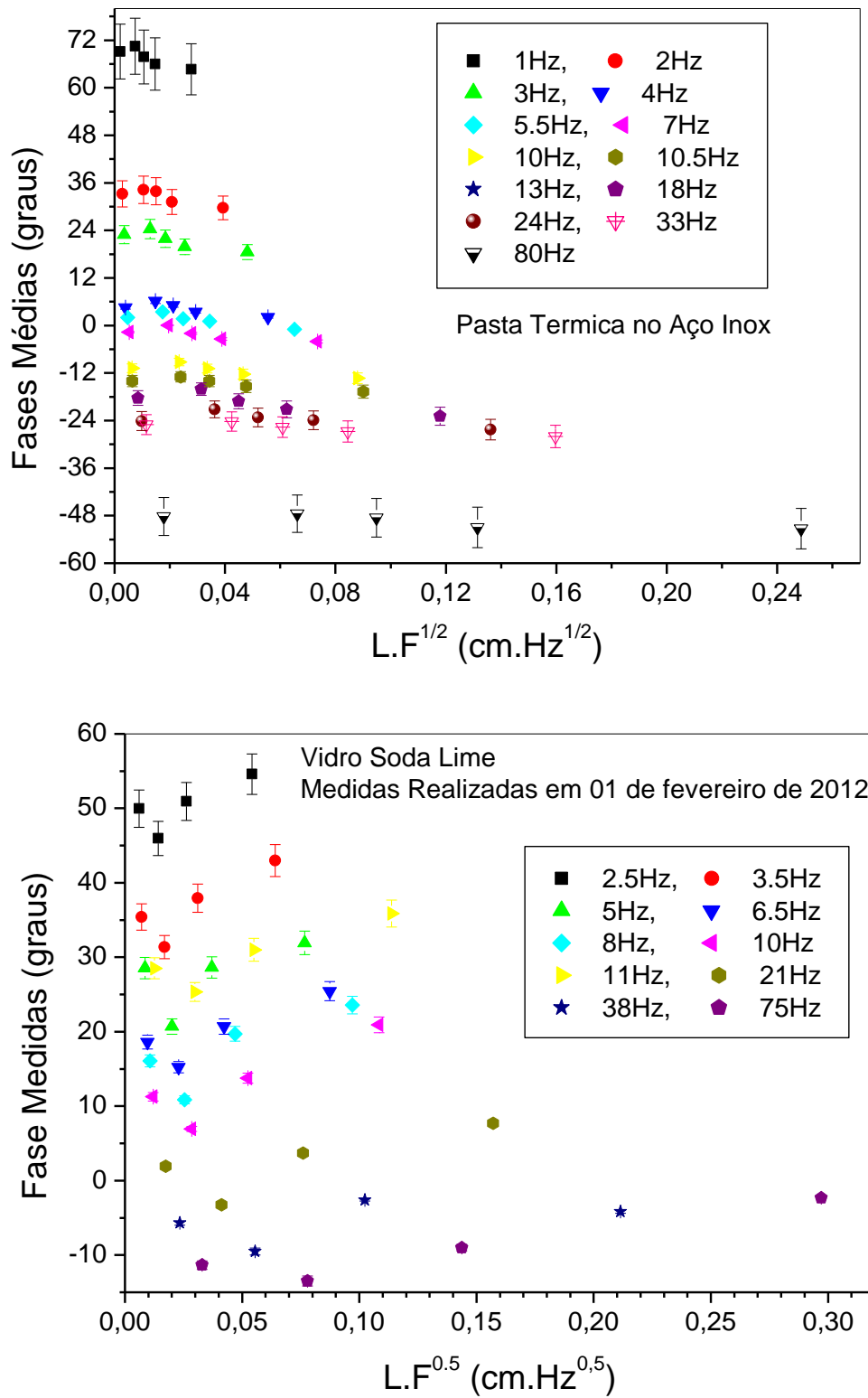
ii) Resultado com o Laser de Argônio



**Figura 4.7:** Gráficos da fase e do sinal para as pastas térmicas sobre os substratos de inox e de vidro respectivamente.

Para a pasta térmica acima do substrato de aço inox, as frequências de varreduras variaram da faixa de 1 á 80 Hz, e sobre a base de soda lime o range de frequência foi de 2.5 até 75 Hz. Foi possível a realização das medidas com um range de

frequência maior, pois o laser emite maior potência que pode ser absorvida pela as amostras.



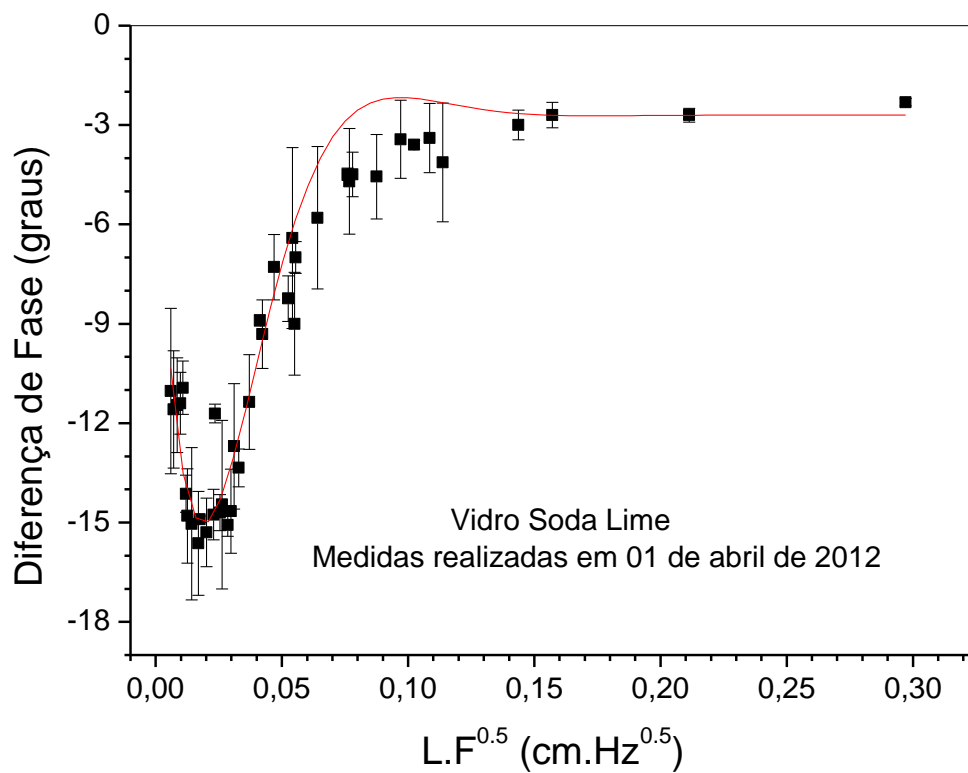
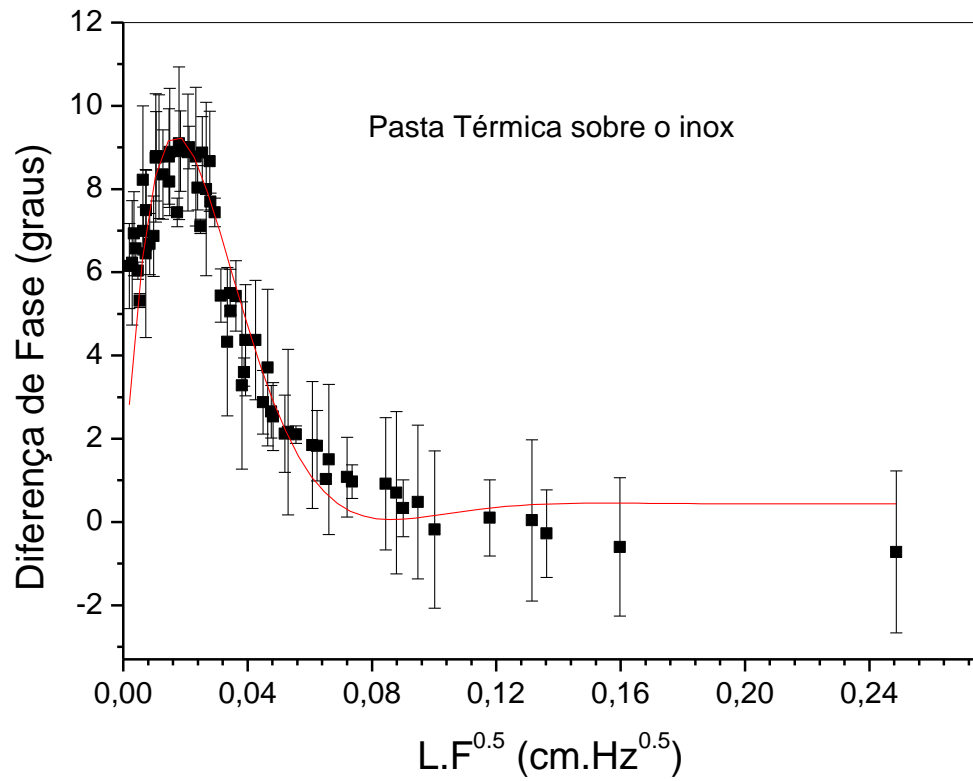
**Figura 4.8:** Gráfico das fases médias versus  $L\sqrt{f}$  das pastas térmicas sobre os substratos de inox e de vidro.

A mesma tendência de comportamento para  $R_b$  se repetiu para os dados do laser de argônio. Com relação ao aumento de espessura a fase era incrementada sobre o substrato de inox e incrementada sobre a base de soda lime, levando a considerar que a efusividade térmica da pasta era maior do que a efusividade vidro e menor do que o aço.

Com o laser de argônio o sinal absorvido pelas amostras obteve maior amplitude, em razão da maior potência emitida por esta fonte. Porém a sensibilidade do sinal absorvidos pelas amostras não foi bem detectado com relação à variação das espessuras das camadas de pasta. Traçando o gráfico das fases médias medidas por  $l\sqrt{f}$  encontramos os seguintes resultados na figura 4.8

Á partir de 18 Hz, a pasta térmica sobre o inox inicia a sua saturação ao regime termicamente espesso ocorrendo o mesmo efeito para a pasta sobre a base de vidro á partir de 21 Hz. Os ajustes para  $\alpha e R_b$  encontrados são apresentados na figura 4.9.

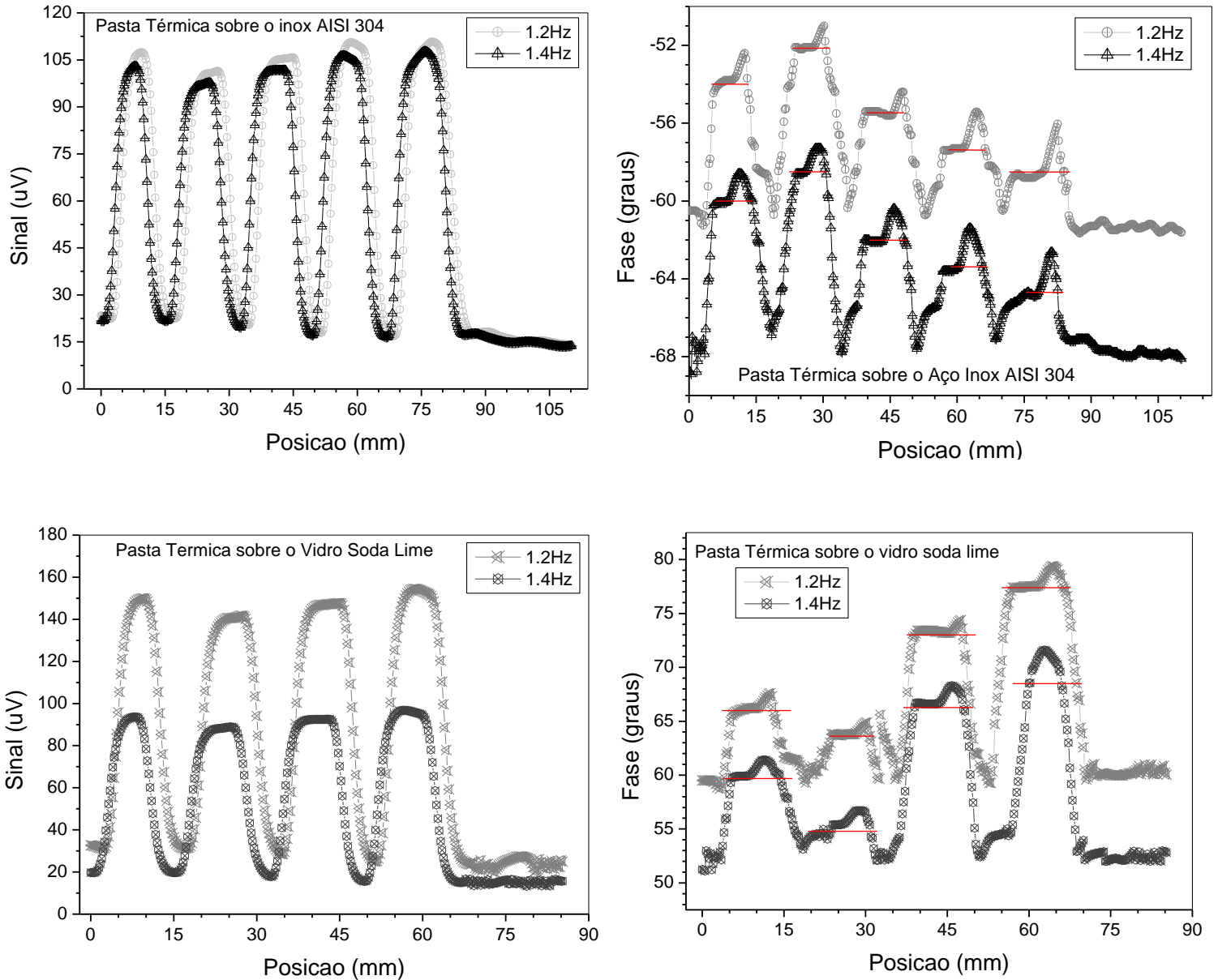
Para a pasta sobre o substrato de aço inox, a diferença de fase encontrada obteve  $12^\circ$ , com  $R_b = (-0.239 \pm 0.061)$  e sobre o substrato de vidro, aproximadamente  $16^\circ$  e  $R_b = (0.423 \pm 0.017)$ .



**Figura 4.9:** Gráficos da diferença de fase entre as espessuras das camadas com relação à espessura térmica normalizada.

### iii) Resultado com o Laser de Diodo/ TTL

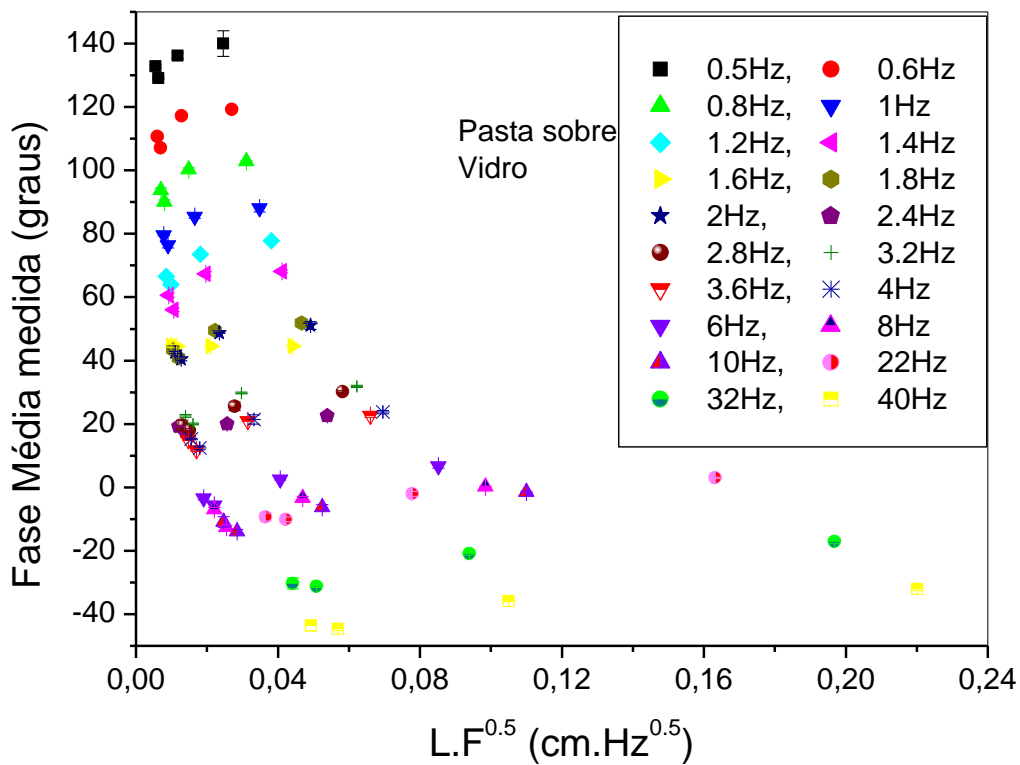
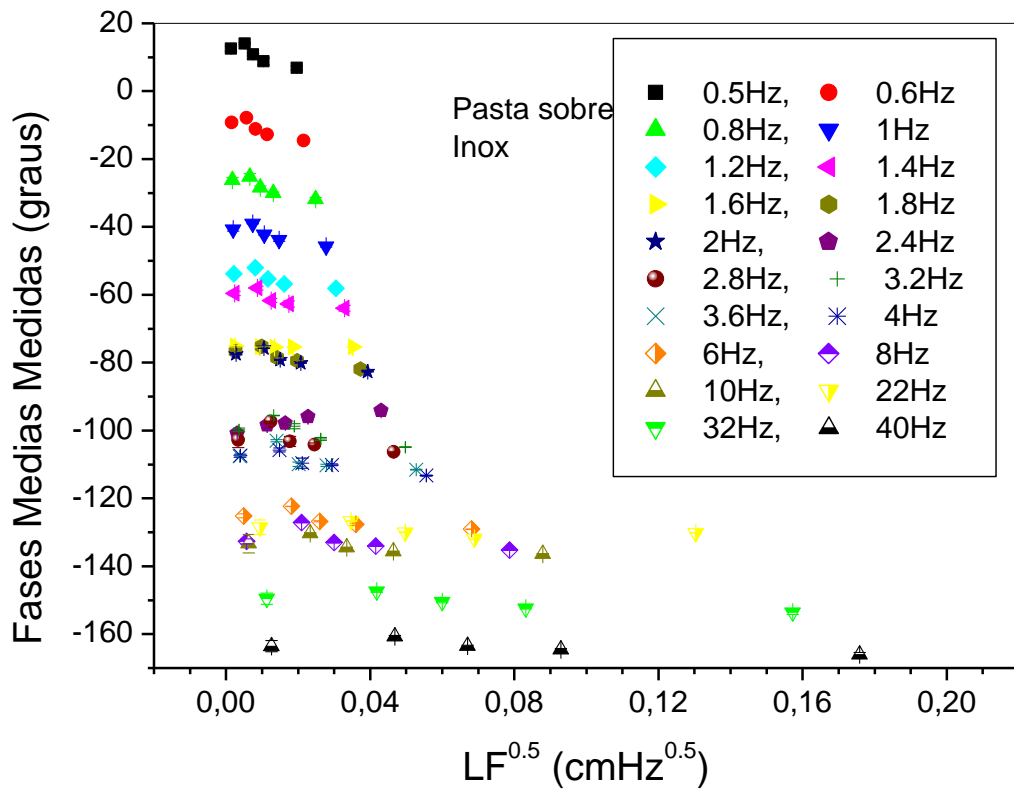
Para o laser de TTL, as varreduras de frequências nas amostras sobre os dois substratos percorreu o range de 0.5-40 Hz. As varreduras foram realizadas no sentido da menor para maior espessura.



**Figura 4.10:** Varreduras realizadas no sentido da menor para maior espessura. Fases e sinais observados experimentalmente.

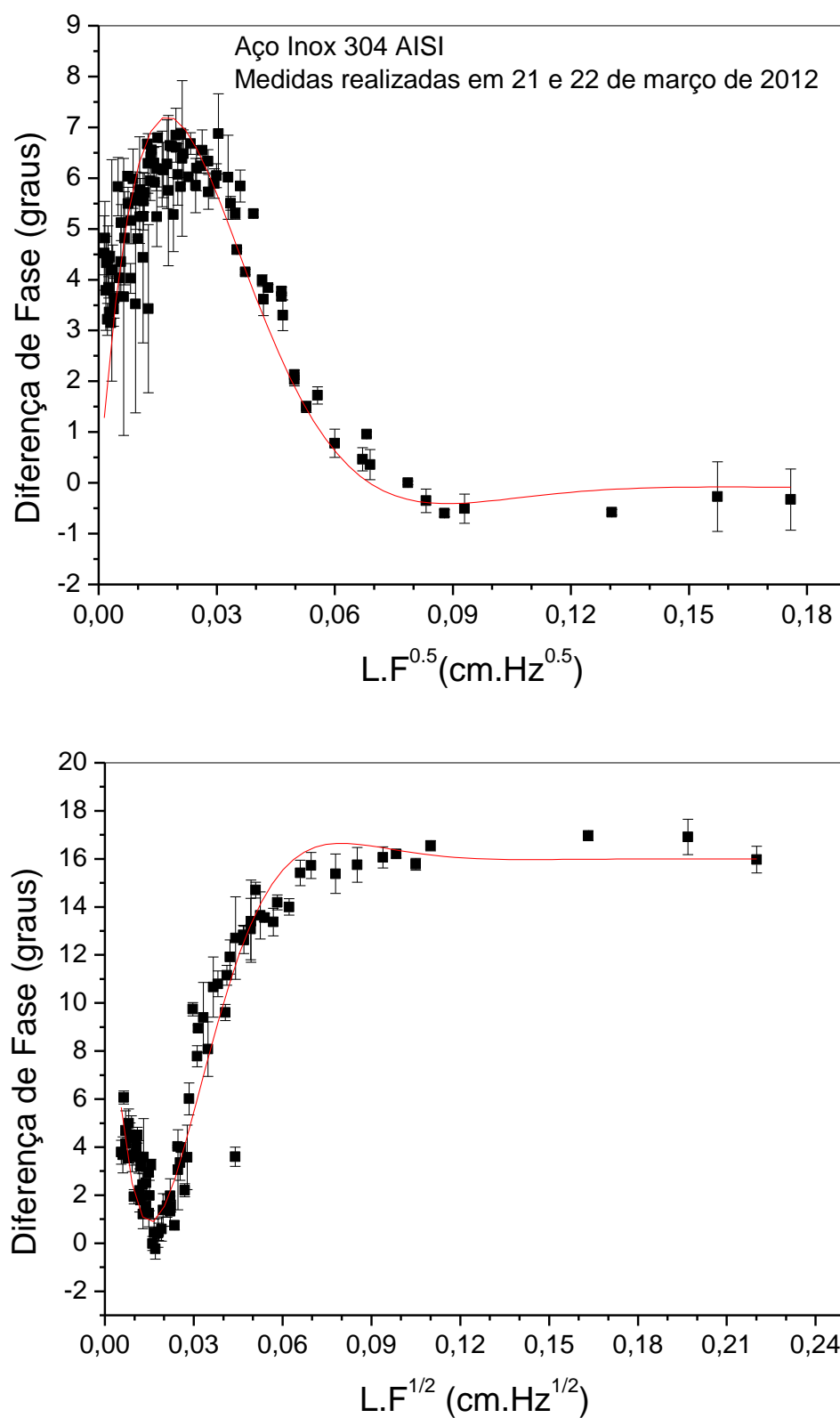
Plotando o gráfico da fase média por  $l_{a_s}$ :





**Figura 4.11:** Fases médias encontradas para as camadas de pastas térmicas com distintas espessuras.

E os ajustes finais encontrados então ilustrados abaixo:



**Figura 4.12:** Ajuste da diferença de fase do modelo opaco das amostras de pasta térmica para sobre os substratos de aço inox 304 e vidro soda lime respectivamente.

Os valores de  $R_b$  encontrados respectivamente para as amostras de pasta térmica sobre os substratos de aço inox e de vidro soda lime são,  $(-0.200\pm 0.005)$  e  $(0.408\pm 0.026)$ .

iv) **Resultados das Propriedades Térmicas Medidas Para as Três Fontes de Iluminação**

As propriedades térmicas encontradas para a pasta térmica estão detalhadas na tabela 4.7 de acordo com a fonte de iluminação utilizada e o substrato. O valor encontrado para a efusividade térmica confirmou as expectativas analisadas nos gráficos, sendo maior do que a efusividade do vidro e menor do que a do aço inox. A difusividade térmica obteve a ordem de grandeza de  $10^{-3}$   $\text{cm}^2/\text{s}$ , que está em concordância com disponibilizados para outras pastas térmicas de diferentes marcas e composições (ver tabela 4.2).

	<b>Parâmetros Térmicos Médios</b>	<b>Aço Inox AISI 304</b>	<b>Vidro Soda Lime</b>
<b>Lâmpada de Xenônio</b>	$\alpha$ ( $\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	0.0105±0.0010	0.0052±0.0003
	$R_b$	-0.190±0.012	0.268±0.013
	$e$ ( $\text{Ws}^{0.5}\text{cm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )	0.540±0.070	0.25±0.01
	$K$ ( $\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	0.055±0.007	0.018±0.002
	$\rho c$ ( $\text{Jcm}^{-3}\text{K}^{-1}$ )	5.238±0.681	3.462±0.450
<b>Laser de Argônio 514nm</b>	$\alpha$ ( $\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	0.0061±0.0003	0.0076±0.0002
	$R_b$	-0.239±0.061	0.423±0.017
	$e$ ( $\text{Ws}^{0.5}\text{cm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )	0.4955±0.025	0.362±0.019
	$K$ ( $\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	0.038±0.002	0.032±0.002
	$\rho c$ ( $\text{Jcm}^{-3}\text{K}^{-1}$ )	6.230±0.810	4.211±0.547
<b>Laser Diodo UEPG - 532nm</b>	$\alpha$ ( $\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	0.0080±0.0003	0.0073±0.0002
	$R_b$	-0.200±0.005	0.408±0.026
	$e$ ( $\text{Ws}^{0.5}\text{cm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )	0.540±0.015	0.349±0.021
	$K$ ( $\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	0.048±0.003	0.030±0.003
	$\rho c$ ( $\text{Jcm}^{-3}\text{K}^{-1}$ )	6.000 ±0.780	4.110±0.534

**Tabela 4.7:** Parâmetros Térmicos Obtidos Da Pasta Térmica por TWI com 2 substratos e 3 fontes de iluminação.

A maior variação entre as quantidades térmicas para as pastas sobre os dois substratos ocorreu quando a fonte de radiação era a lâmpada de xenônio. Como em

procedimentos que envolvam muitos parâmetros experimentais o melhor a ser feito é calcular a média total para os valores térmico da pasta térmica encontramos:

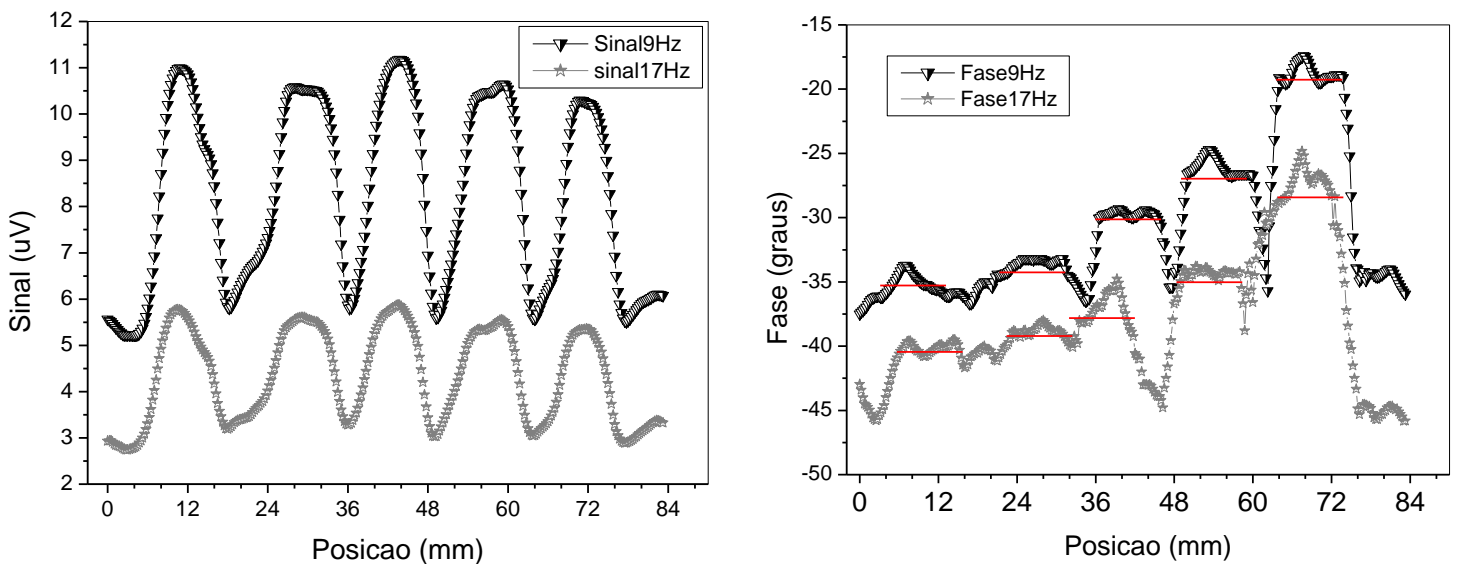
$\alpha$ ( $10^{-3}\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	$e$ ( $\text{Ws}^{0.5}\text{cm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )	$K$ ( $\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	$\rho c$ ( $\text{Jcm}^{-3}\text{K}^{-1}$ )
$7.600 \pm 0.400$	$0.430 \pm 0.025$	$0.038 \pm 0.004$	$4.940 \pm 0.390$

**Tabela 4.8:** Resultados da média dos parâmetros térmicos encontrados experimentalmente para a pasta térmica.

#### 4.4- Cimento Portland

A interferometria de Ondas Térmicas é uma técnica eficaz para realizar as medidas em materiais porosos como o cimento, por que consegue analisar as variações espaciais entre as interfaces dos materiais. Como nos casos anteriores as varreduras foram efetuadas ao longo das amostras figura 3.3 passando sobre a superfície das cinco camadas sucessivamente, conseguindo, portanto o sinal térmico e a fase absorvida pelo cimento. Na figura 4.13 apresentamos os espectros para as frequências de 9 e 17 Hz.

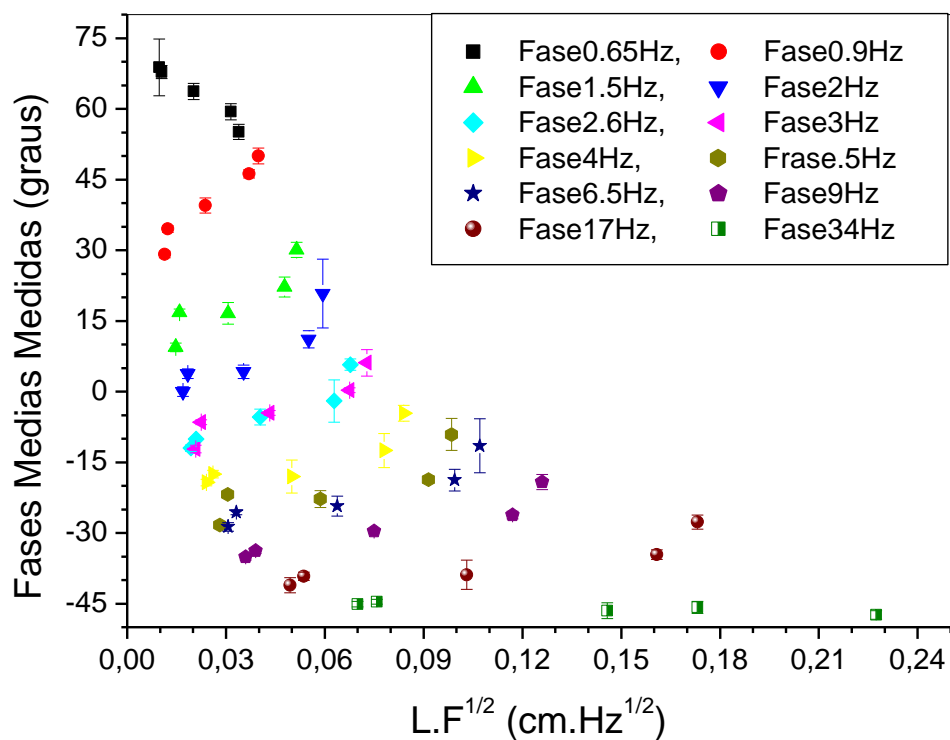
As medidas foram realizadas variando a frequência de modulação de 0.65 á 32 Hz com as demais informações estão contidas na tabela 3.2.



**Figura 4.13:** Fase térmica e o sinal térmico medidos para as amostras de cimento Portland.

O espectro de fase manifesta um acréscimo da fase com a espessura das camadas de cimento, podendo se rematar que o coeficiente de reflexão térmica entre a interface amostra substrato, é positivo, e conseqüentemente a efusividade térmica do cimento

Portland é maior do que a do vidro soda lime. O sinal térmico absorvido pelas amostras se manteve quase invariável entre as camadas de espessuras diferentes para a mesma frequência, evidenciando pouca sensibilidade das condições experimentais utilizadas para a técnica com relação aos sinais de camadas com diferentes espessuras. Este problema pode ter ocorrido, pois a espessura das amostras (a menor amostra é de 120  $\mu\text{m}$ ) estava ainda muito espessa e a saturação da difusividade térmica ocorre mais rapidamente para o sinal, figura 2.4. Para se realizar o ajuste dos dados traçamos um gráfico das fases médias calculadas pela espessura térmica normalizada, cujo resultado está apresentado na figura 4.14.



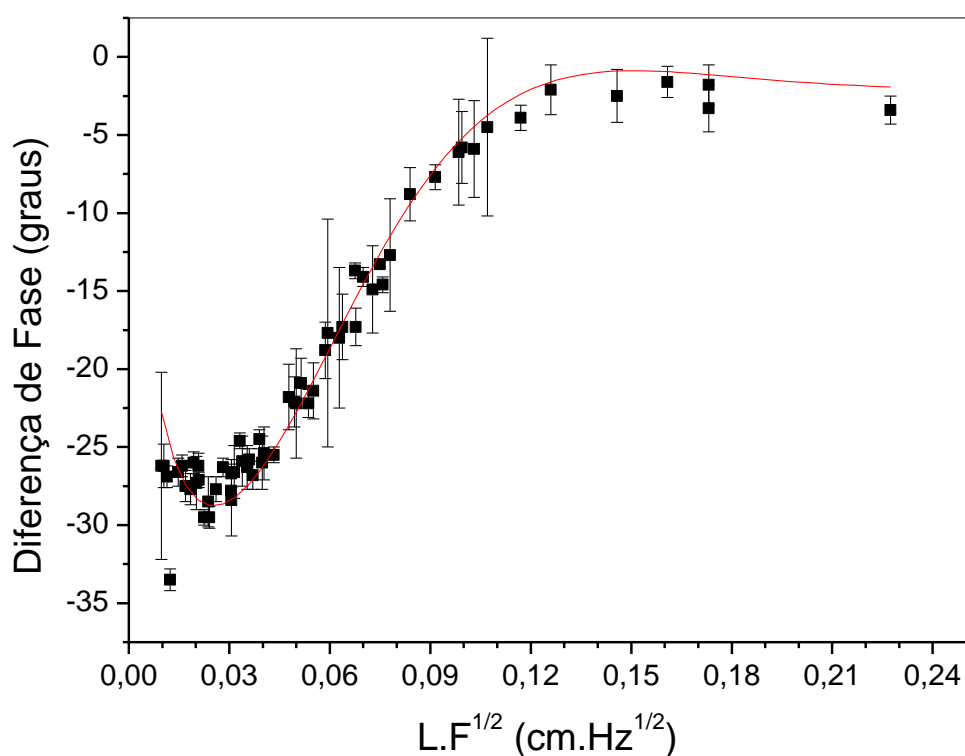
**Figura 4.14:** Fases médias do cimento.

Para a frequência de 0.65 Hz a fase decreta com o aumento da espessura das camadas, enquanto que para praticamente todas as demais frequências ocorre o inverso. Isto pode ser explicado, pois quando existe uma inversão de comportamento da curva, poderemos perceber a transição dos dados medidos nas regiões térmicas finas e espessas. Com a frequência de 34 Hz podemos perceber um início da saturação da curva na região termicamente grossa, mas como o sinal já estava muito baixo não foi possível continuar as varreduras de frequências superiores.

Até 2 Hz, as diferenças de fase entre as camadas se mantiveram superiores á 20°, diminuindo lentamente até chegarem na região de menor defasagem , que é para 34 Hz.

Amostras/Espessuras ( $\mu\text{m}$ )	Fase Média (graus) 2 Hz	Fase Média (graus) 34 Hz
Cimento- 120	0 $\pm$ 1	-45,8 $\pm$ 1.3
Cimento- 130	3.8 $\pm$ 1	-45,1 $\pm$ 0.6
Cimento- 250	4.2 $\pm$ 1.4	-44.6 $\pm$ 0.5
Cimento- 390	11.1 $\pm$ 1.8	-46.5 $\pm$ 1.7
Cimento- 420	20.8 $\pm$ 7.3	-47.4 $\pm$ 0.9

**Tabela 4.9:** Valores das fases médias para as amostras de 2 e 34 Hz.



**Figura 4.15:** Ajuste médio do modelo da diferença de fase opaco para as amostras de cimento.

O ajuste médio para as camadas de cimento é realizado com o modelo opaco para a diferença de fase da TWI, e com ele encontramos  $R_b$  e  $\alpha$ . Com uma diferença de fase de aproximadamente 30°, encontramos um valor positivo para  $R_b = (0.664 \pm 0.116)$ . As demais propriedades térmicas medidas e calculadas estão apresentadas na tabela 4.10.

Como descrito na tabela 4.3 à difusividade térmica encontrada para o cimento obteve a mesma ordem de grandeza para os resultados com outras técnicas encontradas na literatura (ver tabela 4.3).

$\alpha$ ( $10^{-3}\text{cm}^2\text{s}^{-1}$ )	$e$ ( $\text{Ws}^{0.5}\text{cm}^{-2}\text{K}^{-1}$ )	$K$ ( $\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$ )	$\rho c$ ( $\text{Jcm}^{-3}\text{K}^{-1}$ )
$16.792 \pm 0.844$	$0.728 \pm 0.113$	$0.094 \pm 0.019$	$5.618 \pm 0.645$

**Tabela 4.10:** Propriedades térmicas do cimento Portland obtidas via TWI.

#### 4.5. Cimento Endodôntico Rápido (CER): Efeitos da Emulsão e Tamanho do Grão

As varreduras sobre as amostras de CER e do MTA realizadas como mostra o conjunto das figuras 3.2 separados em 4 conjuntos de em ordem crescente de granulometria, 25, 38, 45, 53  $\mu\text{m}$ , e dentro destes subconjuntos os volumes de emulsão de forma crescente, 140, 150, 160, 170  $\mu\text{L}$ , e mais a amostra de MTA de 57  $\mu\text{L}$  e 20  $\mu\text{m}$ , indicada pela linha tracejada, varrendo 22 cm de substrato de aço inox, e as amostras coladas no substrato com as camadas de pasta térmica. Devido à alta-porosidade dos cimentos odontológicos e sua grande fragilidade, preferimos colocar tais amostras sobre o substrato de aço inox com o auxílio da pasta térmica, o substrato foi colado sobre a mesa do translador para que fossem realizadas as varreduras no material. Como as amostras eram muito quebradiças, pôs-se a pasta térmica, entre o substrato e as amostras, criando uma terceira camada, com aproximadamente 37 % da espessura das amostras (espessura média das pastas térmicas 218  $\mu\text{m}$ , enquanto que o valor médio da espessura das amostras é de 595.3  $\mu\text{m}$ ). O objetivo de se realizar as varreduras também sobre o substrato era para encontrar a relação entre a diferença da fase média de cada amostra com a fase do substrato em função da posição das amostras.

O primeiro passo tomado é calcular a fase média de cada amostra, de aproximadamente 6 mm (24 pontos), e subtraímos com a fase média calculada para o substrato. Como tanto o resultado do sinal, como da fase para a frequência de 1 Hz apresentou muito ruído, optamos em desconsiderá-lo, avaliando assim as varreduras a partir de 1.5 Hz. O passo seguinte é plotamos os gráficos da diferença de fase das amostras por  $la_s$ .

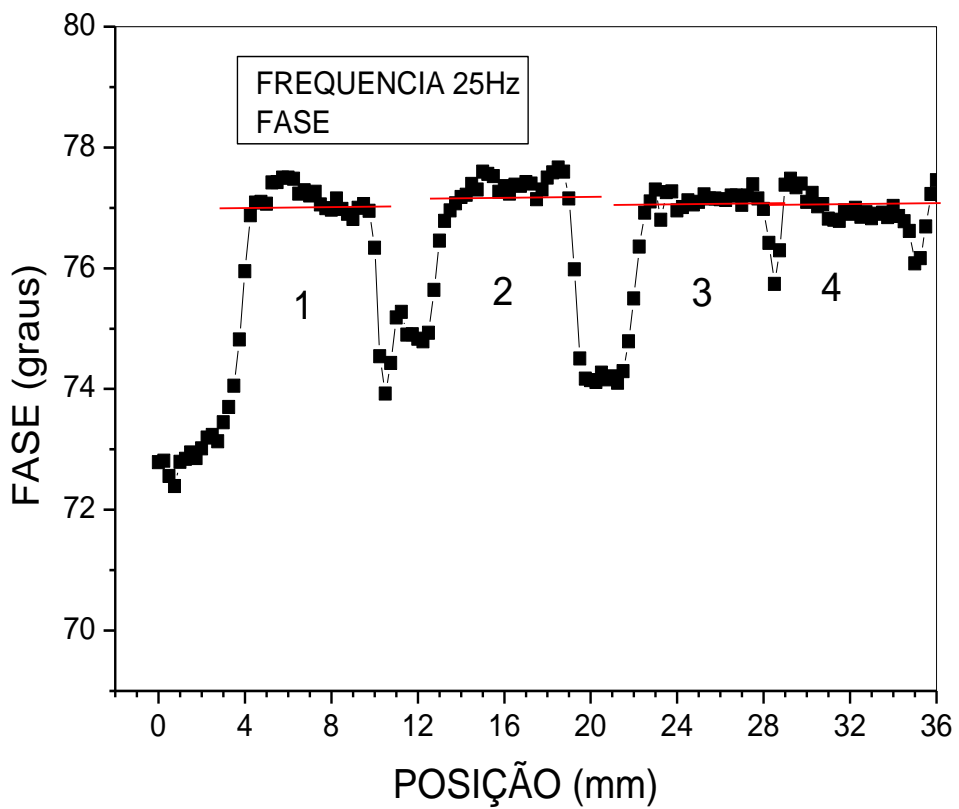
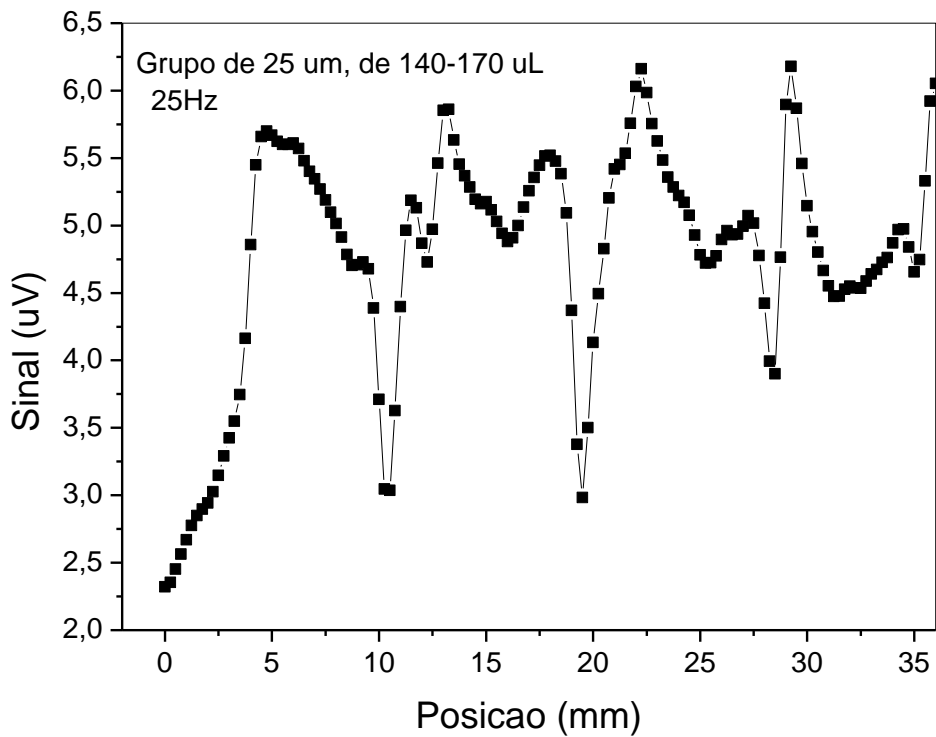
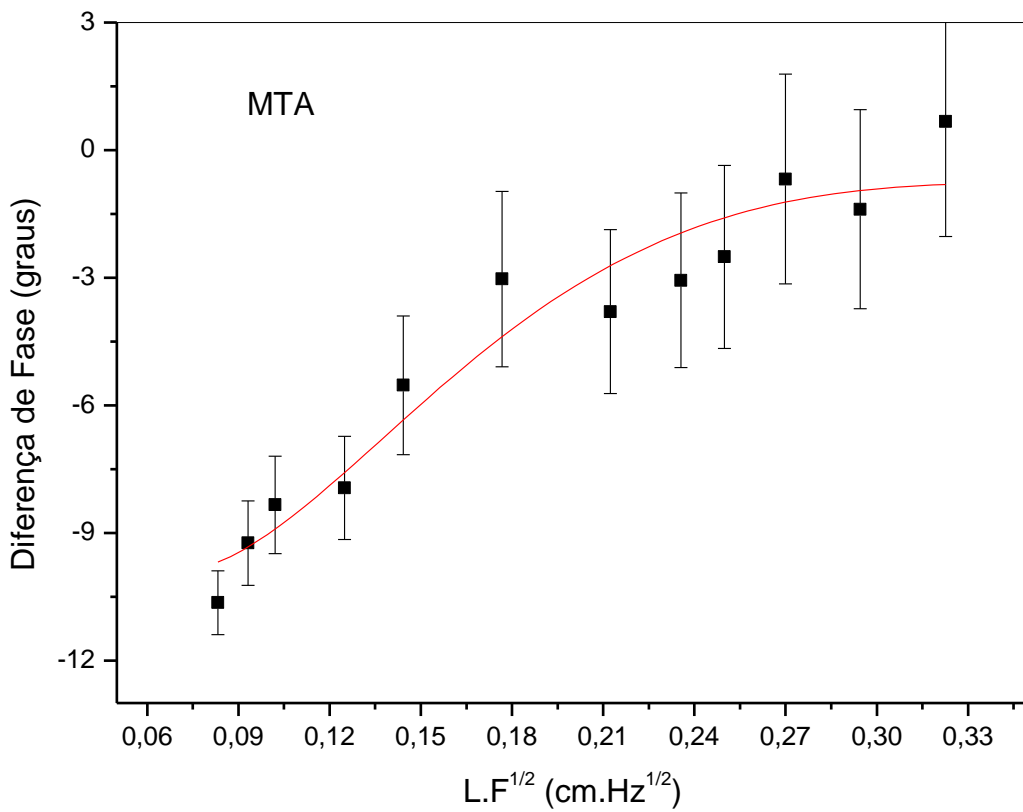
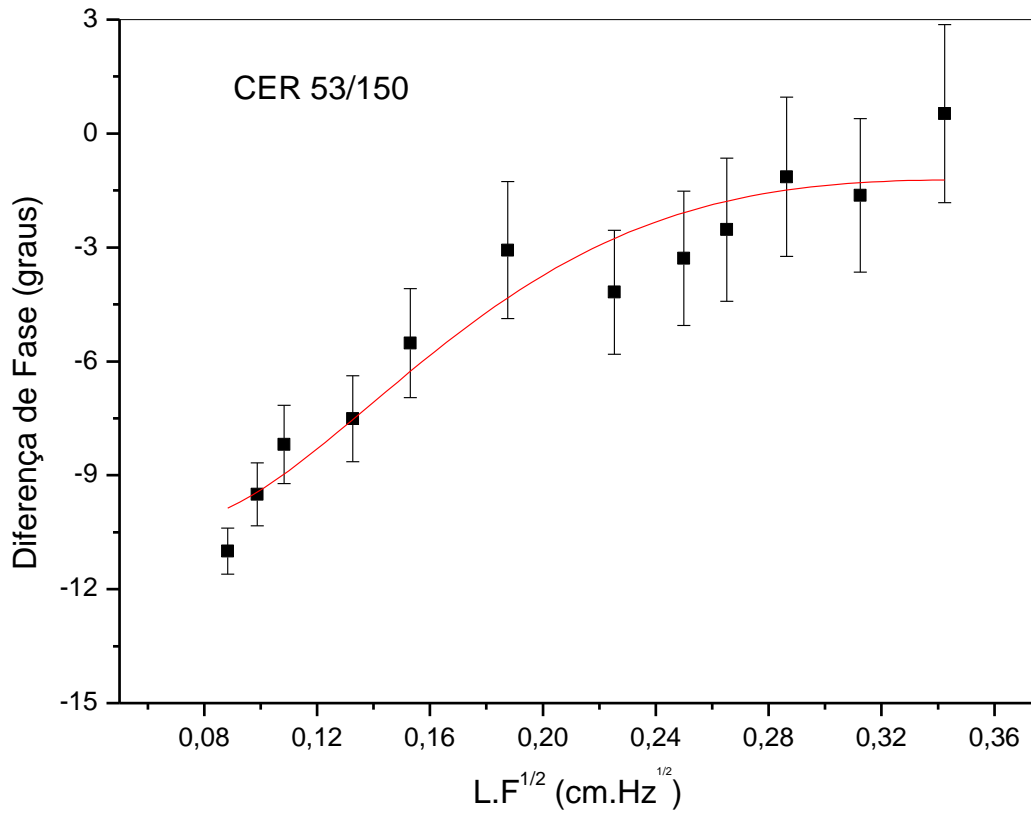


Figura 4.16: Resultados do sinal e fase para a frequência de 25 Hz, para o grupo de amostras de 25  $\mu\text{m}$ .





**Figura 4.17:** Ajustes usando o modelo com aderência para a diferença de fase versus  $l\sqrt{f}$  para as amostras de cimentos odontológicos.

Como em nosso trabalho consideramos a influência da camada da pasta térmica, podemos observar esta nova camada influência o resultado. Assim como na figura 4.17 temos as diferenças de fases entre as amostras e substrato se aproximaram de 13°, sendo um resultado semelhante para todas as outras amostras. Os ajustes das figuras abaixo descrevem a concavidade negativa para as curvas da diferença de fase, indicando que o coeficiente de reflexão térmica entre a pasta térmica e as amostras é positivo.

A quantidade  $r_1$  da equação (2.47) nos leva a encontramos  $b_{cs} = \frac{1-r_1}{r_1+1}$ , e  $e_s = \frac{e_c}{b_{cs}}$ , a condutividade térmica é calculada por  $K = e_s \sqrt{\alpha_s}$ , e a capacidade térmica volumétrica  $\rho_s c_s = K_s / \alpha_s$

As propriedades térmicas para o MTA encontradas considerando a influência da pasta térmica é descrito na tabela 4.11. O erro propagado obtido para a efusividade térmica ficou em torno de 17 % e para a difusividade térmica próxima a 13 % e 30 % para a condutividade térmica e a capacidade térmica volumétrica obtida por cálculo de propagação de erros. Estes mesmos parâmetros térmicos foram encontrados para as outras amostras e podem ser observados na figura 4.18.

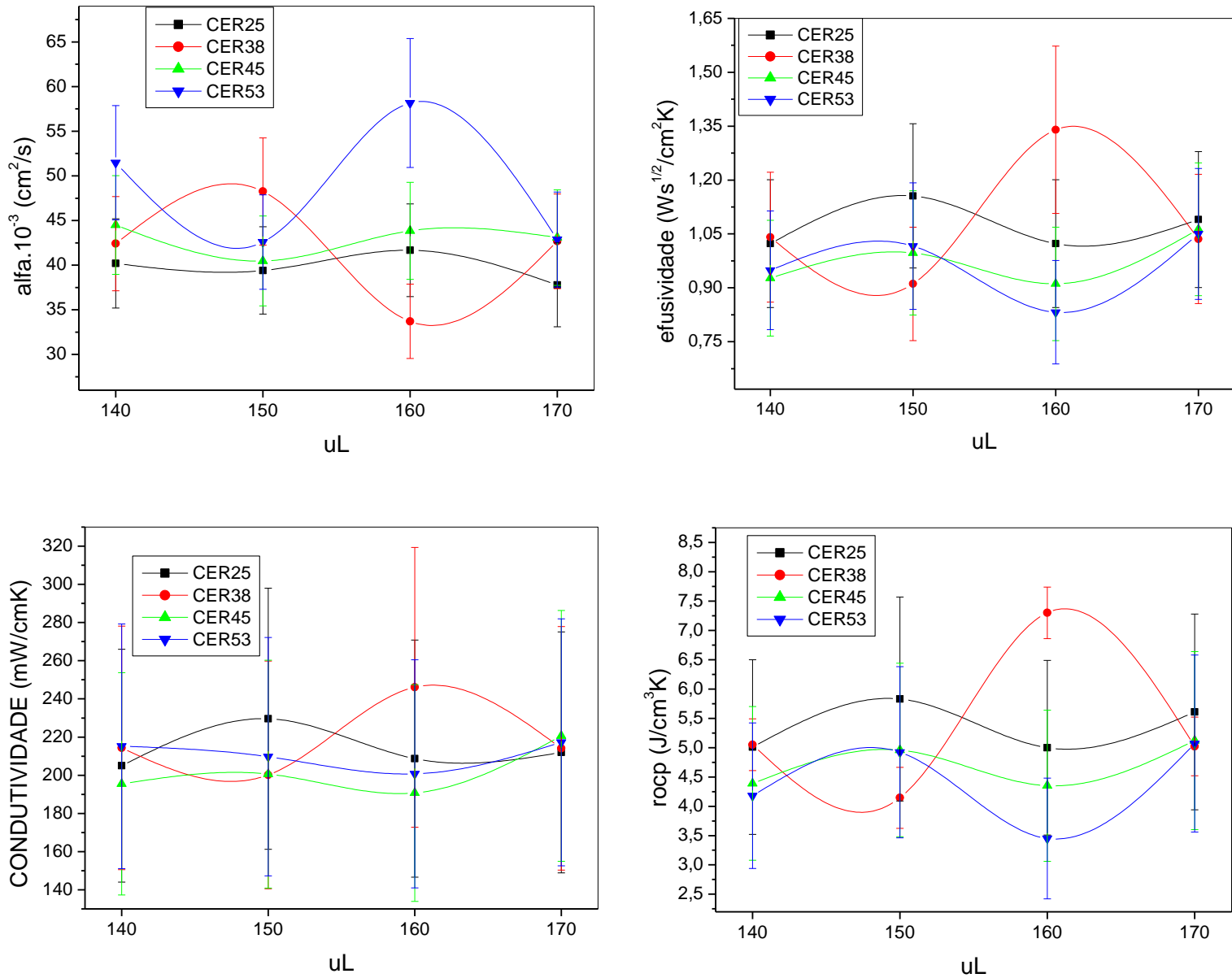
$\alpha$ ( $10^{-3}$ cm <sup>2</sup> /s)	$e$ (Ws <sup>0.5</sup> /cm <sup>2</sup> K)	$K$ (mW/cmK)	$\rho c$ (J/cm <sup>3</sup> K)
44.17±5.48	1.085±0.191	227.9±67.9	5.16±1.54

**Tabela 4.11:** Resultado dos parâmetros térmicos para a amostra padrão.

Em quase todos os grupos de tamanho de grãos e de volume de emulsão, a efusividade térmica se manteve na média quase constante, variando de um range de (0,832-1,34) Ws<sup>1/2</sup>/cm<sup>2</sup> K. Com o acréscimo da granulometria, a difusividade térmica se elevou, enquanto que as demais propriedades térmicas que apresentaram uma leve tendência de decaimento.

Para o grupo de 45 µm, a capacidade térmica volumétrica apresentou um crescimento quase linear, com exceção a amostra de 160 µL, sendo a amostra com maior espessura de pasta térmica, 232 µm, e com o grupo de 53 µm, surgiu uma disposição á elevação da capacidade térmica volumétrica, exceto novamente para a amostra de 160 µl. A condutividade térmica exibiu decaimento para o grupo de 160 µL,

com reserva para a amostra de 38  $\mu\text{m}$ , que aliás é a amostra com espessura mais delgada, 486  $\mu\text{m}$ .



**Figura 4.18:** Difusividade, condutividade, efusividade térmica e capacidade térmica volumétrica em dependência com a concentração do volume de emulsão para os conjuntos de amostras separados para os grupos de várias granulometrias.

Para as amostras com maiores espessuras<sup>i</sup> (acima de 640  $\mu\text{m}$ ) a difusividade térmica ficou maior conforme a espessura, num range de  $(40.47 \pm 5.26 - 51.47 \pm 6.9) \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$  e as menores condutividades na faixa de  $(190.7 \pm 57,2 - 215.2 \pm 64,6) \text{ mW/cmK}$ ., enquanto que as amostras de espessuras menores<sup>ii</sup> (abaixo de 565  $\mu\text{m}$ ), a difusividade se conservou em grande maioria com valores menores, num range de  $(33.71 \pm 4,38 - 42.68 \pm 5,55) \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ . O contrário ocorreu para a condutividade térmica que obteve os maiores valores para tal propriedade, num range de  $(214.1 \pm 64.2 - 246.1 \pm 73.8) \text{ mW/cmK}$ .

Calculando o valor médio dos grupos das propriedades térmicas por volume de emulsão, encontramos uma relação quase linear que podem ser observados na figura 4.19.

Como temos variações volume de emulsão e de tamanho de grãos, podemos avaliar as tendências de comportamento destas amostras. O aumento na porosidade por si só pode causar uma influência sobre o valor da difusividade térmica, por exemplo, e um melhor contato entre as partículas, pode causar uma diminuição da difusividade térmica.

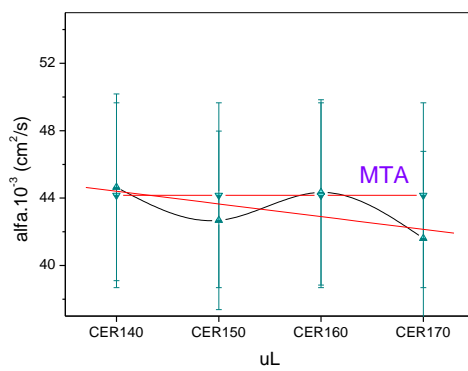
A figura 4.20 vem expor o comportamento dos valores médios das propriedades térmicas para os grupos de variados tamanhos das partículas. Pode-se observar que o grupo com 170  $\mu\text{L}$  possui valores mais próximos ao da amostra padrão<sup>iii</sup>, com exceção ao da difusividade. Com o volume de emulsão variando de (140-170)  $\mu\text{L}$ , a difusividade térmica decresce, a condutividade térmica aumenta quase linearmente, e tanto a difusividade térmica como capacidades térmicas volumétrica mostram-se com uma tênue tendência para o aumento linear, porém mantendo-se aproximadamente constante. Não é estranho que a difusividade térmica diminua com o volume de emulsão, pois o gel emulsificante é um polímero, que de modo geral possui a difusividade térmica mais baixa, da ordem de  $10^{-3} \text{ cm}^2/\text{s}$ . Com a redução da difusividade, e cresce, pois é inversamente proporcional, porém como depende mais fortemente de  $K$ , que incrementa com a emulsão, causa um leve crescimento da sensação térmica no material.

---

<sup>i</sup> CER38/150, CER45/140, CER45/150, CER45/160, CER53/160 e CER 53/140, CER53/150.

<sup>ii</sup> CER25/150, CER25/170, CER38/140, CER38/160, CER38/170

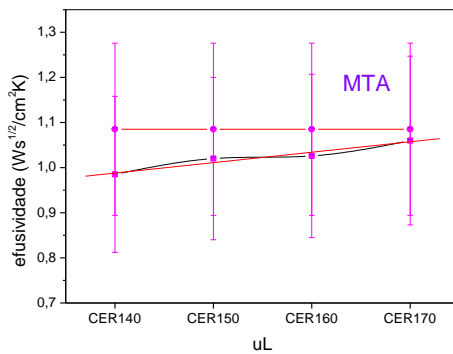
<sup>iii</sup> A amostra padrão é a amostra de MTA.



Parameter	Value	Error
A	45,16378	1,59667
B	-0,75483	0,57449

Linear Regression for dadosgerais\_alfa:  
 $Y = A + B \cdot X$   
 Weight given by dadosgerais\_erroalfa error bars.

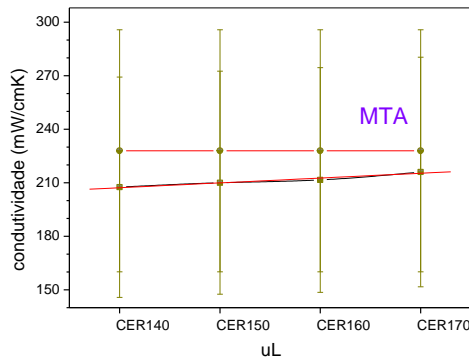
R	SD	N	P
-0,68065	0,36879	4	0,31935



Parameter	Value	Error
A	0,96487	0,01086
B	0,023110,00403	

Linear Regression for dadosgerais\_efusividade:  
 $Y = A + B \cdot X$   
 Weight given by dadosgerais\_erroefusivi error bars.

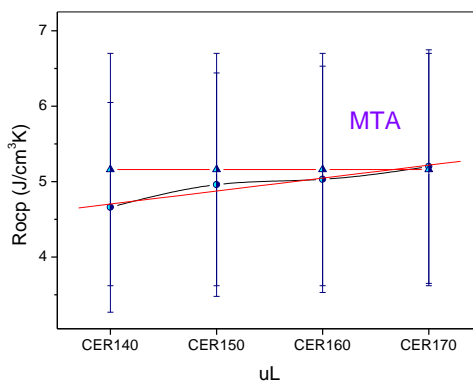
R	SD	N	P
0,97086	0,15297	4	0,02914



Parameter	Value	Error
A	204,5164	1,13335
B	2,70476	0,41842

Linear Regression for dadosgerais\_condutividade:  
 $Y = A + B \cdot X$   
 Weight given by dadosgerais\_erroconduti error bars.

R	SD	N	P
0,97689	0,03194	4	0,02311

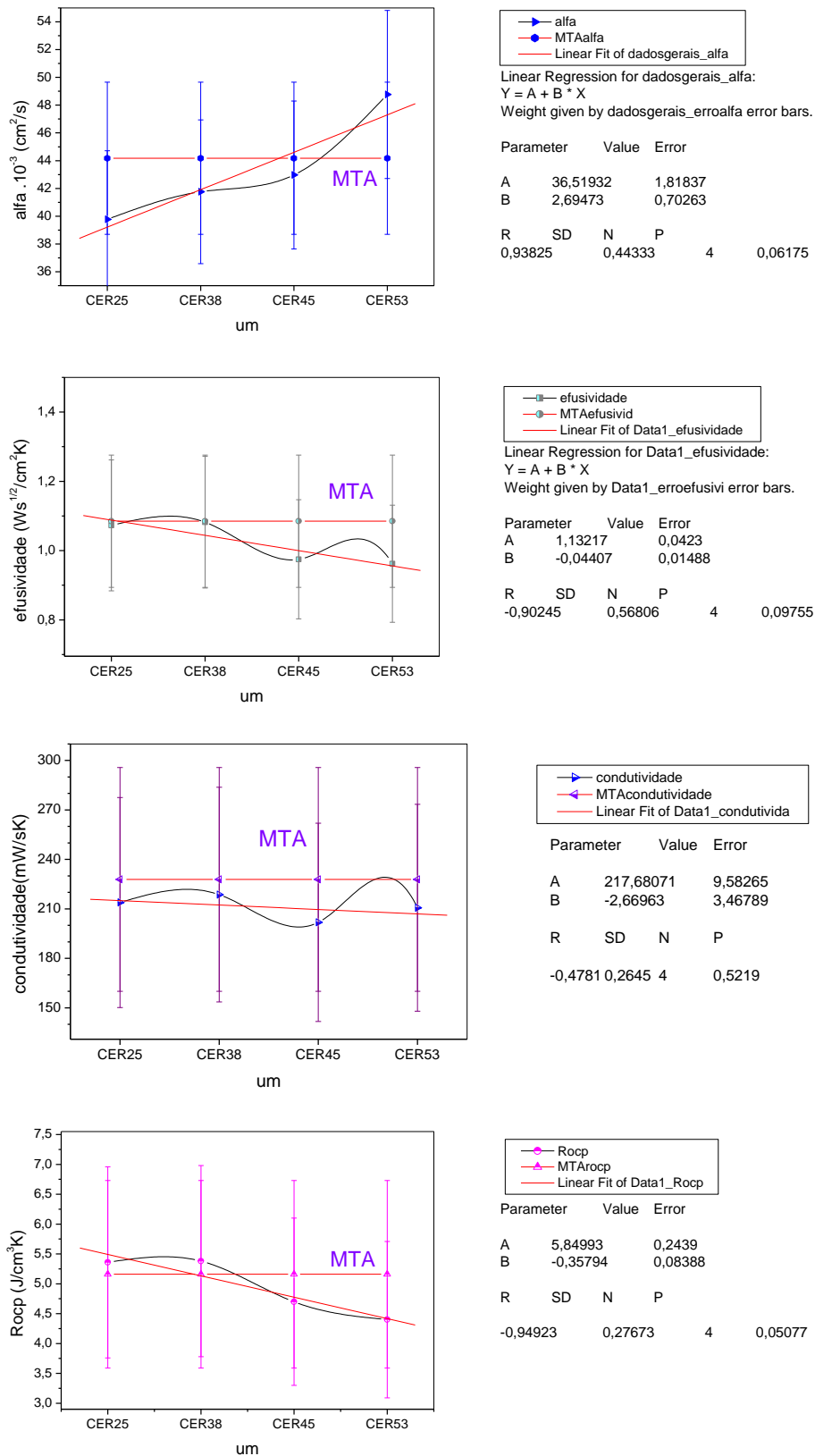


Parameter	Value	Error
A	4,53213	0,08281
B	0,17164	0,03117

Linear Regression for dadosgerais\_Rocp:  
 $Y = A + B \cdot X$   
 Weight given by dadosgerais\_erroRocp error bars.

R	SD	N	P
0,96857	0,10241	4	0,03143

**Figura 4.19:** Médias dos valores da difusividade, condutividade, efusividade térmica e a capacidade térmica volumétrica em função da emulsão.



**Figura 4.20:** Médias dos valores da difusividade, condutividade, efusividade térmica e a capacidade térmica volumétrica em função da granulometria.

Para entender a relação do volume de emulsão com a granulometria das amostras, calculamos o valor médio de todos os parâmetros térmicos estudados por tamanho de grão.

Exceto para a difusividade térmica,  $\alpha$ , o grupo de 25  $\mu\text{m}$  possui valores mais semelhantes ao do MTA. Os parâmetros continuam apresentando um comportamento quase linear. Para a variação do tamanho da partícula ocorre um comportamento inverso com o aumento do volume de emulsão, a difusividade térmica aumentara, condutividade térmica é atenuada e a efusividade térmica e capacidade térmica volumétrica permaneceram em média constantes. Com o aumento do tamanho de partícula, a difusividade térmica pode realmente aumentar, pois o ar preso nos poros influencia a difusividade no material.

Médias	$e$ ( $\text{Ws}^{1/2}/\text{cm}^2\text{K}$ )	$\alpha$ ( $10^3\text{cm}^2/\text{s}$ )	$K$ ( $\text{mW}/\text{cmK}$ )	$\rho c$ ( $\text{J}/\text{cm}^3\text{K}$ )
<b>De Todas as amostras</b>	1.023± 0.180	43.32± 5.59	211.27± 62.90	4.96± 1.44
<b>MTA</b>	1.085± 0.191	44.17± 5.48	227.9± 67.85	5.16± 1.54
<b>Por Tamanho de Grão</b>	1.023± 0.180	43.32± 5.38	211.29± 62.90	4.96± 1.45
<b>Por Volume de Emulsão</b>	1.023± 0.180	43.32± 5.38	211.28± 62.90	4.96± 1.48

**Tabela 4.12:** Valores médios para as amostras de CERs e de MTA, distribuídas de forma geral, por tamanho de grão e por volume de emulsão.

Observamos que as propriedades térmicas do CER são muito semelhantes as da amostra padrão. Com relação às quantidades térmicas,  $\alpha$  e  $K$ , o melhor tamanho de grão apresentado e o melhor volume de emulsão foram de 25  $\mu\text{m}$  e de 170  $\mu\text{L}$  respectivamente. Outra vantagem para se trabalhar com as amostras de menores granulometrias é por serem amostras (menos quebradiças), o que facilita muito no manuseio experimental para este material. Porém com relação à efusividade térmica que se manteve aproximadamente constante e próxima ao do MTA, foi observado que este

conjunto de combinações entre tamanho de grão e volume de emulsão respondeu de forma satisfatória a sua compatibilidade térmica com a amostra padrão. A tabela 4.22 resume os resultados para os valores médios das amostras, por conjunto total de medidas, assim como seus valores médios por tamanho de partícula e emulsão

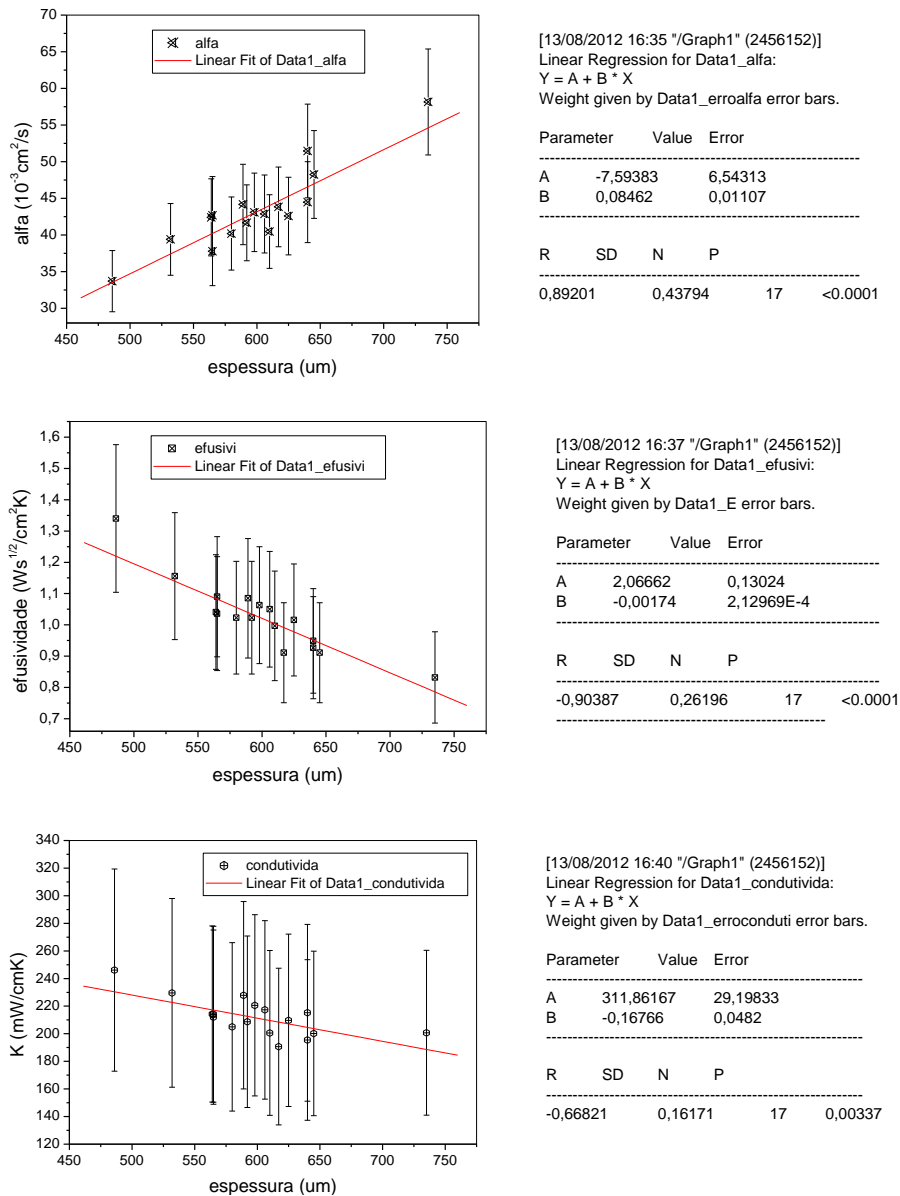


Figura 4.21: Difusividade, efusividade e condutividade térmica em função da espessura das amostras.



Comparando as propriedades térmicas dos cimentos odontológicos com as do cimento Portland que aliais os compõe 80%, verificamos que a difusividade, efusividade e condutividade térmica obtiveram as mesmas ordens de grandezas que o cimento de construção civil, provavelmente devido à adição dos minerais de uso mais clínico na composição dos CERs e do MTA.

A espessura das amostras varia entre  $(486 \pm 10 - 732 \pm 10)$   $\mu\text{m}$ . Encontramos uma dependência das quantidades térmicas da difusividade apresenta um comportamento linear com o aumento das espessuras e a condutividade térmica assim como a efusividade térmica sofrem um decréscimo com o aumento da espessura.

## Referências Bibliográficas

[1]- Orea.A.C., Delgadillo.I.Vargas.H., Pichardo.J.L., Gil.J.J.A., Miranda.L.C.M, On the use of Photoacoustic Technique For The Measurement of the Thermomechanical Properties of semiconductor Two- Layers Systems, 1996, Journal Solid State Communicate, Vol.100, pp.855-859.

[2]- Sato.F., *Desenvolvimento da Técnica de Espelho Térmico*, 2009, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[3]- Epoxi: Data Sheet-Loctite Hysol, 2007.

[4]- Epoxi: Data Sheet- Robnor Resins PX 304C, 2009.

[5]- Epoxi: Data Sheet Epoxy Technology, 2007.

[6]- Data Sheet: Thermal Coupaud, Adhesives and interfaces Materials.

[7]- Weinard.W.R., *Hidroxiapatita Natural Obtida Por Calcinação de Osso de Peixe e de sua Aplicação Na Produção de Materiais Compostos Cerâmicos Biocompatíveis*, 2009, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[8]- Coelho.T.M, *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para o Estudo de Materiais: Filmes Poliméricos, Corantes Alimentícios e Hidroxiapatita Natural*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Dourorado em Física.

[9]- Pereira.V.G., Bazani.M.A., Tabone.A., Reynoso.V.S., Fukushima.J., Chales.R., *Determination of Thermal Conductivity Of a Epoxy Resin With a Mettalic Charge*, Congresso de Engenharia da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira.

[10]- Catálogo Semikro, Thermal Paste Application, 2010.

[11]- Thermal Grease With Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: Data Sheet Loctite 5920 TM, 2004.

[12]- Thermal Grease With ZnO: Data Sheet AAVID Thermalloy

[13]- Kirshnaiah.S.,Singh.D.N., *Determination of thermal properties of some supplementary cementing materials used in cement and concrete*, 2006, Journal Construction and *Building Materials*, Vol.20, pp.193-198.

[14]- Demimborga.R., Gul.R. *The effects of expanded perlite aggregate silica fume and fly ash on the thermal conductivity of lightweight concrete*, 2003, Journal Cement and Concrete Research, Vol.33, pp. 723-727.

[15]- Fu.X., Chung.D.D.L., *Effects Of Silica Fume, Latex, Methylcellulose and Carbon Fibers on The Thermal Conductivity and Specific Heat of Cement Paste*, 1997, Journal Cement and Concrete Research, Vol.12, pp. 1799-1804.

[16]- Astrath.F.B.G, Astrath.N.G.C, Baesso.M.L., Bento.A.C.Moraes.J.C.S, Santos.A.D, *Open Photoacoustic cell for thermal diffusivity measurement of a fast hardening cement used in dental restoring*, 2012, Journal of Applied Physics, Vol.111.

[17]- Mariucci.V.V.G, *Estudo da Difusividade Térmica de Materiais em Pó Utilizando Uma Célula Fotoacústica Aberta (OPC) e Seu Comportamento na Liga Magnetocalórica Gd<sub>5,09</sub> Si<sub>2,03</sub> Ge<sub>1,88</sub>*, 2011, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.

[18]- Pela.C.A., Rocha.S., Paula.E., Baffa.O., *Thermal Parameters of dental materials determined by Photoacoustic Phase lag measurements*, 1998, Journal Review of Scientific Instruments, Vol.69, pp.3392-3397.

[19]- Baffa.O., Mielnik.J., Panzeri.H., Vinhha.D., *Thermal Diffusivity of dental cements*, 1986, Journal Dental Australian, Vol.31, 268-272.

## **5. Conclusões e Perspectivas**

Primeiramente verificou-se que a aplicação da técnica de Interferometria de Ondas térmica é viável até mesmo com uma fonte de radiação não coerente e não monocromática, como a lâmpada de arco xenônio. Uma segunda observação é a de que as amostras de cimento endodôntico rápido CER são compatíveis também termicamente ao MTA, uma vez que para as propriedades térmicas obtidas na amostra conseguimos encontrar os valores para as quantidades térmicas coerentes como ordem de grandeza se comparados aos já estudados por outros pesquisadores sendo a TWI possibilita a obtenção direta da efusividade térmica, sendo adequada como técnica experimental para se trabalhar com materiais porosos, já que devido aos efeitos de contato térmico na interface e é possível através obter a sensibilidade de fases através da TWI para amostras com espessuras diferentes, observando a variação da fase no futuro.

Alguns pontos que ainda podem ser melhor trabalhados são: Primeiro é preciso melhorar a precisão do motor de passo durante a aquisição da TWI, segundo com o uso do laser de argônio pode-se oferecer uma maior potência do que a de aquecimento, em virtude de sua radiação coerente, e menor perda de potência por componentes óticos (lente), e ainda é possível se conseguir maior range de frequência na aquisição. Mas como já exposto à proposta de testar a luz branca, e com ela consegue-se um resultado eficiente. Pode-se melhorar o experimento se as espessuras das amostras medidas puderem ser reduzidas, isto ajuda na aquisição dos dados do regime termicamente fino da amostra, ou ainda uma troca das lentes BK7 por lentes que conseguiriam transmitir a radiação melhor na faixa do infravermelho como as de ZnSe por exemplo, fornecendo ganho no sinal emitido.

### **Perspectivas Para Trabalhos Futuros**

- Estudar por meio da TWI as propriedades térmicas de outros materiais porosos, como solos ou compósitos biocompatíveis.
- Estudar o limite da TWI para a análise de espessura das camadas nas regiões termicamente finas e espessas, com a luz branca de xenônio.

## Apêndice A

### **Considerações Sobre os Parâmetros Térmico e Ótico das Amostras**

O material medido poderá ser considerado termicamente espesso se  $\mu_s \ll 1$ , sendo  $l$  a espessura da amostra, e isto significa que as ondas térmicas são atenuadas dentro do material, ou termicamente finas no limite em que  $\mu_s \gg 1$ , ou seja, as ondas térmicas geradas se propagam através da amostra.

Do ponto de vista ótico sobre as amostras, considera-se principalmente, seu parâmetro de absorção ótico,  $l_o$ , a amostra pode ser oticamente opaca se,  $l_o \ll 1$ , é denominada como oticamente absorvedora, caso  $l_o \sim 1$ , e ainda, se  $l_s \gg 1$ , a amostra é oticamente transparente.<sup>[1]</sup>

### **Referências Bibliográficas**

- [1]- Rosa. D.T.D.F., *Caracterização Ótica e Térmica de Materiais Poliméricos Via Métodos Fototérmicos*, 2005, Maringá, Tese de Doutorado em Física.
- [2]- Bento.A.C., *Aplicações da Espectroscopia Fotoacústica em Materiais Transparentes*, 1987, Campinas, Dissertação de Mestrado em Física.

## Apêndice B

### Processos de Transferência de Calor

O calor é uma forma de energia que se transfere de um sistema para o outro, em virtude da diferença de temperatura existente entre tais sistemas. A maneira que esta energia altera as propriedades de um sistema no seu estado de equilíbrio é o escopo da termodinâmica clássica. A primeira lei da termodinâmica já diz que a energia não pode ser criada ou aniquilada, mas sim transformada.

$$\sum \frac{dQ}{dt} - \sum \frac{dW}{dt} = \Delta E \quad (B.1)$$

Onde:

$W$  = Trabalho realizado para a transferência de calor;

$Q$  = Calor existente no sistema;

$\Delta E$  = A variação de energia do sistema;

Mas esta lei considera apenas a conversão de energia do sistema, e não os seus efeitos com relação ao tempo. Estes efeitos podem ser melhor avaliados com o entendimento dos processos de transferências de calor, que são: condução, convecção e radiação <sup>[1-2]</sup>.

**Condução:** Representa a lei 2 da termodinâmica que afirma <sup>[3]</sup> que a quantidade de entropia para qualquer sistema enclausurado termodinamicamente tende a aumentar com o tempo, até atingir um valor máximo, é o processo do qual o calor flui de uma temperatura mais alta para uma mais baixa dentro de um meio (líquido, sólido ou gasosos). Ocorre geralmente quando dois corpos se encostam, e em corpos sólidos e opacos, por exemplo, os metais. A energia térmica do corpo de temperatura superior agita as moléculas do corpo de temperatura inferior, aumentando assim a sua energia e levando os dois corpos a um estado de equilíbrio. Atribui-se este tipo de transferência a dois fenômenos: Interação molecular e deslocamento dos elétrons livres. De acordo com a definição de Fourier <sup>[2]</sup>, a quantidade de calor nos sistema pode ser descrita como:

$$Q_{cd} = -KS \frac{dT}{dx} \quad (B.2)$$

Sendo  $S$  área no qual o calor flui e que é sempre perpendicular a direção do fluxo de calor. O sinal negativo significa que o calor vai da região mais quente para a menos quente.

**Radiação:** Este processo obedece também a lei 2 da termodinâmica, mas para corpos separados no espaço com um vácuo entre eles e transmitido na forma de quanta (partículas discretas de energia). Para os corpos negros (emissores perfeitos), a quantidade de calor irradiado é:

$$Q_r = \sigma S \theta^4 \quad (B.3)$$

$\sigma = 5.67 \cdot 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$  é a constante de Stefan Boltzman, e a temperatura  $\theta$  aqui é a temperatura absoluta superficial.

A energia que um corpo negro emite para outro corpo negro<sup>i</sup> é descrita por:

$$Q = \sigma S (\theta_1^4 - \theta_2^4) \quad (B.4)$$

$\theta_1$  é a temperatura na superfície externa, e  $\theta_2$  a temperatura na superfície interna.

**Convecção:** A convecção é uma forma de transferência de calor muito importante entre uma superfície líquida, sólida ou gasosa. Em um fluido com a mobilidade de partículas é alta, as partículas se deslocam para as regiões de uma temperatura mais baixa. Geralmente a convecção ocorre para as regiões que envolvem troca de calor entre os fluidos. Este processo pode ser expresso por:

$$Q_{cv} = h_c S \Delta\theta \quad (B.5)$$

$h_c$  é o coeficiente médio de transmissão de calor por convecção,  $\Delta\theta$  a diferença de temperatura entre os fluidos.

---

<sup>i</sup> Todos os corpos com temperatura diferente do zero absoluto podem ser considerados um corpo negro.

## Referências Bibliográfica

[1]-Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Chapman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.2.

[2]- Kreith.F., Manglik.R.M., Bohn.M.S., *Principles of Heat Transfer*, 2011, Ed. Cengage, Stamford, Estados Unidos da América, Vol.7.Cap.2.

[3]- Callen, Hebert B, *Thermodynamics and an Introduction to Thermostatistics*, 1990, Ed. John Willey & Sons, Nova Jersey, Estados Unidos da América , Vol.2, Cap.3.



## Apêndice C

### Sinal Normalizado do Modelo da TWI com Aderência

Para encontrar o sinal normalizado para o modelo da aderência, partimos das equações (2.52) e (2.53), obtemos:

$$M'^{-1}_r = \frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s (1 - r\Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} \left[ \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{r e^{-2\sigma_s l_s} (-e^{(\sigma_s - \beta)l} + 1)}{\beta - \sigma_s} \right]$$

$$M'_r = \frac{I_o \beta T_g}{4K_s \sigma_s}$$

$$\Lambda(\omega) = \frac{1}{(1 - r\Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} = \left( \frac{1 - e^{-(\sigma_s + \beta)l}}{\beta + \sigma_s} + \frac{r e^{-2\sigma_s l_s} (e^{(\sigma_s - \beta)l} - 1)}{\sigma_s - \beta} \right)$$

(C.1)

Considerando a amostra termicamente grossa e opaca por simplicidade dos cálculos,  $\beta \gg |\sigma_s|$  e  $\beta l \rightarrow \infty$ ,  $\Lambda(\omega)$  se torna:

$$\Lambda(\omega) = \frac{1 + r e^{-2\sigma_s l_s}}{(1 - r\Gamma_0 e^{-2\sigma_s l_s})} \quad (C.2)$$

Substituindo  $\sigma_s = (1 + j) \sqrt{\frac{\omega}{2\alpha}}$  em (2.41), e como  $|\Lambda(\omega)| = \sqrt{\Lambda(\omega)\Lambda^*(\omega)}$ , empregando a fórmula de Euler,  $e^{\pm 2la_s} = \cos 2la_s \pm j \sin 2la_s$ , o cosseno do arco duplo  $\cos(2x) = \cos^2(x) - \sin^2(x)$ , achamos:

$$\Lambda(\omega) = \frac{1 + r(1 + \Gamma_0) e^{-2a_s l_s} \sin(2a_s l_s)}{1 - \Gamma_0 r^2 e^{-4a_s l_s} + r(1 - \Gamma_0) \cos(2a_s l_s)} \quad (C.3)$$

Substituindo o valor de  $r$  da equação (2.46), na equação C.3, encontramos, e considerando a parte real do sinal encontramos, considerando  $\Gamma_0 = 1$  :

$$\Lambda(\omega) = \frac{(1 + \Gamma_1 \Gamma_2 e^{-l_c a_c})^2 + 2(1 + \Gamma_1 \Gamma_2 e^{-l_c a_c})(\Gamma_1 + \Gamma_2 e^{-l_c a_c}) e^{-2a_s l_s} \sin(2a_s l_s)}{(1 + \Gamma_1 \Gamma_2 e^{-l_c a_c})^2 + (\Gamma_1 + \Gamma_2 e^{-l_c a_c})^2 e^{-4a_s l_s}} \quad (C.4)$$

## Referências Bibliográfica

[1]- Almond.D., Patel.P., *Photothermal Science and Techniques*, 1996, Ed. London: Champman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.2.,3.,7.,9.

[2]- Zijp.F., *Near Field Optical Data Storage*, 2007, Ed.Copyright, Phoenix, Estados Unidos da América, Vol.1, Cap.4.

[3]- Patel.M.P., Almond.D.P., Reither. H., *Thermal Wave detection and characterization of subsurface defects*, 1987, Journal of Applied Pyschics , Vol.43, pp.9-15.

[4]- Morris.J.D., *Thermal Wave Testing of Ceramics*, 1990, Univerity of Bath, Tese de Doutorado em Filosofia.

[5]- Patel.P., *An Evolution of the Technique of Photothermal Radiometry for the Non destructive Testing and Characterization of Plasma-sprayed Coatings*, 1988, universidade of Bath, Tese de Doutorado em Filosofia.

## Apêndice D

### **Técnicas experimentais complementares para a análise da pasta térmica**

#### **i) Difractometria de Raio X-DRX**

Devido ao fato de não sabermos a composição da pasta térmica utilizada em nosso trabalho, trabalhamos com a técnica de DRX para encontrar as substâncias que a compunham. As medidas foram feitas pela aluna de mestrado na ocasião, Taiana Gabriela Moreti Bonadio, no laboratório de DRX do grupo GECA (Grupo Preparação e Caracterização dos Materiais).

A difratometria de raio X é uma técnica que auxilia ao conhecimento e observação da caracterização estrutural dos materiais cristalinos, como a natureza de sua composição, e as propriedades estruturas dos cristais <sup>[1,2]</sup>. O software utilizado pelo grupo é o X- Pert High Score e as informações sobre posição atômica, grupo espacial e parâmetros de rede são obtidas através dos bancos de dados ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) e JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards), e o difratômetro usado foi o modelo (XRD-7000 Shimadzu).

No início do século XX, a comunidade científica estava dividida quanto a investigação sobre a natureza do raio x<sup>ii</sup>. O grupo de Stokes atribuía um caráter ondulatório para esta radiação e o grupo de Bragg uma condição corpuscular. Há exato um século atrás, na Universidade de Munique na Alemanha, o físico Max Von Laue tomou ciência que os cristais eram caracterizados por uma estrutura irregular, tendo assim a ideia/intuição da possibilidade da passagem do raio X através dos cristais. O problema era que esta hipótese se contradizia com o estudo de Sommerfeld que previa não haver possibilidade de alguma radiação ser detectada no cristal em virtude da agitação térmica de seus átomos. Mas mesmo assim Laue persistiu em seus experimentos considerando uma estrutura cristalina como uma rede de difração 3-D, e com o tempo sua ideia também teve apoio da família Bragg esclarecendo que as ondas incidentes pelo raio x são refletidas specularmente no interior do cristal por planos

---

<sup>ii</sup> Os raios x fazem parte do espectro de radiação eletromagnética e sua faixa de comprimento de onda vai de (0.02-100). 10<sup>-10</sup> m.

paralelos dos átomos espaçados a uma distância  $d$ , e cada plano reflete uma curta fração de raio X. Quando a onda incidente atinge a amostra, se espalham elásticamente e após esta colisão entre os fótons da radiação e elétrons do material o fótons muda sua trajetória conservando a mesma energia e fase incidentes<sup>[1-4]</sup>. Os átomos da amostra após receberem a radiação são excitados e vibram emitindo assim raio x em todas as direções. Se os átomos estiverem regularmente espaçados nos reticulos cristalinos a radiação incidente  $d$  é da mesma ordem do comprimento de onda  $\lambda$  do raio x que lhe é incidente causando assim uma interferencia construtiva em determinadas direções e destrutivas em outras, dependendo do ângulo de incidência do raio x, e a relação é dada pela lei de Brag:

$$2d = n\lambda/\sin(\theta) \quad (D.1)$$

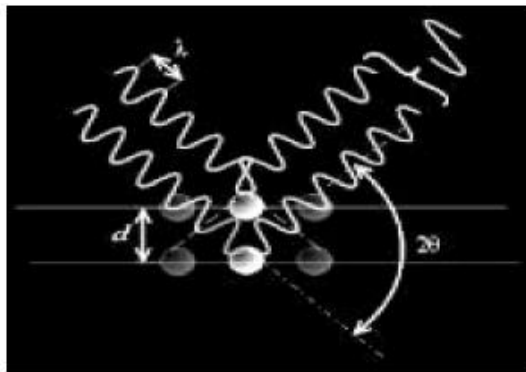
Onde:

$\lambda$  = Comprimento de onda incidente para o raio X;

$d$  = A distancia interplanar entre o conjunto de planos hkl (índices de Miller);

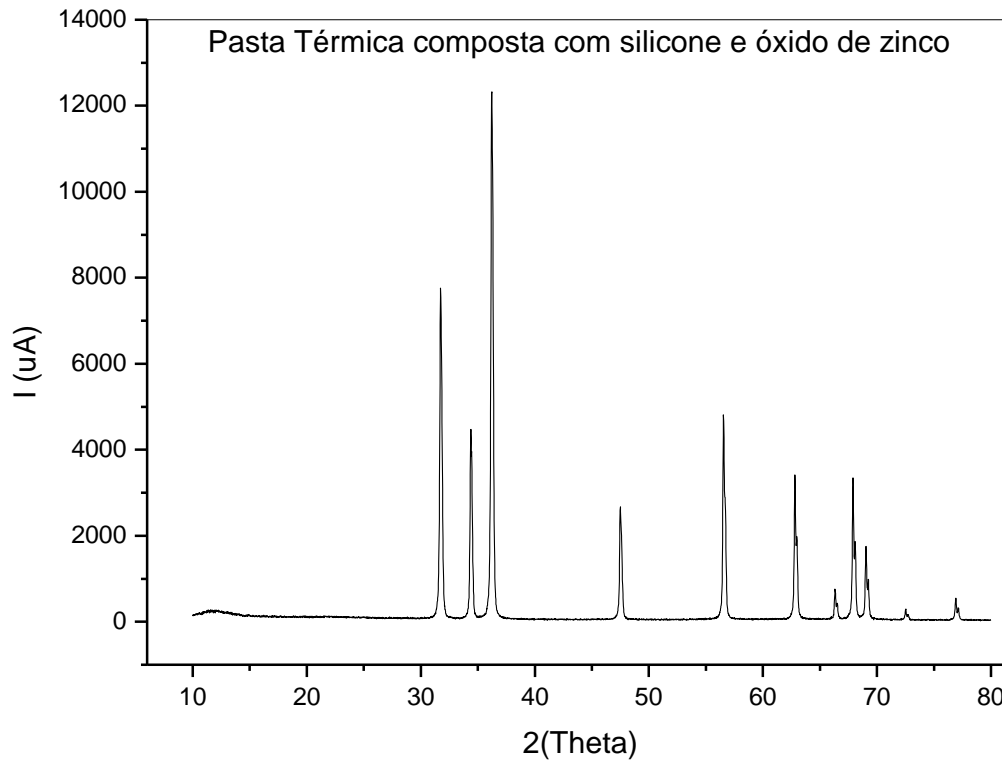
$\theta$  = O ângulo de incidência da radiação;

$n$  = É a chamado por ordem de difração, e é necessariamente um número inteiro;



**Figura D.1:** Interferencia a nível planar<sup>[4]</sup>.

A intensidade do feixe difratado depende do número atômico  $Z$  dos átomos que constituem os materiais, e são medidas por um contador do difratômetro. Os difatogramas obtidos apresentam gráficos da intensidade versus o ângulo de difração.



**Figura D.2:** Varredura de (10-80)<sup>o</sup>, passo de 0.2<sup>o</sup>. Imagem do difatograma da pasta térmica.

A composição orgânica para a pasta térmica encontrada foi dos materiais SiO e ZnO, silicone e óxido de zinco.

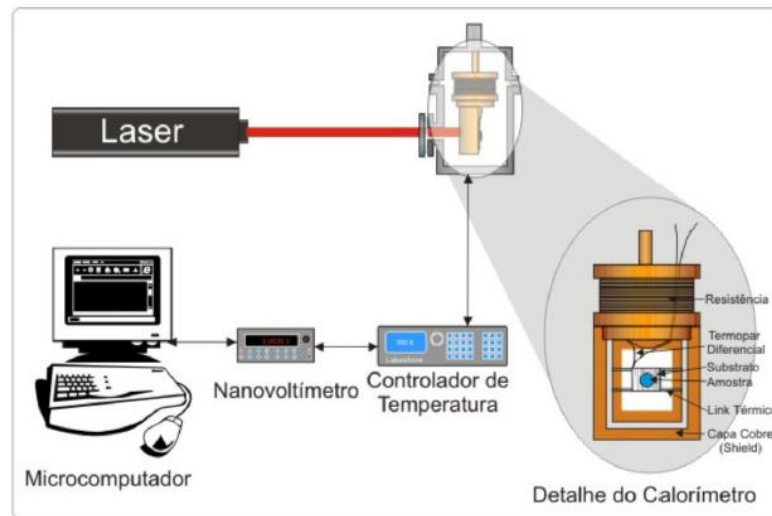
## ii) Calorímetro de Relaxação Térmica

O calor específico para a pasta térmica foi analisado via técnica de relaxação térmica com o auxílio do aluno de doutorado Rogerio Ribeiro Pezanini. As pasta térmicas são boas condutoras de calor, e seu calor específico esperado é da ordem dos metais<sup>iii</sup>.

As aquisições consistem basicamente em analisar as varreduras em função do tempo. A temperatura variou 26 K (300.15-326.15) K, após o fluxo de calor do laser de Diodo (Coherente modelo 31-50) incidir sobre o substrato de alumínio (de massa de 26.6 g e calor específico  $c=0.90$  J/gK), onde a pasta térmica é inserida. O local onde o substrato de alumínio é colado por três fios de cobre que estão presos a um reservatório

<sup>iii</sup> Ver tabelas 2.1 e 4.2

térmico <sup>[5]</sup>. A potência emitida pelo laser para aquecer o conjunto amostra substrato foi de 10 mW.



**Figura D.3:** Aparato experimental <sup>[6]</sup>.

A calorimetria de relaxação térmica é uma técnica não adiabática<sup>[7]</sup>. Parte da energia dada pela temperatura controlada pelo (lakeshore 340) é mandada ao substrato gerando calor ao sistema, acarretando assim uma diferença de temperatura entre a amostra e a base e a outra parte da energia é enviada para o ar e para pelos fios que sustentam o substrato. A potência total medida pelo sistema (reservatório térmico mais substrato) é:

$$P = C \frac{d\Delta\theta}{d\theta} + K_{efe}\Delta\theta \quad D.2$$

Sendo:

$P$  =Potência total absorvida;

$C$  = Capacidade Térmica do alumínio;

$K_{efe}$  = Condutância efetiva entre o substrato e os fios de cobre;

$\Delta\theta$  = Variação de Temperatura entre o substrato e o reservatório térmico;

Após a variação de temperatura o sistema ingressa em estado estacionário e a diferença de temperatura fica mais estável visto que a energia fornecida ao substrato é conduzida ao reservatório obtendo:

$$P = K_{efe}\Delta\theta_{max} \quad (D.3)$$

Obstruindo a incidência da fonte de luz, ou seja,  $P = 0$  e considerando apenas a energia acumulada pelo sistema  $E = C\Delta\theta$ , obtemos da equação (D.2) uma equação diferencial de primeira ordem:

$$\frac{d\Delta\theta}{d\theta} + \frac{K_{efe}\Delta\theta}{C} = 0 \quad (D.4)$$

Isolando os termos envolvendo  $\Delta\theta$  da equação (D.4), chegamos á uma solução envolvendo um termo exponencial:

$$\Delta\theta = \Delta\theta_{max}e^{-Ct/K_{efe}} \quad (D.5)$$

Chamando  $\frac{C}{K_{efe}} = \tau$  de constante de relaxação térmica.

A capacidade térmica do substrato é então determinada substituindo  $K_{efe}$  da equação (D.3) na equação (D.5)

$$C = \tau \frac{P}{\Delta\theta_{max}} \quad (D.6)$$

Quando a pasta térmica é fixada ao substrato a capacidade térmica e o tempo de relaxação do sistema se elevam. Então  $\Delta\theta_{max}$  e  $\tau$  do sistema são encontrados pela a curva de decaimento da temperatura. O calor específico da amostra pode ser determinado assim por:

$$c_s = \frac{C_{sistema} - C_{al}}{m_s} \quad (D.7)$$

$C_{sistema} = \tau_{sistema} \frac{P}{\Delta\theta_{sistema}}$ ,  $m_s$  é a massa da pasta térmica, que em nosso experimento foi de 11.g com imprecisão de 0.1mg, e  $c_s$  é o calor específico da pasta térmica. Repetimos as medidas três vezes, e o  $c_s$  médio encontrado para a pasta térmica foi de  $(0.810 \pm 0.084)$  J/gK.

## Referências Bibliográfica

[1]- Bonadio.T.G.M., *Estudos dos Compósitos TiO<sub>2</sub> Hidroxapatita e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Hidroxapatita: Comportamento Físico Mecânico, Estrutural e de Bioatividade*, 2011, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.

[2]- Weinard.W.R., *Hidroxapatita Natural Obtida Por Calcinação de Osso de Peixe e de sua Aplicação Na Produção de Materiais Compostos Cerâmicos Biocompatíveis*, 2009, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[3]- Kittel.C., *Introduction to Solid States Physics*, 1953, Ed. John Willey & Sons. London Chapman & Hall, Londres, Inglaterra, Vol.1, Cap.1.

[4]- Velasco.D.S., *Caracterização de Materias Luminescentes: Estudo de Blendas Poliméricas PC/ PMMA Dopadas Com Complexos de Terra Rara e Compósitos Compolímeros Acrílicos PEGDA/TEGDMA com nanoparticulas de ZnO*, 2010, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[5]- Pesarini.R.R., *Aplicação de Técnicas Fototérmicas Para o Estudo de Transição de Fase de Primeira Ordem da Liga NiTi*, 2011, Universidade Estadual de Maringá, Dissertação de Mestrado em Física.

[6]- Pedrochi.F., *Aplicação de Técnicas Fototérmicas no Estudo de Biomateriais*, 2008, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.

[7]- Silva.E.N, *Aplicação e Métodos Fototérmicos Para a Análise das propriedades Óticas e Térmicas de Polímeros Impregnados, Pastilhas Metálicas e Revestimentos Acrílicos*, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Tese de Doutorado em Física.



## Apêndice E

### **A Natureza da Luz**

A dualidade na natureza da luz, onda e partícula vem sendo estudada pela ciência há vários séculos. No <sup>[1-2]</sup> século XVII Christian Hungers demonstrou as leis de reflexão e da refração que explicava a natureza ondulatória da luz e que os fenômenos de dupla refração também poderiam ser compreendidos como efeitos ondulatórios, porém esta hipótese não foi aceita inicialmente por muitos cientistas, pois as ondas têm a faculdade de contornar e atravessar os corpos, o que acreditavam não acontecer com corpos opacos. Atualmente como range espectral da luz visível é conhecido (400-700) nm, sabe-se que as ondas podem deslocar seu ângulo de propagação ao contornar os corpos, produzindo os efeitos de interferência e de difração, explicadas no século XIV pelas experiências de Augustin Fresnel, Thomas Young e Leon Foucault, e o range espectral da luz visível pelo experimento do circuito elétrico oscilante que irradiava ondas eletromagnéticas de James Clerk Maxwell. Mas mesmo assim a natureza corpuscular da luz ainda não estava explicada, acontecendo apenas no século passado com o trabalho sobre a radiação do corpo negro de Maxwell Planck e a teoria dos efeitos Compton e Fotoelétrico de Albert Einstein.

Com este conhecimento diversas fontes de radiação foram desenvolvidas possibilitando um amplo range de estudos experimentais. O funcionamento básico de lâmpadas e de lasers de descargas a gás tem como fundamento o fato de que os átomos são excitados por descargas elétricas e ao voltarem no estado fundamental emitem uma frequência de  $f = \Delta E_n/h$ , sendo  $\Delta E_n$  a diferença de energia entre a energia dos estados excitados e fundamental, e  $h \cong 6.63 \cdot 10^{-34} \text{Js}$ , a constante de Planck.

### **Referências Bibliográficas**

[1]- Young. H.D., Freedman.R.A., Física 4-Ótica e Física Moderna, 2007, Ed. Pearson Addison Wesley, Nova Jersey, Estados Unidos da América, Vol.3, Cap.34,35,37,38,40,41.

[2]- Guimarães.F.B., Aplicações dos conceitos de Ótica Física e Geométrica e da Física Moderna Para Estudos Espectroscópicos, 2005, Universidade Estadual de Maringá, Trabalho de Conclusão de Curso, Física.