

### 3 Procedimento Experimental

No presente capítulo são tratados os aspectos relacionados ao estudo experimental proposto neste trabalho de pesquisa, como também a montagem da bancada experimental e a calibração do sensor.

O princípio que foi avaliado para o desenvolvimento deste trabalho e sua escolha foi baseado na simplicidade de *design* e instalação, assim como nas pesquisas feitas no laboratório de fibra óptica (LSFO/PUC-RIO), como a determinação de vazamentos em tanques jaquetados para o armazenamento de combustíveis (Rosas, 2003).

O estudo foi iniciado fazendo-se uma simulação do fenômeno físico escolhido, a refração de Fresnel, e observando-se o seu comportamento para obter dados de referência, como por exemplo a percentagem da refletividade, importante para a curva de calibração do sensor e base para os testes de CO<sub>2</sub>.

Posteriormente, foi montada uma bancada experimental formada por três sistemas de grande importância: sistema óptico, eletrônico e mecânico. Estes sistemas foram desenvolvidos simultaneamente, e com eles foi possível executar os testes para medir mudanças de fase do CO<sub>2</sub>. Os detalhes são apresentados em seções posteriores.

Finalizando este capítulo discutiremos a calibração e funcionamento das ferramentas utilizadas para as medições de temperatura e mudança de fase do CO<sub>2</sub>. Dentre essas ferramentas está o termopar tipo K, que é necessário para garantir os resultados obtidos na medição de temperatura e assim permitir que do sensor proposto possa medir com alto grau de exatidão as mudanças do índice refração do CO<sub>2</sub>.

#### 3.1. Princípio Físico: Reflexão e Refração da Luz

Quando uma substância muda de fase, há uma mudança do seu índice de refração, e assim é possível saber quando existe mudança de fase medindo a variação do índice de refração.

O princípio de Fresnel descreve o fenômeno de reflectividade, onde um feixe de luz é refletido e refratado ao passar por uma interface que separa os dois meios com diferentes índices de refração (ex: vidro/ar ou vidro/água).

Com este fenômeno pode-se calcular o índice de um meio se o índice de refração do outro meio e as intensidades emitidas e refletida do feixe forem conhecidos. Assim, torna-se uma técnica simples, flexível e de fácil determinação do índice de refração de uma substância.

Devido à experiência do LSFO, o meio de referência utilizado neste trabalho é a fibra óptica. As características e funcionalidades da fibra óptica foram apresentadas no capítulo anterior.

Para o caso de uma fibra óptica particular tipo monomodo, com a ponta “clivada”, ou seja, com um corte de  $90^\circ$  em relação ao eixo de propagação, é possível considerar que o feixe de luz refletido é resultado de um feixe de incidência normal, como é apresentado na figura 19.

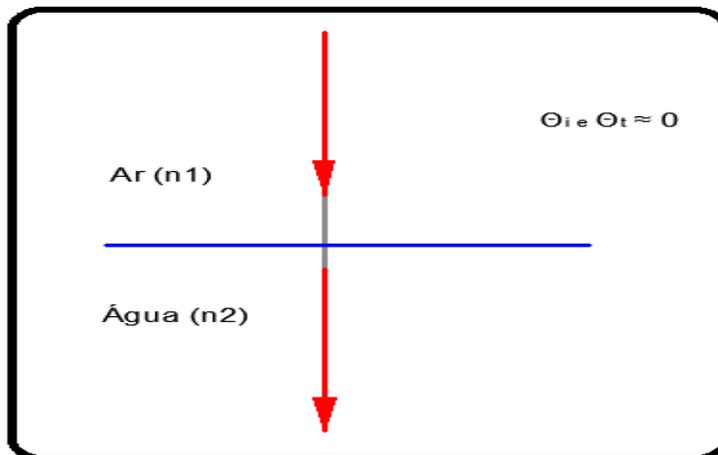


Figura 19 – Incidência normal de um feixe de luz.

Na figura 20 apresenta o diagrama de uma fibra óptica interagindo com o um meio líquido, onde a interface é fibra-substância,  $I_2$  é a intensidade incidente e  $I_R$  é a intensidade refletida.

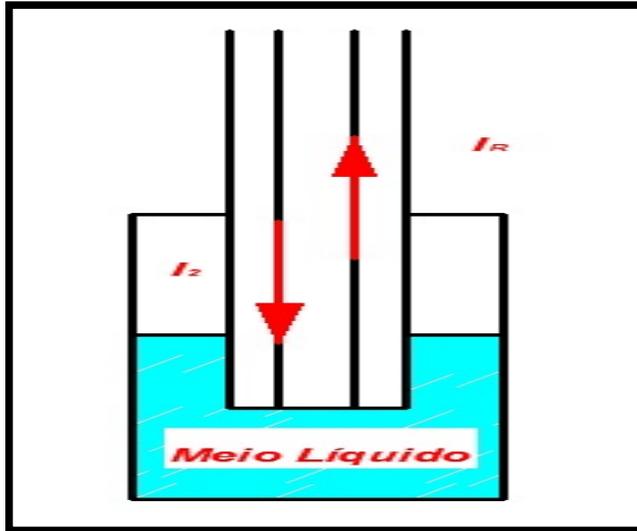


Figura 20 – Fibra óptica interagindo com um meio.

Este fenômeno pode ser expresso pela razão entre as intensidades refletida e incidente. Esta razão chamada de refletância está representada na equação (3.1), onde  $n_f$  é o índice de refração da fibra e  $n_s$  é o índice de refração da substância (Takenaka et al., 1999).

$$R = \frac{(n_s - n_f)^2}{(n_s + n_f)^2} \quad (3.1)$$

Esta equação se fundamenta na lei de Snell que consiste na razão entre o seno do ângulo de incidência ( $\theta_i$ ) e o seno do ângulo de refração ( $\theta_r$ ) ser constante e equivalente ao índice de refração relativo  $n_{21}$  para um dado comprimento de onda. A figura 21 apresenta este fenômeno físico e está representado pela equação (3.2), onde  $n_1$  e  $n_2$  representam os índices de refração de dois meios relacionados (Ex,  $n_1=ar$ ,  $n_2=água$ ).

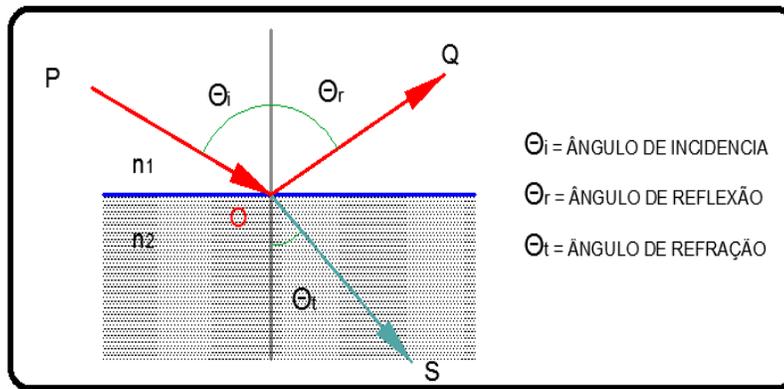


Figura 21 - Representação gráfica da lei de Snell.

$$\frac{\text{Sen}(\theta_i)}{\text{Sen}(\theta_t)} = n_{21} = \frac{n_2}{n_1} \quad (3.2)$$

A tabela 4 apresenta os dados obtidos da simulação feita usando como base a equação (3.1) mantendo fixo  $n_f = 1.462$  e representa o índice de refração da fibra óptica e  $n_s$  é variado com valores de 1 até 1.7 em intervalos de 0.1.

Tabela 4 Dados obtidos da simulação empregando a equação (3.2).

Índice de refração	Reflectância para ( $\epsilon = 0$ )
1	0,0350
1,1	0,0198
1,2	0,0096
1,3	0,0034
1,4	0,0004
1,5	0,0002
1,6	0,0021
1,7	0,0058

A figura 22 mostra os dados obtidos na tabela 4. Esta simulação foi realizada com os objetivos de observar e conferir o comportamento aproximadamente quadrático para valores próximos de zero, esperado pela teoria da refletividade. Outro objetivo foi calcular a percentagem de refletividade quando varia-se o índice de refração. Estas percentagens são apresentadas na tabela 5.

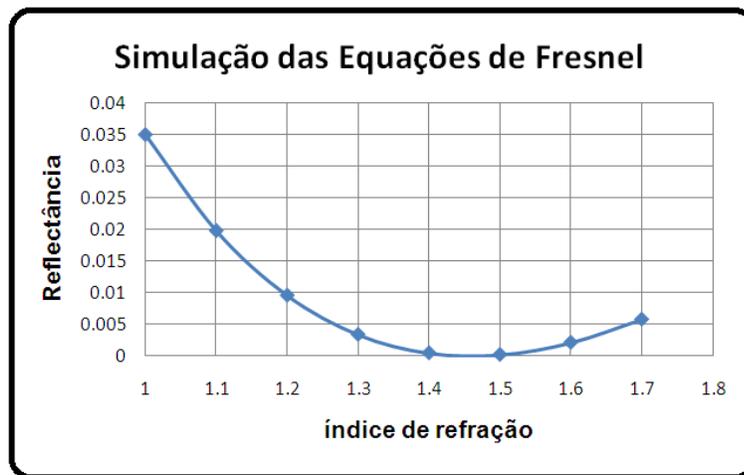


Figura 22 - Simulação da equação de Fresnel.

Tabela 5 Percentagem da Refletância.

Índice de refração	Percentagem
1	3,5
1,1	1,98
1,2	0,96
1,3	0,34
1,4	0,04
1,5	0,02
1,6	0,21
1,7	0,58

Na tabela 6 é mostrado os principais dados da fibra óptica tipo monomodo utilizado durante todos os testes.

Tabela 6 - descrição específica da fibra óptica usada no projeto.

Caracterização da fibra Óptica	
Tensão de Ruptura [GPa]	0,7
Índice de Refração do núcleo	1,46
Índice de Refração da casca	1,44
Ø Núcleo [µm]	9,43-9,46
Ø Casca [µm]	125-126
Ø Revestimento [µm]	245-249

### 3.2. Bancada Experimental

Para o desenvolvimento do teste experimental, que procura realizar as medições das mudanças de fase do CO<sub>2</sub>, foi preciso projetar e montar uma bancada experimental que consiste em três sistemas principais: o sistema óptico, sistema eletrônico e sistema mecânico como apresenta a figura 23.

O sistema óptico é constituído pelo refratômetro óptico. O sistema eletrônico compõe de duas placas de aquisição de dados (DAQ), um manômetro digital e um computador. E o sistema mecânico está composto por uma câmara de pressão projetada e desenhada para suportar os níveis de pressão necessários para o teste, uma garrafa de pressão com CO<sub>2</sub>, e um conjunto de acessórios como válvulas de entrada e alívio e tubulações que facilitam o transporte do CO<sub>2</sub>.

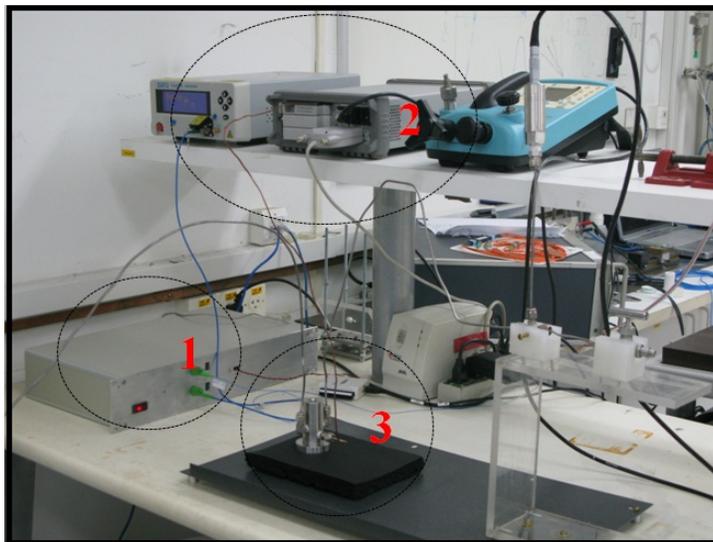


Figura 23 - Bancada Experimental e suas principais partes.

<b>Bancada Experimental</b>	{	1 Sistema Óptico (Refratômetro)
		2 Sistema Eletrônico (Aquisição de dados)
		3 Sistema Mecânico (Instalação e câmara)

### 3.2.1. Sistema Óptico

O sistema óptico fundamentalmente está composto pelo refratômetro óptico desenvolvido no Laboratório de sensores de fibra óptica (LSFO/PUC-Rio). Na figura 23 mostra o desenho esquemático do circuito óptico do refratômetro que é constituído por uma fonte de luz (ex: LED, LASER ou ASE), um acoplador óptico, dois fotodetectores e uma fibra óptica (sensor).

Este dispositivo permite detectar a luz refletida na interface da fibra com o meio no qual interage, para depois comparar com uma percentagem da luz emitida pela fonte usada como referência da potência total emitida.

No circuito óptico (figura 24), a fonte de luz contínua, no caso uma fonte ASE (Amplified Spontaneous Emission), emite certa intensidade de luz  $I_i$  que é conduzida a um acoplador óptico de duas entradas e duas saídas.

O acoplador divide o sinal de entrada em dois sinais de saída, um de potência  $I_1$  que atua como referência e a outra potencia  $I_2$  que é conduzida até o sensor que se encontra imerso no meio sob medida. É utilizado um atenuador para atenuar a potência  $I_1$  que chega ao fotodetector de referência para minimizar eventuais reflexões e manter o sinal elétrico de referência compatível com o sistema.

Na interface fibra-meio, a luz é refletida com uma intensidade  $I_R$ , segundo a equação 3.1, que retorna ao acoplador pelo sentido contrário, até ser detectada por um fotodetector que transformara a sinal óptico em elétrico. A relação entre o sinal refletido e o sinal de referência determina um valor proporcional ao índice de refração do meio a ser medido.

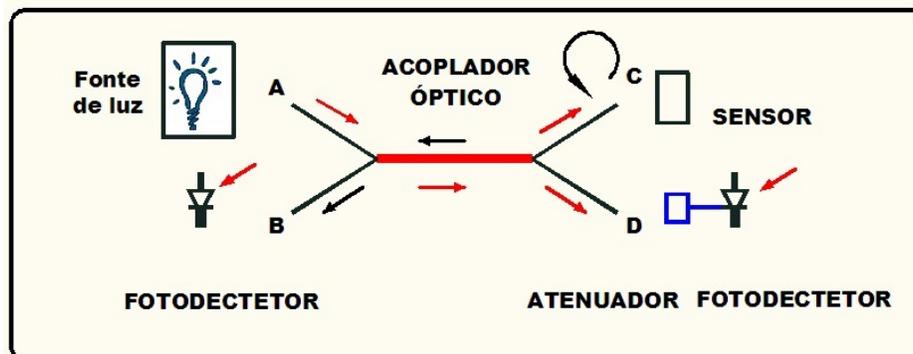


Figura 24 - Desenho esquemático do circuito óptico do Refratômetro.

Com o conhecimento do índice de refração da substância é possível obter propriedades características da substância como a densidade ( $\rho$ ). Esta densidade é relacionada ao índice de refração pela equação de Lorentz-Lorenz, representada na equação (3.3), onde  $n$  é o índice de refração da substância e  $A$  é um valor que depende da polarizabilidade da substância.

$$\frac{(n^2 - 1)}{(n^2 + 2)} \equiv A\rho \quad (3.3)$$

A figura 25 mostra o circuito optoeletrônico do refratômetro óptico montado numa caixa metálica perfeitamente isolada para evitar perdas e ruídos elétricos.

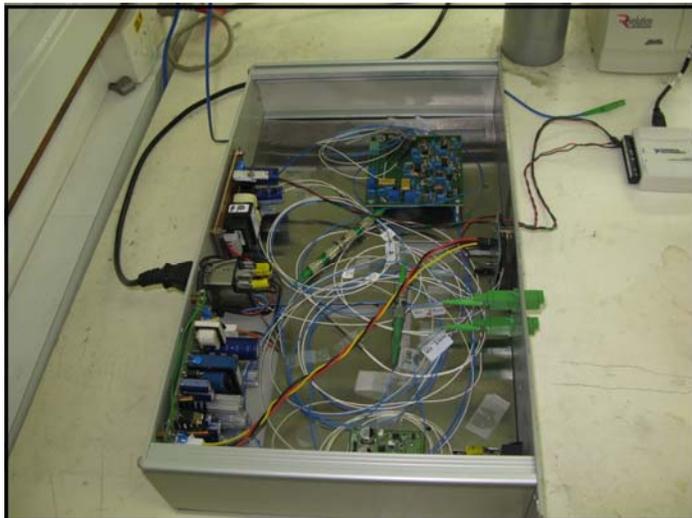


Figura 25 - Circuito óptico-eletrônico do refratômetro óptico.

### 3.2.2. Sistema Eletrônico

O sistema eletrônico da bancada experimental é formado por uma série de equipamentos necessários para adquirir grandezas como a temperatura, pressão e também sinais elétricos e armazenamento de dados.

Para a aquisição da temperatura que provém de um termopar tipo K (níquel – Alumínio) que atua em faixas de temperatura de  $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $1260\text{ }^{\circ}\text{C}$  e têm uma boa resistência à corrosão. A calibração foi feita no ITUC da PUC-RIO. Foi preciso utilizar um equipamento da Agilent modelo 34470A, que converte diretamente o sinal do termopar em temperatura, sendo possível assim, enviar o

dados de temperatura ao computador através de um cabo GPIB/USB. Os dados coletados pelo computador são armazenados em um arquivo com formato de texto pronto para ser analisado.

A figura 26 evidencia o equipamento 34479A e o manômetro digital (Druck) empregado para a medição e monitoração da pressão no teste, este equipamento é calibrado junto com o termopar no ITUC (Instituto Tecnológico PUC-RIO) e seus dados são adquiridos manualmente.

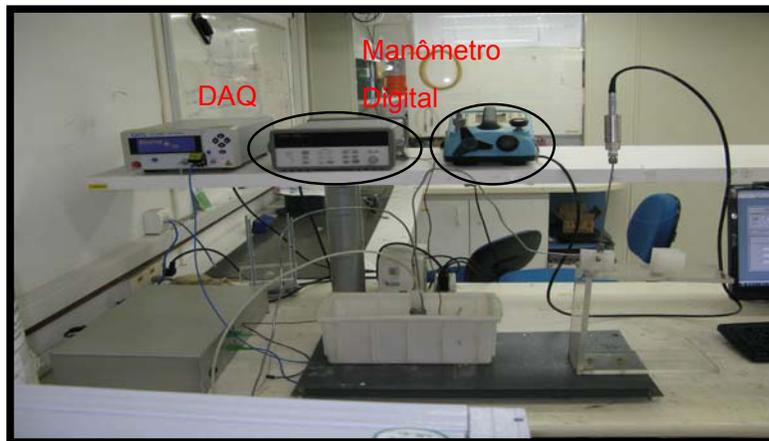


Figura 26 - Equipamentos para a medição de Temperatura e Pressão.

### 3.2.3. Sistema Mecânico

O sistema mecânico está constituído por uma câmara de pressão que é mostrada na figura 27. Esta câmara é feita de aço inox 316 projetada para suportar altas pressões, com facilidade de inserir o sensor óptico e o termopar tipo K.

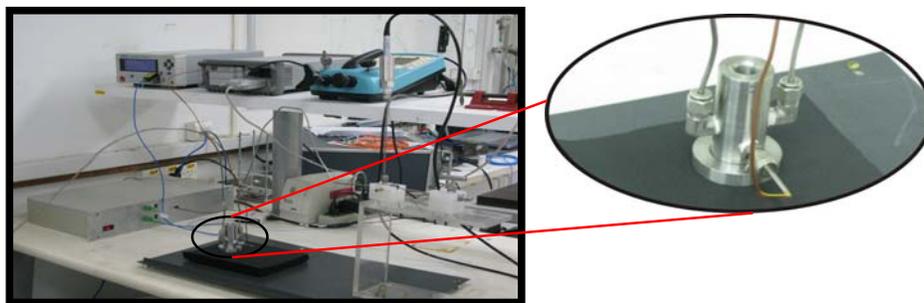


Figura 27 - Câmara de teste.

Para que o sensor pudesse suportar os testes de alta pressão e mudanças de temperatura foi preciso projetar um corpo ou penetrador para o sensor, figura 28. Esta peça foi desenvolvida de forma a ter um *design* simples, leve, e fácil acoplamento à câmara de pressão.

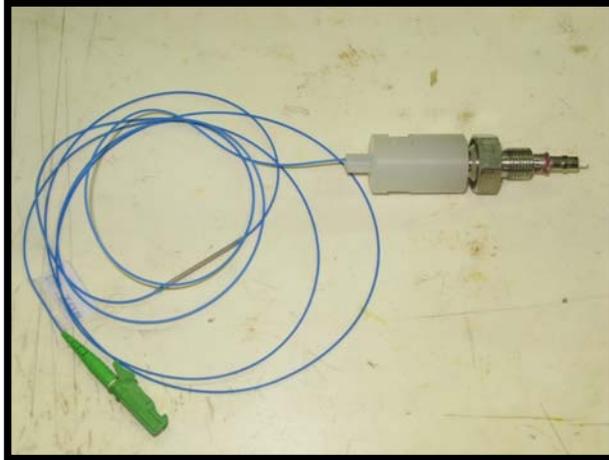


Figura 28 - Sensor óptico projetado com seu corpo.

Para completar a montagem do sistema mecânico torna-se necessário: uma garrafa de CO<sub>2</sub> pressurizado; tubulações de 1/8 polegadas para transportar o CO<sub>2</sub> desde a garrafa de pressão até a câmara de pressão e da câmara de pressão à purga; e duas válvulas, uma de fechamento e outra de alívio. O sistema mecânico é apresentado na figura 29.

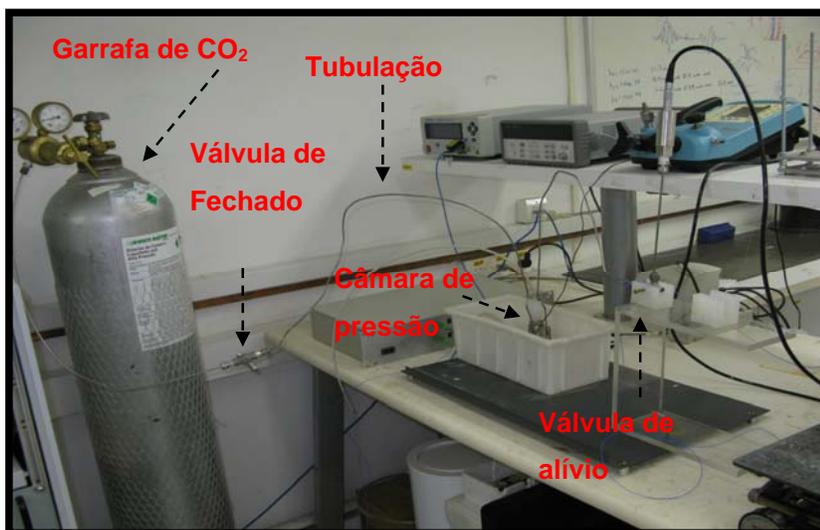


Figura 29 - Montagem do sistema Mecânico.

### 3.3. Calibração do Sensor

O estudo foi iniciado coletando-se algumas amostras de substâncias padrão com índice de refração conhecido de 1,26; 1,30; 1,40; com incerteza de  $\pm 0.002$  providenciadas por um laboratório nos Estados Unidos de origem orgânica.

Também foram utilizados líquidos com índice de refração conhecidos, como, água, álcool e ar. Para o caso do ar, as medições foram executadas a uma temperatura ambiente de 21 °C (CRC, 1997). A água utilizada foi água ionizada do Laboratório de Mecânica dos Fluídos da PUC-Rio com índice de refração de 1.33 (CRC,1975), e o álcool utilizado foi o etílico que apresenta índice de refração de 1.362.

Para garantir a utilização de líquidos padrões sem nenhum tipo de adulteração, estas substâncias foram coletadas em frascos especiais como mostra a figura 30.



Figura 30 - Amostras coletadas para a calibração.

Assim que foram adquiridas as substâncias padrão iniciou-se a calibração manual que consistiu em mergulhar o sensor em cada amostra padrão desde o menor índice de refração até o maior índice de refração (para o ar  $n=1$  e substância padrão  $n=1.40$ ) durante um período de tempo de 5 minutos e repetindo o mesmo procedimento 10 vezes.

O valor do índice de refração da mostra foi inserido manualmente ao computador, para isso foi preciso desenvolver um programa baseado na plataforma Labview 8.6 e cuja tela de controle aparece na figura 31.

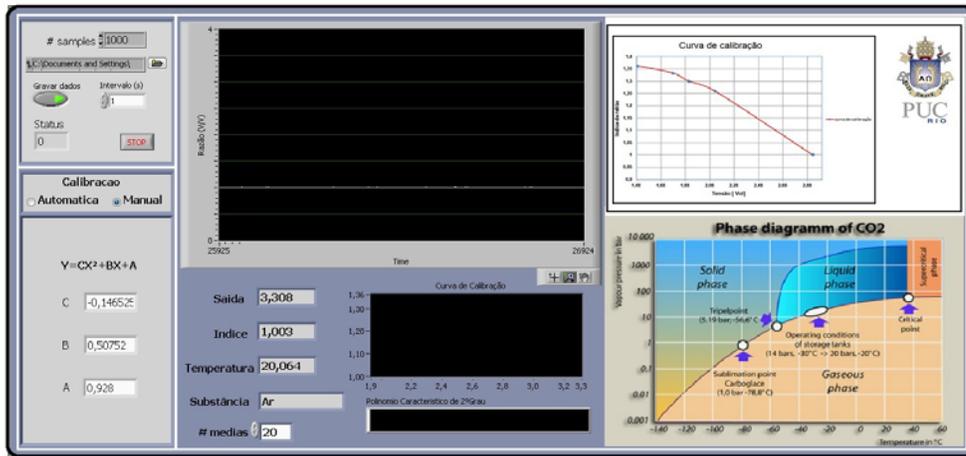


Figura 31 - Tela do programa desenvolvido para visualizar e coletar os dados recebidos do refratômetro.

O objetivo da calibração manual foi gerar uma curva de calibração com seus respectivos coeficientes para que possam ser utilizados nas calibrações automáticas quando não seja possível realizar a calibração manual, esta curva foi levantada com o procedimento anteriormente descrito e apresentada na figura 32.

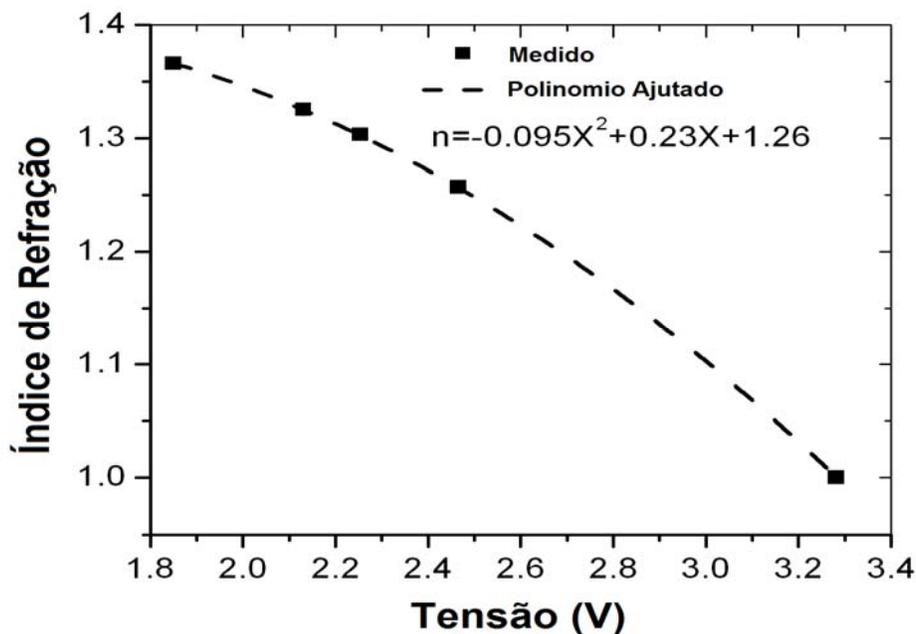


Figura 32 - Curva de calibração do sensor de CO<sub>2</sub>.

O objetivo das calibrações, tanto manual como automática, é garantir que quando se realizem os testes com CO<sub>2</sub> o valor obtido possua uma boa exatidão.

A figura 33 apresenta a montagem para obter a curva de calibração do sensor utilizando as substâncias padrão.

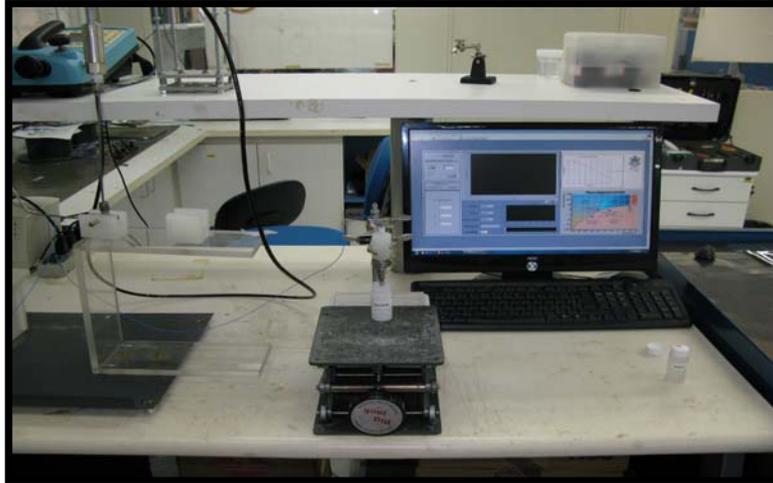


Figura 33 - Montagem feita para calibrar o sensor.

Para fazer os testes e apresentar os resultados do capítulo 4 foi preciso das montagens e da calibração dos equipamentos necessários para garantir que os resultados tenham uma boa exatidão.