4 Resultados

Apresentam-se neste capítulo os resultados obtidos no ensaio para verificar a mudança de fase do CO₂ e na medição do índice de refração, utilizando como ferramenta de medição um refratômetro óptico. Para avaliar o desempenho do refratômetro, na detecção das mudanças de fases líquida e gasosa do CO₂ foi levada em consideração a variação do índice de refração mediante controle das grandezas físicas temperatura e pressão.

Variando a temperatura e pressão dentro de faixa determinada, (temperatura (20 °C a -40 °C) e pressão (100 kPa a 5600 kPa)) é possível mudar o estado termodinâmico do CO_2 de gasoso para líquido e vice-versa. Para visualizar essas mudanças utiliza-se o diagrama de fase do CO_2 e o diagrama (T-v, temperatura *versus* volume específico), onde são mostradas passo a passo as mudanças de fase ocorridas. Também foi utilizada a equação de Lorentz-Lorenz para conferir os resultados do índice de refração experimentais com aqueles previstos teoricamente.

4.1. Ensaios Preliminares-Caracterização do Sistema

Apresenta-se na figura 34 um esquema da montagem experimental utilizado, para estudar o comportamento termodinâmico do CO_2 . As partes principais do sistema descrito na figura 33 foram descritos no capítulo anterior, e T1 é a temperatura no interior da câmara de pressão e T2 é a temperatura no banho de álcool e CO_2 sólido (gelo seco). A pressão P1 representa a pressão da câmara de teste medida em bar.

Os testes preliminares foram realizados para entender o comportamento do sistema projetado e implementado para observar a mudança de fase do CO₂, de gás para líquido. Eles, consistiram em elevar a pressão da câmara até uma pressão de 4000 kPa., para em seguida diminuir a temperatura à -40 °C em banho composto por álcool e gelo seco em seguida aquecer lentamente.

Na figura 35 são mostrados os quatro estados termodinâmicos obtidos no teste num período de tempo de 7 horas. Este teste é dividido em duas etapas

com períodos de tempo de 2 horas e meia para a primeira etapa e 4 horas e meia para a segunda etapa, respectivamente.

A primeira etapa foi de resfriamento, e consistiu em diminuir progressivamente a temperatura da câmara de teste de uma temperatura ambiente de 20 °C à temperatura de -40 °C, obtendo três estados termodinâmicos (três pontos) como indica a figura 35, na segunda fase se realiza um aquecimento lento até uma temperatura de.19 °C e a pressão de 5600 kPa estado quatro (ponto quatro).





Na figura 36 é apresentada em detalhe a primeira etapa de resfriamento do teste e seus três estados termodinâmicos. É possível observar que no primeiro estado inicia-se a medição na temperatura ambiente e pressão de 4000 kPa e se diminui progressivamente a temperatura, até entrar a zona de transição (linha de saturação líquido gasoso) onde ocorre uma forte variação do índice de refração. Para sair da zona de flutuações e passar para a fase líquida a pressão é elevada abrindo-se a válvula 1 e permitindo o fluxo de CO₂ para dentro da câmara.

O ponto 2 se encontra numa temperatura de -20 °C e pressão de 5600 kPa neste ponto as flutuações desaparecem e o CO_2 se encontra em fase líquida. No ponto 3 se atinge uma temperatura de -40 °C e se mantem a pressão de 5600 kPa, o estado 3 também se encontra em fase líquida.



Figura 35 - Gráfico variação da Temperatura e Índice de Refração *vs* Tempo para um período de 7 horas mostrando os estados termodinâmicos indicados pelos números 1, 2 e 3.

A figura 36 também mostra a estabilidade do sensor nas fases bem definidas, pontos 1,2 e 3, ponto 1 antes da flutuação e nos pontos 2,3 depois da flutuação.



Figura 36 - Visualização dos três estados termodinâmicos para Temperatura vs Tempo e conseqüente alteração do índice de refração.

A figura 37 apresenta a segunda etapa deste primeiro teste que consiste em aquecer lentamente o CO_2 (troca de calor com o meio) e a pressão de 5600 kPa num período de tempo de quatro horas e meia. Como se observa, os pontos 3 e 4 da figura 37, ficam em fase líquida. Também se observa que no ponto 3 a temperatura da câmara é baixa e a medida que a temperatura aumenta o índice de refração diminui de forma lenta. No ponto 4, a câmara é despressurizada e ocorre a mudança de fase líquida para gasosa. Na figura 38 é mostrada a trajetória dos quatro estados termodinâmicos obtidos no teste no diagrama de fase do CO_2 onde os pontos 2,3,4 se encontram em fase líquida e o ponto 1 em fase gasosa.



Figura 37 - Gráfico variação do Índice de Refração, Temperatura *vs* Tempo para um período de quatro horas e meia.



Figura 38 - Gráfico no diagrama de fase do CO₂ com seus estados termodinâmicos para um teste de 7 horas.

Na figura 39 são apresentados os quatro estados termodinâmicos do teste no diagrama T-v com seus respectivos valores de temperatura e volume específico.



Figura 39 - Gráfico Temperatura *vs* volume específico do CO₂ com seus respectivos estados termodinâmicos.

Em conclusão os resultados obtidos no teste mostram que para fases bem definidas, líquida e gasosa a detecção do índice de refração confiável. O problema acontece quando o resfriamento é dado de um modo não controlado. Este teste serve de base para testes posteriores, já que quando não se controla gradualmente a temperatura ocorre uma mudança brusca do índice de refração, na zona de transição.

4.2. Resultados Experimentais

Nesta seção são apresentados os resultados experimentais de estabilidade e repetividade do sistema para estudar a mudança de fase do CO_2 . Resultados experimentais são obtidos resfriando CO_2 na faixa de temperatura de (20 °C a - 40 °C) e a pressões de 100 kPa a 5600 kPa,onde 5600 kPa é a pressão do cilindro comercial do CO_2 . O volume total do sistema de teste, não incluindo o cilindro comercial de CO_2 , é 0.017646 m³, e o volume da câmara de teste é 0.013102 m³ que representa o 74.25% do volume total.

4.2.1.

Procedimento experimental para o teste de estabilidade

As etapas do procedimento experimental que descrevem o teste de estabilidade são apresentadas a seguir:

1 Inicia-se com a temperatura $T_1 = 289$ K e pressão $P_1 = 100$ kPa com Válvula 1 (Val₁) e Válvula 2 (Val₂) (Figura 4.1) abertas para purga, volume específico (v₁) de 0,543 m³/Kg, ponto 1.

2 Resfria-se até a temperatura $T_2 = 233K$ e pressão $P_2 = 100$ kPa com válvula 1 (Val₁) aberta e válvula 2 (Val₂) fechada, volume específico (v₂) de 0.4352 m³/Kg, ponto 2.

3 A temperatura T₃=233 K é mantida constante e atinge-se uma pressão P₃=5600 kPa, pressão do cilindro de CO₂, a válvula 1 (Val₁) é fechada, o volume específico (v3) de 0.0008853 m³/Kg, ponto 3.

4 A câmara á aquecida até a temperatura T_4 =291 K e pressão P_4 =5500 kPa com válvula 1 (Val₁) e válvula 2 (Val₂) fechadas, volume específico (v₄) de 0.0012 m³/Kg, ponto 4.

5 Finalmente, despressuriza-se a câmara a temperatura T₁=291 K e se atinge a pressão P₁=100 kPa com válvula 1 (Val₁) fechada e válvula 2 (Val₂) aberta volume específico (v_5) de 0,5468 m³/Kg ponto 5.

Na figura 40 é apresentada a repetitividade e estabilidade do teste para dois ciclos num período de tempo de 52 horas. Também pode-se observar o comportamento do índice de refração quando a temperatura da câmara de teste aumenta lentamente ao longo do tempo a temperatura ambiente e seguidamente a despressurização. Cada ciclo é composto por 5 estados termodinâmicos e cada um deles é determinado por temperatura e pressão específicos.



Figura 40 - Gráfico de estabilidade da detecção da mudança de fase do CO₂ variando a Temperatura *v*s Tempo e monitorando-se o índice de refração.

Na figura 41 observa-se o comportamento da pressão e temperatura no período de 0 a 21 horas. Com aumento da pressão e diminuição da temperatura no início do ensaio, para logo aquecer lentamente, (troca de calor com o meio) a pressão quase constante depois de fechar o cilindro de CO₂ ponto 3 (figura 40).

A estabilidade da pressão é devida a vazamento no sistema por a causa das condições de temperatura e pressão. Este vazamento produz uma diminuição da massa e um aumento do volume específico ao longo do ensaio como se pode observar no ponto 4 do diagrama T-v mostrado na figura 45.



Figura 41 - Gráfico variação da Pressão, Temperatura vs Tempo.

A figura 42 apresenta o detalhe da figura 41 para um intervalo de tempo de 0 a 0.6 horas onde são mostrados o comportamento da pressão e temperatura, ao início do teste, a temperatura.

No ponto 1 a temperatura é de 18 °C e a pressão de 100 kPa, no ponto 2, se diminui a temperatura à -40 °C, aumenta-se a pressão a 5600 kPa, fechando a válvula 2 e mantendo aberto o cilindro de CO_2 até que atingir a pressão do cilindro, no interior da câmara, para logo fechar a válvula 1 e o cilindro de CO_2 ponto 3.

É possível observar que aumentando a pressão existe aumento da temperatura para em seguida estabilizar-se. No próximo passo, o CO₂, é aquecido lentamente em período de 20 horas, atingindo a temperatura de 18 °C, ponto 4, e finaliza-se despressurizando a 100 kPa e a uma temperatura de 20 °C ponto 5.



Figura 42 - Visualização dos cinco estados termodinâmicos na gráfica Pressão e Temperatura.

A figura 43 apresenta um detalhe da figura 39 no intervalo de 0.6 horas, nele é possível observar a diminuição da temperatura no ponto 1 ao ponto 2 e o aumento do índice de refração no ponto 3.



Figura 43 - Visualização dos cinco estados termodinâmicos no gráfico Índice de Refração e Temperatura.

Na figura 44 é mostrada a trajetória dos cinco estados termodinâmicos obtidos no teste no diagrama de fase do CO₂, para um intervalo de tempo 21 horas. Onde os pontos 1,2,5 se encontram em fase gasosa e o ponto 3 e 4 em fase líquida.



Diagrama de Fase de CO₂

Figura 44 - Gráfico no diagrama de fase do CO₂ com seus estados termodinâmicos.

Na figura 45. Mostram os cinco estados termodinâmicos do teste no diagrama T-v com seus respectivos valores de temperatura e volume específico.



Figura 45 - Gráfico Temperatura *vs* volume específico do CO₂ com seus respectivos estados termodinâmicos atingidos durante o teste.

4.3. Repetitividade

Os ensaios apresentados nessa seção foram realizados com o objetivo de avaliar a repetitividade do sistema usando os mesmos parâmetros no teste anterior, faixas de temperatura e pressão, para um intervalo de tempo de 18 horas. Na figura 46 apresenta o comportamento do índice de refração e da temperatura no período de 0 a 18 horas. Com aumento da pressão e diminuição da temperatura no início do ensaio, para logo aquecer lentamente, (troca de calor com o meio) a uma pressão quase constante ao longo do ensaio e finalizar despressurizando. É possível observar que o comportamento do índice de refração e da temperatura deste teste segue a mesma tendência observada nos resultados apresentados na figura 40 durante o teste de 52 horas.



Figura 46 - Gráfico variação do Índice de Refração, Temperatura *vs* Tempo para um período de 18 horas.

A figura 47 refere-se à análise do comportamento do índice de refração em função da pressão e temperatura, O gráfico em 3D é resultado do monitoramento por 18 horas, nele se pode observar a forte influência da pressão e temperatura na variação do índice de refração e consequêntemente na mudança de fase de estado gasoso pontos (1,2,5) e estado liquido pontos (3,4) também são apresentados cinco estados termodinâmicos que dependem da temperatura e pressão.



Figura 47 - Visualização em 3D da Pressão, Temperatura e índice de Refração para um período de 18 horas.

Na figura 48 mostra a localização dos cinco estados termodinâmicos a determinadas temperaturas e pressões, no diagrama de fase do CO₂ para um intervalo de tempo de 18 horas.



Diagrama de Fase de CO₂

termodinâmicos para um teste de 18 horas.

A figura 49 mostra os cinco estados termodinâmicos do teste e sua localização no diagrama T-v com seus respectivos valores de temperatura e volume específico.



Figura 49 - Gráfico Temperatura *vs* volume específico do CO₂ com seus respectivos estados termodinâmicos.

Por fim, apresentada avaliação dos resultados experimentais do índice de refração obtidos no teste de 18 horas mediante a comparação com os resultados teóricos obtidos através da equação de Lorentz-Lorenz (4.1), onde *A*, consiste de valor aproximado que é relacionado com a polarizabilidade da substância e ρ representa a viscosidade da substância.

$$\left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2}\right) = A\rho \tag{4.1}$$

$$n^2 - 1 = (n^2 + 2) * A\rho \tag{4.2}$$

$$n = \sqrt{\frac{2A\rho + 1}{1 - A\rho}} \tag{4.3}$$

Onde $A_{CO_2} = 1.42 * 10^{-4} m^3 kg^{-1}$, os valores da densidade (ρ_{CO_2}) para cada estado apresentado são obtidos do diagrama T-v do gráfico 48 através do volume específico $v = \frac{1}{\rho}$, apresentado os seguintes valores:

estado 1 (ρ 1)=1.842 Kg/m³, estado 2 (ρ 2)= 2.298 kg/m³, estado 3 (ρ 3)= 1130 Kg/m³, estado 4 (ρ4)= 796.8Kg/m³, estado 5 (ρ5)= 1.829 Kg/m³.

A tabela 4.1 apresenta os valores calculados pela equação de Lorentz-Lorenz e os obtidos experimentalmente para os cinco estados termodinâmicos do teste.

Tabela 7 - apresenta os resultados obtidos pela equação Lorentz-Lorenz e os obtidos experimentalmente.

Estado Termodinamico	ACO ₂	Densidade [Kg/m^3]	Índice de Refração Teórico	Índice de Refração Experimental	Erro %
Ponto 1	1.42E-04	1.842	1.0004	1.002	0.160
Ponto 2	1.42E-04	2.298	1.0005	1.005	0.449
Ponto 3	1.42E-04	1130	1.2543	1.291	2.839
Ponto 4	1.42E-04	796.8	1.1759	1.203	2.253
Ponto 5	1.42E-04	1.829	1.0004	1.003	0.260

Na figura 50 são plotados os dados experimentais obtidos no teste e os dados teóricos obtidos pala equação de Lorentz-Lorenz apresentados na tabela 4.1, para os cinco estados termodinâmicos, onde é possível observar que a diferença entre os valores experimentais e teóricos aumenta com o aumento da densidade do CO₂. Esse desvio pode ser justificado por causa da variação da polarizabilidade do CO₂ com a alteração de sua fase de gás para líquido uma vez que os cálculos teóricos não levam em consideração esse efeito de qualquer maneira os resultados são muito parecidos demonstrando a compreensão do funcionamento do dispositivo sensor à fibra óptica.



Figura 50 - Gráfico Densidade vs Índice de Refração do CO_2 com seus respectivos estados termodinâmicos.