DESENVOLVIMENTO DE INSTRUMENTAÇÃO PARA AVALIAÇÃO DOS PROCESSOS DE DIFUSÃO DE GASES EM BIOPOLÍMEROS/MATERIAIS SÓLIDOS UTILIZANDO TÉCNICAS FOTOTÉRMICAS – FASE II

Rafael de Assis Gracioli (PIBIC/CNPq/FA/UEM),
Jurandir Hillmann Rohling (Orientador), e-mail: jhrohling@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas/Maringá, PR.

Área: 10500006 - Física
Subárea: 10507000 - Física da Matéria Condensada

Palavras-chave: instrumentação, difusão, PDS.

Resumo:

Neste trabalho realizamos a montagem, automação e validação da técnica de Espectrometria de Deflexão Fototérmica (EDF), a qual será utilizada para a determinação da composição de misturas binárias gasosas. Este é o primeiro e fundamental passo para que possamos determinar, num futuro próximo, o coeficiente binário de difusão para misturas gasosas e na sequência estudar o processo de difusão de gases em biopolímeros e/ou materiais sólidos. Para a validação da EDF, dois gases foram utilizados, o Nitrogênio (N_2) e o Dióxido de Carbono (CO_2) injetados em diferentes concentrações entre si, com o objetivo principal de ser possível determinar a concentração da mistura apenas com base no valor da amplitude a uma frequência de oscilação fixa do modulador. Com o intuito de analisar melhor a curva das amplitudes do sinal e obter um valor ainda mais preciso, foi feita a conferência dos controladores de fluxo de gás, para que seu desvio padrão também possa ser futuramente considerado nos cálculos.

Introdução

O objetivo principal do projeto era de projetar e fabricar uma célula de Loschmidt modificada, para estudar o processo de difusão de gases em biopolímeros e/ou materiais sólidos. A necessidade da fabricação desta célula, ocorre devido a inexistência de equipamentos comerciais para a determinação do coeficiente efetivo de difusão de gases, nestes materiais. Entretanto, primeiramente foi necessário realizar a montagem, automação e validação da técnica de Espectrometria de Deflexão Fototérmica (EDF), a qual será utilizada para a determinação da composição de misturas binárias gasosas e na sequência estudar o processo de difusão de gases nas amostras acima citadas. A técnica EDF foi montada utilizando equipamentos previamente adquiridos e/ou disponíveis no Grupo de Estudos dos Fenômenos Fototérmicos do Departamento de Física desta Universidade (GEFF/DFI-UEM).

O foco na reta final deste projeto, até onde se pode desenvolver sem o empecilho da pandemia foi a averiguação dos valores de volume de injeção dos controladores de fluxo utilizados, com a intenção de utilizar os desvios para uma melhor análise dos dados de amplitude.

Materiais e métodos

O arranjo experimental, que pode ser observado na figura 1, foi realizado utilizando diversos componentes ópticos, na disposição que pode ser observada abaixo.

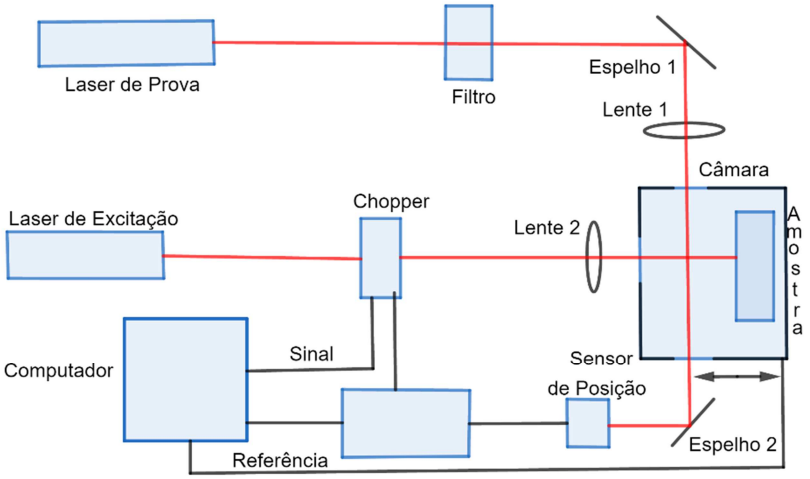

Figura 1: Arranjo experimental da técnica EDF

O sistema foi alinhado de tal forma que o feixe de prova, focado, passa paralelamente e próximo a superfície da amostra alvo, na sequência ele é desviado pelo espelho 2 e atinge o centro do sensor de posição. Em seguida, o feixe de excitação, que passa por um modulador óptico mecânico “chopper” e por uma lente, é alinhado para atingir a superfície da amostra, na direção normal a esta, cruzando o feixe de prova perpendicularmente e no centro deste. A amostra alvo foi colocada em uma câmara selada, possuindo três janelas ópticas, a qual pode ser preenchida por gases, tendo assim sua atmosfera controlada. A câmara foi posicionada sobre o translador, podemos assim variar a distância entre a superfície da amostra alvo e o feixe de prova, assim como já foi definido na fase I.

Os experimentos foram realizados variando-se a distância entre o feixe de prova e a amostra alvo, de 0 a 250 µm, para diferentes frequências de modulação do feixe de excitação, de 100 a 200Hz e para diferentes concentrações de Dióxido de Carbono e Nitrogênio simultaneamente.

Por fim, para ter uma confiança maior nos dados coletados, foi injetado através de uma mangueira durante o tempo necessário para se injetar 1000ml de gás a cada valor utilizado de injeção, dentro de um béquer com escala volumétrica disposto de cabeça para baixo cheio de água dentro

de um recipiente também cheio de água para ser observado a que valor de volume de gás seria lido, para cada um dos gases

Resultados e Discussão

O objetivo do projeto era de poder determinar qual seria a concentração da mistura somente com base na amplitude do sinal coletada, com base nisto, a figura abaixo apresenta cinco curvas características da amplitude do sinal de EDF em função do incremento (x') da distância entre o feixe de prova e a superfície da amostra alvo (x_0). O que pode ser observado na figura é que a curva que possui 0% de CO_2, ou seja, apenas N2, se encontra mais acima das demais como era de se esperar uma vez que sua difusividade térmica é maior que a CO_2, porém para as demais misturas inclusive para a de 100% CO_2, as curvas se encontram praticamente umas sobre as outras.

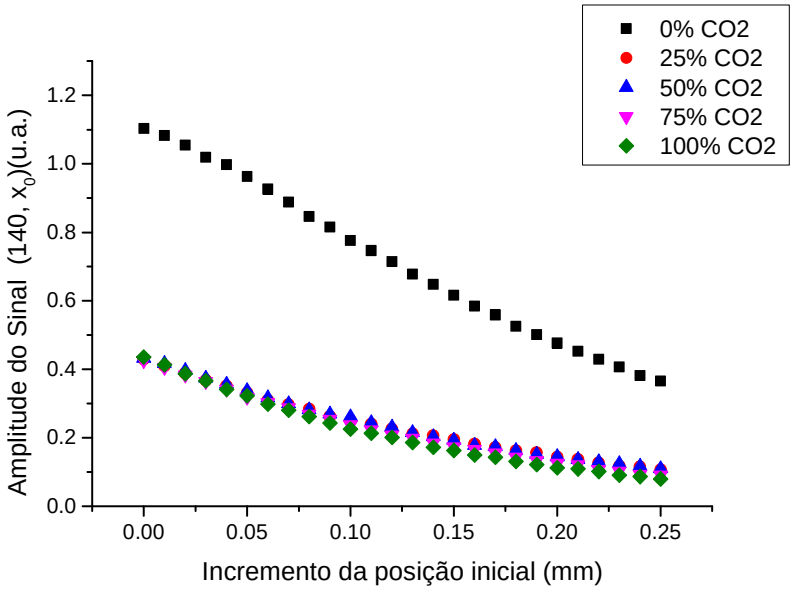

Figura 29. Amplitudes dos sinais de EDF em função de x'. Os dados em preto são para o Dióxido de Carbono e em vermelho para o nitrogênio, ambos para frequência de excitação de 138 Hz.

Como pode ser observado não foi obtido o resultado esperado apesar de toda desmontagem e remontagem do sistema e várias repetições do procedimento. Devido à coleta de dados não muito satisfatórios, foi feito a parte um programa para a conferência dos fluxos dos controladores, encontrando os dados presentes nas tabelas abaixo.

Tabela 1. Dados de volume coletados dos Controladores de Fluxo.

CO_2				
Medida	**25ml/min**	**50ml/min**	**75ml/min**	**100ml/min**
1	1100	1050	1050	1050
2	1050	1150	1150	1100
3	1200	1150	1200	1150
4	1150	1100	1150	1150
5	1100	1100	1150	1150
6	1150	1150	1100	1100
-	-	-	-	-
Média	1125	1125	1141,7	1116,7
Desvio Padrão	52,4	41,8	37,64	40,82

N_2				
Medida	**25ml/min**	**50ml/min**	**75ml/min**	**100ml/min**
1	1000	850	900	800
2	1000	1000	1000	900
3	900	950	1000	1000
4	950	1000	950	1000
5	850	850	950	950
6	850	900	950	950
-	-	-	-	-
Média	925	925	958,33	933,33
Desvio Padrão	68,9	68,9	37,63	75,272

Como pode se observar há uma certa defasagem nos volumes injetados, de forma que N_2 é levemente mais injetado em relação ao CO_2, portanto não é possível confiar na total veracidade da concentração dentro da câmara.

Conclusão

A técnica de EDF foi satisfatoriamente montada e automatizada, porém, para a análise segundo as concentrações intermediárias da mistura gasosa, não nos retornou um resultado satisfatório. Os motivos para este resultado, podem ser devido à má calibração dos controladores e à alta sensibilidade do sistema a perturbações externas, sendo que mínimas vibrações na edificação do laboratório causam variações enormes no valor da amplitude do sinal. Infelizmente, devido à pandemia do Covid-19, não foi possível a recalibração dos controladores e muito menos uma tentativa de diminuição do ruído na leitura do sinal recebido pelo programa.

Agradecimentos

Agradecemos o CNPq e à Fundação Araucária pelo apoio financeiro.

Referências

[1] J. H. Rohling, J. Shen, J. Zhou, C. E. Gu. Probe Beam Size effect on the measurement of the distance between the probe beam and the sample in photothermal deflection. OPTICS LETTERS / Vol. 31, No. 1 / January 1, 2006.
[2] J. H. Rohling, J. Shen, C. Wang J. Zhou, C. E. Gu. Determination of binary diffusion coefficients of gases using phototermal deflection technique. Applied Physics B 87, 355-362 (2007).
[3] J Shen, A. Mandelis, T. Ashe. Int. J. thermophys. 19, 579 (1998).
[4] S. E. Bialkowski, Photothermal Spectroscopy Methods for Chemical Analysis (wiley, 1996).