

Desenvolvimento de equipamento de análise de baixo custo visando aplicação em pesquisa básica ou ensino

GUSTAVO RICHIERI MENEZES

Instituto Data Brasil de Educação Profissional – São Paulo – SP – Brasil
grmlip@yahoo.com.br

LEONARDO FROIS HERNANDEZ

Escola Politécnica – Universidade de São Paulo – São Paulo – SP – Brasil
lfh@fatecsp.br

MARIA LÚCIA PEREIRA DA SILVA

Faculdade de Tecnologia de São Paulo – São Paulo – SP – Brasil
malu@lsi.usp.br

Resumo – O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de um equipamento eletrônico de baixo custo para ensino de engenharia e química. O uso de equipamentos de análise não é comum no ensino de química, uma vez que estes são de uso industrial. Foi foco deste trabalho o desenvolvimento de metodologia para contagem de pulsos e equipamento eletrônico que resultasse em grande precisão e reprodutibilidade, porém a baixo custo. O equipamento foi construído utilizando-se materiais comuns em eletrônica e uma programação específica foi desenvolvida para conversão e informação dos valores medidos. Uma cela detecção foi concebida para testes como alternativa de baixo custo em relação às convencionais. Comparações de desempenho foram realizadas, onde se verificou variação máxima de 4Hz em 10MHz, mostrando aplicabilidade adequada a instituições de ensino em química ou mesmo pesquisa básica.

Palavras-chave: equipamento de análise química, contadores e freqüencímetros, cristais piezelétricos de quartzo, Microbalança de Quartzo.

Abstract – The aim of this work is the development of low cost equipment for using in engineering and chemistry teaching. The use of equipment for analysis is not common in Chemistry teaching, which almost all of them is projected for the industry purposes. It was developed methodology form pulses counting and electronic equipment, which resulted in high precision and reproducibility. Common materials were used to manufacture it, and a specific program was developed. A new detection cell was done for tests as a low cost alternative if compared with the traditional ones. Performance comparison was carried out and it showed maximum variation of 4Hz at 10MHz, that indicates adequate reproducibility and feasibility for use in teaching or also basic research.

Keywords: chemical analysis equipment, counters and frequency meters, piezoelectric quartz crystal, Quartz Crystal Microbalance.

Introdução

A tendência atual é para o desenvolvimento dos chamados “equipamentos verdes” [1]. Estes se caracterizam por serem ambientalmente corretos, tanto na sua produção quanto utilização. Materiais e processos de fabricação com baixo impacto ambiental, baixo consumo de energia e uso de reagentes com baixa toxicidade são características almejadas neste desenvolvimento. Estas técnicas mais ambientalmente corretas são conhecidas por Tecnologias Limpas e Mais Limpas, e o processo, como Engenharia Verde [2].

Uma outra forte tendência nos dias atuais é a miniaturização de equipamentos e dispositivos, principalmente nas áreas de Mecatrônica e Engenharia Química. O desenvolvimento destas áreas, grandemente influenciado pelos avanços da área de microeletrônica, permitiu o rápido desenvolvimento das chamadas estruturas MEMS (*Microelectromechanical Systems* – Microssistemas Eletromecânicos) onde atuadores e sistemas eletrônicos foram simultaneamente produzidos e integrados [3]. Na área Química se observa uma notável evolução, onde a miniaturização, por permitir a obtenção ou manipulação de amostras em volume muito pequeno, pode ser muito útil tanto para preparativa quanto analítica. Nesta última, a idéia do microssistema de análise total (μ TAS – *Micro Total Analysis System*) é muito perseguida [4].

Há uma grande influência do desenvolvimento dos sistemas MEMS e μ TAS na área de Tecnologias Limpas. Estes sistemas, por se tratarem de sistemas miniaturizados, permitem análises em tempo curto, utilizando poucos recursos e volumes muito pequenos, da ordem de microlitros. Assim, os MEMS e os μ TAS colaboram para o desenvolvimento de Tecnologias Mais Limpas de muitos modos: permite menor uso de reagentes e menor descarte de produtos; utilizam dispositivos que, via de regra, exigiram pouca matéria-prima para sua produção, o que não apresenta grandes dificuldades para descarte, etc.

Nos dias atuais há uma grande busca pelo chamado desenvolvimento sustentável. Este processo está intimamente ligado ao desenvolvimento de novas tecnologias, limpas ou mais limpas, e áreas como o ensino em química e engenharia são primordiais neste processo [5]. Uma abordagem sistêmica deste ciclo é a que é enfatizada pelos conceitos da Ecologia Industrial, que é dependente, entre outras coisas, da aplicação das Tecnologias Mais Limpas juntamente com a Educação Ambiental no ambiente industrial e de produção. Segundo esta visão, há um grande potencial na junção do desenvolvimento com a educação, uma vez que um sistema alimenta o outro, trazendo benefícios comuns e permitindo que novas oportunidades surjam constantemente.

Nos dias atuais, as técnicas de ensino têm buscado uma abordagem mais prática, com o uso de técnicas mais focadas na resolução de problemas do que no uso da informação. Estas técnicas são conhecidas como Ensino Baseado na Resolução de Problemas (PBL – *Problem Based Learning*) [6]. Estas novas técnicas de ensino são necessárias para acompanhar a rapidez do desenvolvimento tecnológico nos dias atuais, onde novos métodos e equipamentos são lançados constantemente, exigindo inclusive uma rápida adaptação. Outro ponto a ser considerado é em relação à capacidade dos equipamentos, enfatizado nos chamados “12 Princípios da Engenharia Química

Verde”, é que este equipamento não exceda muito o exigido na aplicação a qual está destinado [7]. Este conceito é de difícil aplicação no ensino, uma vez que a exigência neste último é geralmente muito menor que aquela capaz de ser fornecida pelos equipamentos comerciais, comumente de porte industrial. Assim, as Tecnologias Mais Limpas apresentam características positivas, como baixo uso de reagentes e energia e custo competitivo, que podem fornecer novas perspectivas quando aplicadas no ensino, ou mesmo em pesquisa básica [8].

Esta evolução tecnológica dos dias atuais tem exigido o ensino de vários fenômenos normalmente pouco explorados, como é o caso dos fenômenos de superfície, tais como adsorção e permeação, que são responsáveis por várias transformações comuns em membranas e filmes finos. Botteon [9] propôs metodologia para análise de membranas com uso de equipamentos comuns de laboratório. Santos [10] propôs um equipamento eletrônico multifuncional e integrado, capaz de realizar análises diversas em materiais como filmes finos. Estruturas miniaturizadas também foram propostas para uso no ensino de outros fenômenos em engenharia e química, como mecânica dos fluídos e remoção de contaminantes em fase líquida e/ou gasosa [11,12].

Assim, o objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de um equipamento de análise de baixo custo, baseado na técnica de Microbalança de Quartzo, para uso no ensino nas áreas de engenharia e química, ou mesmo como ferramenta para pesquisa básica. Levando-se em conta o alto investimento requerido para implantação deste tipo de equipamento no ensino, qualquer tentativa de redução de investimento é relevante.

Metodologia

Partindo-se da premissa de construir um equipamento de análise, com custo inferior ao de um equipamento convencional, mais simples e que utilize menos recursos, a etapa inicial consistiu na escolha do princípio de funcionamento, tipo de sinal, tipo de sensor, técnica de análise, entre outros. Assim, a escolha da técnica de Microbalança de Quartzo apresentava características promissoras, como alta sensibilidade para compensar eventuais limitações do equipamento, facilidade de operação, possibilidade de modificações para eventuais aumentos de sensibilidade, bem como também permite testes de outros dispositivos. Tal aplicação consiste de um circuito oscilador controlado por um cristal piezométrico de quartzo, este último conhecido por sua grande estabilidade físico-química e elétrica, e já foi utilizada em sistemas equivalentes [10]. A Figura 1a) mostra o esquema elétrico do circuito oscilador e b) o diagrama em blocos de uma célula de contagem utilizados neste trabalho.

Para atender aos requisitos deste trabalho e apresentar boa compatibilidade com os sistemas de Microbalança de Quartzo, o equipamento foi desenvolvido atendendo as seguintes premissas.

- Regime de trabalho: o equipamento deveria trabalhar com precisão em valores de frequência de 2 a 10 MHz, e nesta faixa deveria apresentar baixa variação, no máximo de $\pm 10\text{Hz}$;

- Confiabilidade e reprodutibilidade: o equipamento deveria mostrar estabilidade nas contagens, dentro da faixa de erro possível de ser obtida;
- Baixo custo: utilizar dispositivos e sistemas baratos, conseqüentemente mais suscetíveis a variações e interferências. Com esta medida, esperou-se reduzir o custo total de construção, mesmo que isto gerasse eventuais limitações ao equipamento.

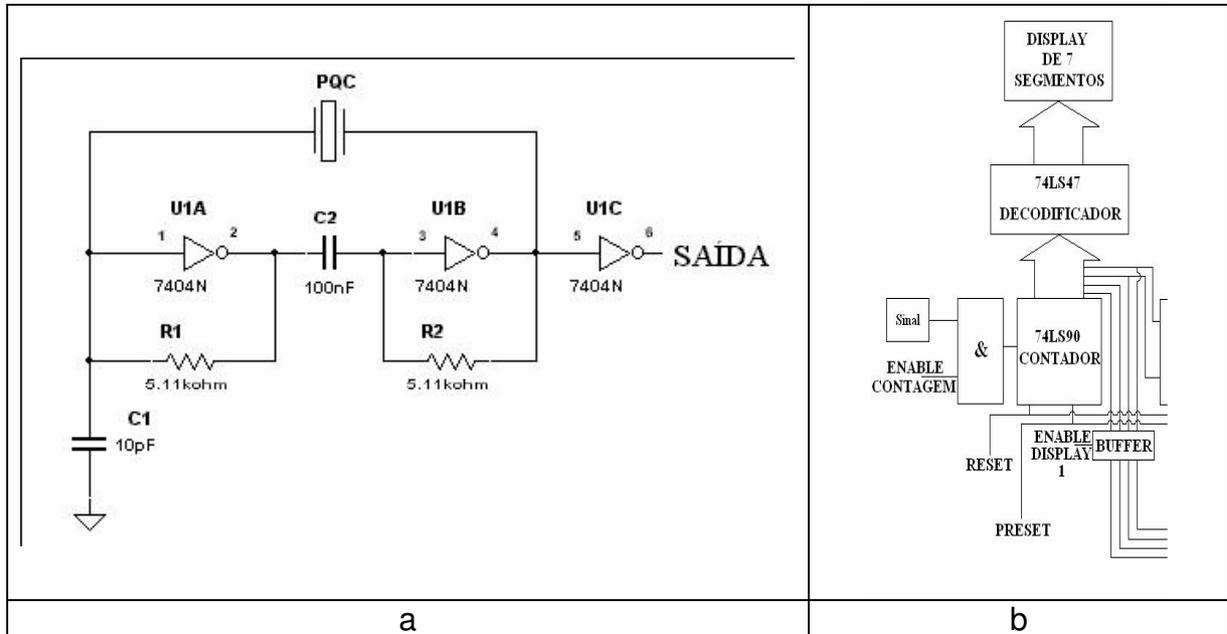


Figura 1 – a) Esquema elétrico do circuito oscilador utilizado [10] e b) diagrama em blocos da unidade de contagem.

Usualmente, um circuito oscilador a cristal piezelétrico de quartzo utiliza circuitos integrados (CI's), e estes são normalmente alimentados com uma tensão de 5V. Assim, devido à baixa tensão, o equipamento a ser construído deveria apresentar sensibilidade para medição de sinais com no mínimo 1Vpp de amplitude (20% da tensão de alimentação), para que não ocorra perda de sinais e erros.

Foi criada metodologia para realização da contagem de pulsos. O princípio do processo de contagem é um sistema de CI's contadores de década (74LS90), sete ao todo, e foram sincronizados de forma que cada um deles seria responsável pela contagem de “uma década” (o primeiro é responsável pela unidade, o segundo pela dezena, até o sétimo responsável pela unidade de milhão). Assim, teoricamente, a contagem seria feita até o valor 9.999.999 pulsos elétricos, porém foram feitos testes além deste valor para verificar a eficiência e o erro.

A visualização da contagem é feita por *displays* de sete segmentos e por um do tipo cristal líquido (*liquid crystal display* - LCD). Com o *display* de sete segmentos foram verificadas as funcionalidades do protótipo. O *display* de LCD permite amostragem estável, ou seja, o operador pode ler o valor da última medição enquanto a nova contagem é feita, o que não ocorre com o primeiro.

O sistema de controle do equipamento feito por microcontrolador (ATMEL 89S8252, ou comumente 8252). Neste foi inserida programação

específica para este equipamento, desenvolvida de forma a realizar as seguintes etapas: início de contagem; controle do tempo de contagem; fim da contagem; leitura do dado armazenado nos contadores; decodificação; envio para o *display* e; “limpeza” do valor registrado nos contadores. O ciclo todo ocorre em pouco mais de 1 segundo, sendo apenas a operação de contagem ajustada em “exatamente” 1 segundo. Assim, o valor obtido pode ser considerado Hertz, pois a contagem é feita o mais próximo possível de 1 segundo. A programação foi criada em C e compilada no microcontrolador com um equipamento programador (*Chipmax*).

Os testes de desempenho consistiram primordialmente de três etapas:

- testes preliminares, foram utilizados circuitos osciladores e cristais encapsulados como de fábrica, com o intuito de verificar as funcionalidades básicas do equipamento;
- testes finais: foi desenvolvida cela para testes, descritas a seguir, para verificar a capacidade de resposta do equipamento já operando como equipamento de análise. Para comparação, foram realizadas medições utilizando equipamento (HP 5335) e cela padrão de Teflon®;
- certificação: foram feitas medições utilizando circuito oscilador ajustado em frequências conhecidas, utilizando-se diversos cristais com valores variando de 1,843 MHz até 20MHz. Alguns testes foram feitos com o auxílio de um osciloscópio (TDS 1001).

Uma nova configuração de cela de medição foi desenvolvida visando criar metodologia para testes do equipamento e, futuramente, para viabilizar testes iniciais de novas estruturas, filmes finos, etc. Esta foi construída em acrílico e utilizou-se cristal sem nenhuma modificação superficial, ou seja, este foi apenas removido do encapsulamento original. Os resultados obtidos foram comparados com um detector tipo Microbalança de Quartzo com cristal recoberto por filme fino a base de hexametildissilazana (HMDS), que possui desempenho otimizado e neste trabalho foi considerado cela padrão.

Um aparato experimental foi construído para realização dos testes finais e certificação. Estes consistem em injeções controladas de vapores orgânicos (2-propanol, grau P.A.) e inorgânicos (água destilada), em grande escala de polaridade, carregados por um fluxo de ar. Um sistema de válvulas e bomba pneumática foi utilizado. Em todos os testes a aquisição dos dados foi feita com uso de câmera digital (HP E317) e o procedimento de medição foi 30 segundos para estabilização, dois minutos de injeção de reagentes e 5 minutos para remoção do reagente pelo fluxo de ar.

Resultados

Foram avaliados nos testes inicialmente o funcionamento correto dos subsistemas e do conjunto todo do equipamento, que compreende: correto funcionamento do sistema de contagem de cada contador individualmente, do funcionamento destes integrados e capacidade de realizar a contagem em sinais da ordem de MHz. Todos estes testes mostraram resultados satisfatórios, e novos testes de desempenho foram realizados.

O desempenho foi avaliado utilizando-se dois modelos de celas de detecção, um padrão com cristal recoberto por filme de HMDS e outro construído em acrílico para testes, visando provocar uma variação controlada do sinal de entrada. Nestes, observou-se a capacidade do equipamento em verificar uma variação da frequência com a passagem de reagente (água). Inicialmente, com celda padrão pode-se observar a existência de ruído na medida, mas também que o sistema apresenta grande estabilidade, o que mostra capacidade de uso como equipamento de medição. Com a utilização de celda acrílica, pode-se observar que a variação da frequência para 2-propanol foi maior que a variação para água, o que pode ser explicado pela inexistência de modificação superficial, o que pode privilegiar um reagente em relação ao outro. Os mesmos efeitos são observados para o resultado obtido para uso de celda padrão, onde se observa uma variação máxima de cerca de 30 Hz com água, enquanto que para celda de acrílico foi de aproximadamente 5 Hz. A Figura 2 mostra um gráfico dos resultados obtidos. Como comparação é mostrado resultado obtido com uso de equipamento padrão com celda padrão.

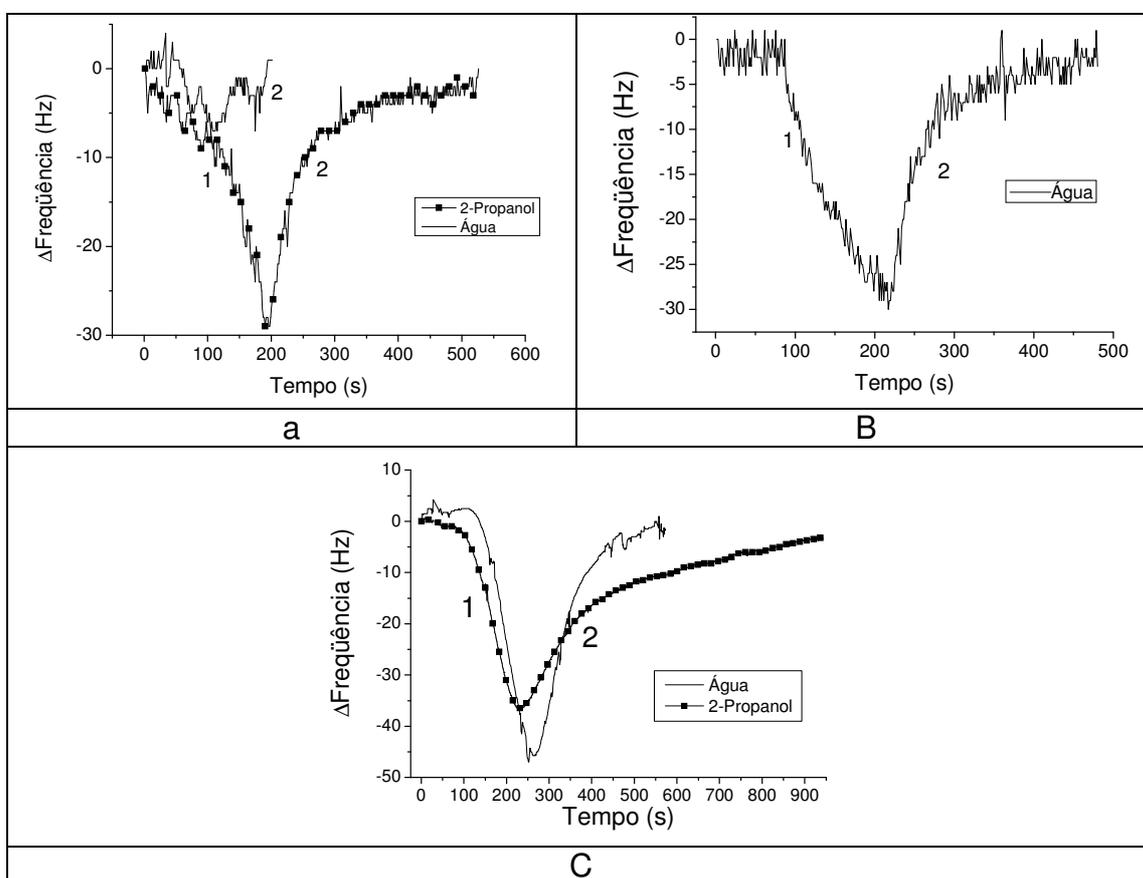


Figura 2 – Resultados obtidos nos testes de avaliação de desempenho do protótipo utilizando-se: a) celda acrílica para testes; b) celda padrão e; c) medição em equipamento padrão para comparação, onde (1) é a adição de reagentes e (2), a remoção.

Para realização da etapa de certificação, foi necessário analisar o comportamento do circuito oscilador quando utilizados diversos cristais. Estes testes mostraram que o circuito trabalha estavelmente até cerca de 10 MHz, onde a variação máxima foi de ± 4 Hz. Para cristal de 1,843 MHz, obteve-se 0,25

de variação, para 4,096MHz, 1Hz, e para o cristal de 20MHz, observou-se perda da estabilidade. Quando utilizado no protótipo, observou-se que o equipamento acompanha o desempenho do circuito, ou seja, a variação máxima é semelhante ao verificado em equipamento padrão, com exceção do valor obtido do circuito ajustado em 1,843MHz, uma vez que a resolução mínima do equipamento é de 1Hz. Novamente foi observada perda da estabilidade quando utilizado cristal de 20MHz. Para comparação, foram feitos testes com osciloscópio, onde se observou grande redução da amplitude do sinal quando comparados os sinais em 20MHz com 10MHz. Os resultados são sumarizados na Figura 4. Assim, pode-se dizer que o equipamento apresenta bom desempenho na faixa de frequência até 10MHz, sendo útil na medição de sinais.

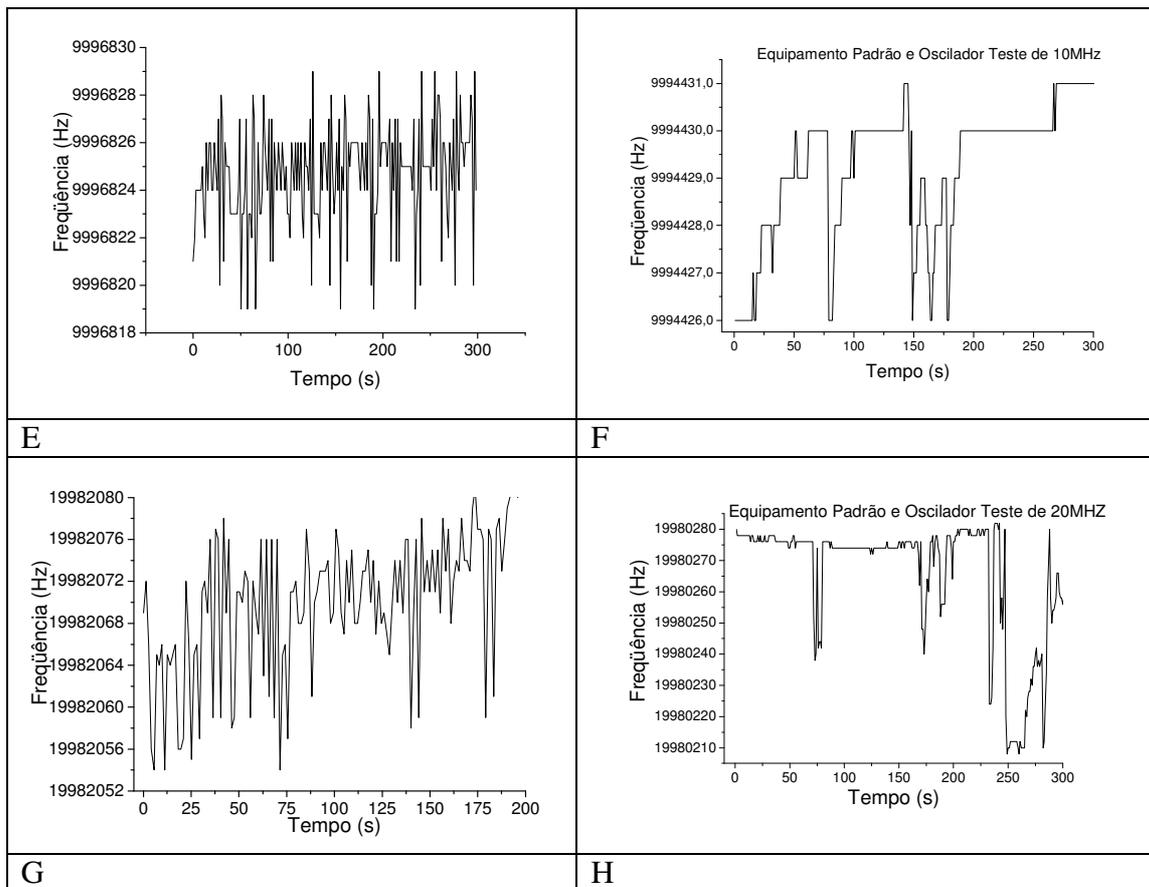


Figura 3 – Resultados de certificação obtidos do protótipo e do equipamento padrão onde: a) cristal de 10MHz medido com o protótipo e b) equipamento padrão; c) cristal de 20MHz medido com protótipo e d) equipamento padrão.

Conclusões

Foi possível a obtenção de um equipamento contador de pulsos, controlado por microcontrolador e produzido seguindo os preceitos de Engenharia Verde. O equipamento, construído utilizando-se material de baixo custo mostrou comportamento satisfatório na contagem de pulsos de circuito oscilador trabalhando em uma larga faixa de valores de frequência. O

equipamento obtido apresentou precisão, bom desempenho e alta reprodutibilidade. O uso de cela de baixo custo para teste foi possível e mostrou-se viável tanto para testes de novas tecnologias quanto para uso didático.

Como etapas futuras, torna-se necessário desenvolvimento de sistema de integração com microcomputador, acompanhado de aplicativo dedicado, de forma a permitir medições de forma dinâmica, sem a necessidade de utilização de câmera de vídeo para registro das medidas.

Referências

- [1] Shadman, F. (2000), *Clean Products and Processes 2* 2-3.
- [2] Anastas, P. T.; Zimmerman, J. B. (2003), "12 Principles of Green Engineering.", *Environ. Sci. Technol.*, 37 (3), 94A-101A.
- [3] Petersen, J. (1995), "MEMS: What lies ahead? Digest of Technical papers", *Transducer 95, Eurosensors IX*, 1, 25-45.
- [4] "Micro Analytical Systems Department Technology– μ ChemLabTM Fact Sheet; μ ChemLab Technology Team, Autonomous Micro-Chemical Analysis Laboratory (μ ChemLab Technologies)" (1997), *Sandia Report*, SAND2001-, Sandia National Laboratories, Albuquerque, NM , Printed July 2001.
- [5] Manahan, S. E. (2001), "*Frontmatter*" *Fundamentals of Environmental Chemistry*", Boca Raton: CRC Press LLC, 2nd ed.
- [6] Street, G. (2000), *The many faces of International Education on Engineers* ISBN 9058091678.
- [7] Shonnard, D. R., Allen, D. T., Guyen, N., Weilaustin, S., Esketh, A. (2003), "Green Engineering Education Through A U.S. Epa/Academia Collaboration", *Environ. Sci. Technol.*, 37, 5453-5462,.
- [8] Stroebe, M., Hoffmann, V. H., Zogg, A., Scheringer, M., Hungerbühler, K. (2001), "Environmentally Oriented Design and Assessment of Chemical Products and Processes", *Chimia*, 55, 887–891.
- [9] Botteon, M.M., Martins, R.O., Perseghini, R., Hernandez, L.F., Carvalho, R.A.M., Silva, M.L.P. (2007), "Metodologia para ensino de membranas seletivas: PVC e celulose como exemplos", *Boletim Técnico da FATEC-SP - BT/ 22*, 48-52.
- [10] Santos, L.C., Beraldo, F.P., Hernandez, L.F., Carvalho, R.A.M., Silva, M.L.P. (2006), "Desenvolvimento de testes semiautomatizados de miniestructuras", *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 25, n. 2, 75-81.
- [11] Silva, L.M., Hernandez, L.F., Simões, E.W., Silva, M.L.P., (2007), "Miniestructuras para remoção de partículas usadas no ensino de engenharia",

XXXV Congresso Brasileiro de Educação em Engenharia – COBENGE 2007, 2P17 – 1.

[12] Silva, M. L. P.; Furlan, R. e Ramos, I., “Development of Miniaturized Structures and Setups for Research and Teaching of New Concepts in Engineering” In: *9TH International Conference on Engineering Education*, Session M3G, San Juan, PR. July 23 – 28, 2006.

Contato

Gustavo Richieri Menezes
Professor – Instituto Data Brasil de Educação Profissional
Contato: Tel: (11) 9376-6695 – e-mail: *grmlip@yahoo.com.br*

Leonardo Frois Hernandez
Aluno de Doutorado – Escola Politécnica da USP
Contato: Tel: (11) 8402-0589 – e-mail: *lfh@fatecsp.br*

Maria Lúcia Pereira da Silva
Professora – Faculdade de Tecnologia de São Paulo
Contato: Tel: (11) 9664-4363 – e-mail: *malu@lsi.usp.br*