

Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Curso de Engenharia Eletrônica

Paulo Afonso Gaspar

Desenvolvimento de um Picnômetro a Gás

Toledo
2021

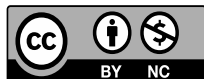
Paulo Afonso Gaspar

Desenvolvimento de um Picnômetro a Gás Development of a gas pycnometer

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do Curso de Engenharia Eletrônica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR Campus Toledo, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Eletrônica.

Orientador(a) Prof. Ricardo Schneider
Coorientador(a) Prof. Felipe Walter Dalfico Pfrimer

Toledo
2021



4.0 Internacional

Esta licença permite que outros remixem, adaptem e criem a partir do trabalho licenciado para fins não comerciais, com crédito atribuído ao autor. Os usuários não têm que licenciar os trabalhos derivados sob os mesmos termos estabelecidos pelo autor do trabalho original.

Paulo Afonso Gaspar

Desenvolvimento de um Picnômetro a Gás

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do Curso de Engenharia Eletrônica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR Campus Toledo, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Eletrônica.

Trabalho aprovado. Toledo, 10 de outubro de 2021:

Prof. Ricardo Schneider
UTFPR-TD
Orientador(a)

Prof. Alberto Yoshihiro Nakano
UTFPR-TD

Prof. Rafael Bini
UTFPR-TD

Toledo
2021

A folha de aprovação assinada encontra-se na coordenação do curso

RESUMO

Picnômetros a gás são dispositivos usados para medir o volume e por conseguinte a densidade de sólidos. Esses equipamentos têm aplicabilidade na área farmacêutica, produção de cerâmicas, catalisadores, análises de materiais e metalurgia. Em picnômetros eletrônicos, a captura de dados acontece por meio de transdutores de pressão. A medição do volume é realizada por meio da relação entre volume e pressão descrita pela Lei de Boyle. Os dados são processados e analisados por meio de um *software* desenvolvido em linguagem Python. O objetivo desse trabalho foi desenvolver um sistema utilizando picnômetro a gás, que obtivesse o valor de volume e densidade de um sólido. Isto permite o uso na caracterização de sólidos e possibilita o uso do dispositivo em experimentos de cunho didático.

Palavras-chave: Picnômetro a Gás. Processamento Digital de Sinais. Sólidos.

ABSTRACT

Gas pycnometers are devices used for solids volume measurement and consequently density measurement. These equipments have applicability in the pharmaceutical area, ceramic production, catalysts, material analysis and metallurgy. In electronical pycnometers, the data capture is performed through pressure transducers. The volume measurement is performed through the relationship between pressure and volume described by Boyle's Law. The data are analysed and presented to the user through a software developed in Python language. The objective of this project is to develop a system using gas pycnometer that obtains the volume and density value of a solid. This allows the use in solids characterization and didactic experimentations.

Keywords: Gas Pycnometer. Digital Signal Processing. Solids.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diferença de comportamento em um recipiente aberto entre líquidos e gases	16
Figura 2 – Dispositivo usado na dedução da Lei de Boyle	17
Figura 3 – Esquemático de um picnômetro de gás de volume constante	19
Figura 4 – Explicação das etapas de medição de pressão	20
Figura 5 – <i>Transdutor de Pressão PS-2107</i>	23
Figura 6 – O Módulo Pasco AirLink PS-3200	24
Figura 7 – A válvula de esfera mini 1/4"	24
Figura 8 – Esferas de aço utilizadas como corpo de prova e calibração	25
Figura 9 – Relação entre volume teórico a partir dos diâmetros medidos e massa experimental	25
Figura 10 – Seringa utilizada como fonte de pressão	26
Figura 11 – Esquemático da estrutura mecânica do picnômetro	27
Figura 12 – Materiais utilizados na construção da estrutura mecânica do picnômetro	27
Figura 13 – O picnômetro a gás e seus componentes	28
Figura 14 – Esquemático da parte eletrônica do picnômetro	29
Figura 15 – O <i>software</i> SPARKvue	30
Figura 16 – <i>Software de cálculo de volume</i>	31
Figura 17 – Etapas do processo a serem feitas no <i>software</i> SPARKvue	33
Figura 18 – Valores de pressão obtidos com o picnômetro pressurizado para medição de vazamento	35
Figura 19 – Valores de pressão obtidos com o picnômetro pressurizado para medição de vazamento - Etapa B	36
Figura 20 – Comportamento das pressões durante tomada de dados e região de seleção	37
Figura 21 – Fatores de volumes obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas.	39
Figura 22 – Média dos fatores de volumes obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas.	39
Figura 23 – Valores de volume em mL, obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas, após calibração.	40
Figura 24 – Média dos volumes em mL, obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas, após calibração.	40
Figura 25 – O picnômetro a gás e seus componentes	45
Figura 26 – A inserção de sólido na câmara B	46
Figura 27 – Processo de ligação do módulo <i>bluetooth</i> , acoplado com o transdutor de pressão	46

Figura 28 – Válvula no modo aberto (a) e fechado (b)	47
Figura 29 – Etapas do processo a serem feitas no <i>software</i> SPARKvue	47
Figura 30 – Seringa conectada no picnômetro para pressurização	48
Figura 31 – Página inicial do <i>software</i> de captura (SPIC)	50
Figura 32 – Página “Adicionar Amostra”	50
Figura 33 – Página “Adicionar Amostra” com os dados listados	51
Figura 34 – Página “Início” com os dados listados	52
Figura 35 – Seleção da pressão inicial no modo de seleção automática	53
Figura 36 – Intervalos de pressão já selecionados e volume computado no modo de seleção automática	53
Figura 37 – A captura de dados no modo de seleção livre	54

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BLE	<i>Bluetooth Low Energy</i>
CSV	<i>Comma Separated Values</i>
IDE	<i>Integrated Development Environment</i>
SI	Sistema internacional
SPIC	<i>software</i> do picnômetro
US\$	Dólares
USB	<i>Universal Serial Bus</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

ρ	Densidade
ρ_r	Resistividade do material
A_r	Área
K	Kelvin
m^2	Metros Quadrados
m^3	Metros cúbicos
m_a	Massa
N/m^2	Newtons por metro quadrado
P_1	Pressão da parte 1 do sistema
P_2	Pressão da parte 2 do sistema
P_f	Pressão final
P_i	Pressão inicial
P_{mol}	Peso molecular
P_m	Pressão intermediária
P_{tot}	Pressão total do sistema
Q	Razão entre volume da câmara B e volume da câmara A
R	Resistência
r	raio
T	Temperatura
t	Tempo
T_f	Temperatura final
T_i	Temperatura inicial
T_m	Temperatura intermediária
V_1	Volume da parte 1 do sistema
V_2	Volume da parte 2 do sistema
V_a	Volume da câmara A
V_b	Volume da câmara B
V_s	Volume do sólido
V_{tot}	Volume total do sistema

X_{fat}	Fator de proporcionalidade inversão entre pressão e volume
cm	centímetros
kg	Kilogramas
l	Comprimento
mL	Mililitros
P	Pressão
Pa	Pascal
R	Constante universal dos gases
V	Volume

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVOS	14
2.1	Objetivo Geral	14
2.2	Objetivos Específicos	14
3	JUSTIFICATIVA	15
4	REFERENCIAL TEÓRICO	16
4.1	Hidrostática	16
4.2	Pressão nos fluidos	16
4.3	Lei de Boyle	17
4.4	Densidade e equação de estado dos gases ideais	18
4.5	Picnometria a Gás	18
4.5.1	Picnômetro de Volume Constante	18
4.5.2	Calibração do Dispositivo	21
4.6	Transdutores	22
4.6.1	Transdutores de Pressão	22
5	MATERIAIS E MÉTODOS	23
5.1	Materiais	23
5.1.1	Transdutor de Pressão Absoluta PS-2107	23
5.1.2	Módulo Pasco AirLink PS-3200	23
5.1.3	Válvula de Esfera	24
5.1.4	Esferas de Aço	24
5.1.5	Seringa	26
5.2	Metodologia	26
5.2.1	Estrutura Mecânica	26
5.2.2	Parte Eletrônica	27
5.2.3	Softwares	29
5.2.3.1	Sparkvue	29
5.2.3.2	Software de Cálculo	29
6	PROCESSO	32
6.1	Medição	32
6.2	Análise de Dados	32

7	RESULTADOS	35
7.1	Teste de Vazamento	35
7.2	Tomada de Dados	37
7.3	Medições de Volume	37
7.4	Calibração	38
8	CONCLUSÃO	41
9	TRABALHOS FUTUROS	42
	REFERÊNCIAS	43
	APÊNDICE A – ROTEIRO PARA EXPERIMENTOS	45
A.1	Medição	46
A.2	Análise de Dados	48
A.2.1	Utilizando Modo de Seleção Automática	52
A.2.2	Utilizando Modo de Seleção Livre	53
	ANEXO A – SOFTWARE DE ANÁLISE DE DADOS	55

1 INTRODUÇÃO

Picnômetros a gás são instrumentos que fazem a medição do volume de sólidos utilizando a relação física entre pressão e volume. Esses equipamentos são aplicados na determinação de densidade de sólidos como fragmentos de materiais, pedras e pós obtidos em extração ou em procedimentos químicos. A picnometria a gás é o método mais usado na medição de volumes de sólidos pois é um processo físico rápido e não destrutivo (TAMARI, 2004).

A medição da pressão permite obter uma relação entre a massa e o volume de um sólido, analisar características como porosidade, identificação de ligas, composição do sólido e diferenciação entre fases cristalinas, propriedades importantes na análise e estudo de materiais. (YEFIMOV et al., 2009).

Picnômetros a gás modernos são sistemas embarcados que utilizam transdutores de pressão para obtenção de dados e realizam os cálculos da relação pressão-volume por meio de microcontroladores.

Neste trabalho foi desenvolvido um picnômetro a gás utilizando um sensor de pressão além de um *software* para análise de dados. O uso deste dispositivo poderá trazer benefícios a instituição, que realiza pesquisas na síntese e caracterização de materiais. Adicionalmente, o dispositivo produzido poderá ser aplicado em disciplinas que realizam experimentos didáticos.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi desenvolver um dispositivo picnômetro a gás para possibilitar medições de volume na ordem de grandeza de 0,1 mL e possibilitar a medição da densidade, problema comum nos estudos e análises de estruturas de sólidos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

O desenvolvimento do picnômetro a gás foi dividido em quatro objetivos específicos:

- Desenvolvimento de um picnômetro a gás;
- Desenvolvimento e implementação de um *software* que realizará o cálculo de volume e densidade com os valores de pressão medidos;
- Desenvolvimento de um roteiro para experimentos didáticos, utilizando a picnometria a gás.

3 JUSTIFICATIVA

A síntese e caracterização de novos materiais requer a caracterização das propriedades físicas como volume, densidade e porosidade. O uso de picnômetros a gás, permitiria um maior aprofundamento em áreas de pesquisa de química dos materiais, assim como, possibilidade de diferentes atividades práticas em níveis de graduação.

Entretanto, o alto custo de equipamentos de picnometria, dificulta a aquisição de um exemplar para a universidade. Desconsiderando taxas de importação e impostos nacionais, o preço de um dispositivo picnômetro de gás pode chegar a US\$ 14.000,00 (QINSUN, 2021). Por isso, o desenvolvimento de um picnômetro de gás eletrônico, de *hardware* e código aberto, trará benefícios à comunidade acadêmica.

Portanto, a construção de um dispositivo de baixo custo, que possibilite a análise de características físicas dos sólidos fazendo o uso da tecnologia de transdutores e de processamento digital de sinais é justificado pelas condições descritas.

4 REFERENCIAL TEÓRICO

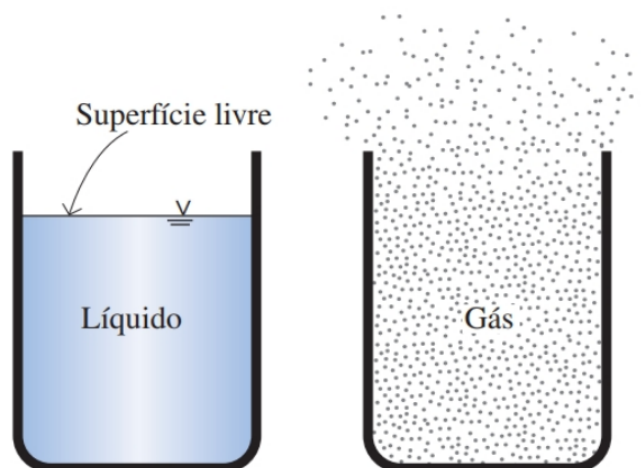
Neste capítulo são abordados os conceitos físicos e químicos utilizados nos processos de picnometria, assim como explicados conceitos de eletrônica e de aquisição de dados utilizados no desenvolvimento do dispositivo proposto.

4.1 HIDROSTÁTICA

Um fluido é uma substância no estado gasoso ou líquido. A diferença entre um sólido e um fluido é sua capacidade de resistir a tensão de cisalhamento (tangencial). Quando é aplicada uma tensão de cisalhamento em um sólido, ela será proporcional à deformação. Em um fluido, entretanto, a tensão será proporcional à taxa de deformação (ÇENGEL; CIMBALA, 2015).

Se for aplicada uma tensão de cisalhamento constante em um sólido, este parará de se deformar em um certo ponto. Em um fluido, a deformação continuará indefinidamente devido a taxa de deformação tender a um valor constante. Essa característica de fácil deformação faz com que fluidos sejam substâncias sem forma fixa. Um líquido apresenta a forma do recipiente que está contido. Um gás se expande por todo espaço disponível até encontrar paredes que limitem a expansão, assim como exemplificado na Figura 1 .

Figura 1 – Diferença de comportamento em um recipiente aberto entre líquidos e gases



Fonte – Çengel e Cimbala (2015)

4.2 PRESSÃO NOS FLUIDOS

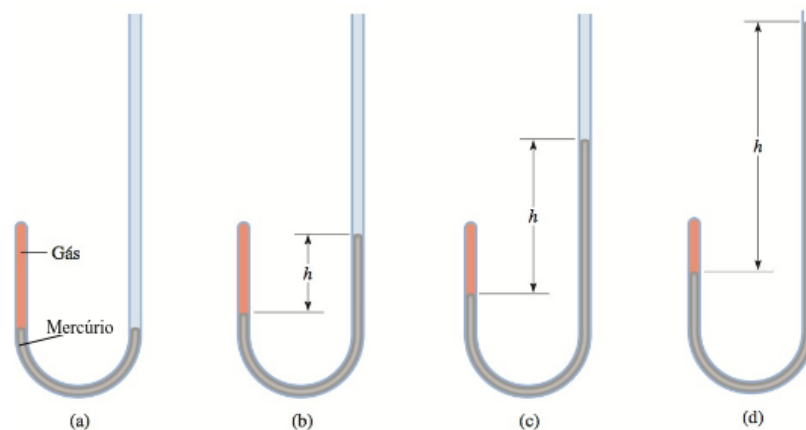
A pressão nos fluidos, é o equivalente à tensão normal nos sólidos. Ela é definida como a força normal exercida por unidade de área. Sua unidade de medida no Sistema

internacional (SI) é denominada Pascal (Pa) , equivalente a *Newtons* por metro quadrado (N/m^2) . Os dois tipos de pressão comumente encontrados na literatura, são a pressão absoluta e a pressão manométrica. A pressão absoluta é a pressão de determinada posição medida em relação a pressão absoluta zero. A pressão manométrica, é a diferença entre a pressão absoluta e a pressão atmosférica (ÇENGEL; CIMBALA, 2015).

4.3 LEI DE BOYLE

Segundo Chang (2009), a lei de Boyle foi desenvolvida experimentalmente no século XVII pelo químico inglês Robert Boyle. Os estudos de Boyle analisaram a relação entre pressão e volume de amostras gasosas. O experimento que levou a dedução da lei de Boyle é exemplificado na Figura 2, onde em um dispositivo contendo gás, foi inserido mercúrio com o intuito de aumentar a pressão aplicada sobre o gás. A pressão exercida aumenta do item (a) para o item (d) da Figura 2.

Figura 2 – Dispositivo usado na dedução da Lei de Boyle



Fonte – Chang (2009)

No experimento, foi observado que se a temperatura for mantida constante à medida que a pressão aplicada sobre um gás aumenta, o volume ocupado por ele diminui. Caso a pressão aplicada for diminuída, o gás se expande ocupando um volume maior. Logo, a pressão P é inversamente proporcional ao volume V (CHANG, 2009). Essa relação é descrita por

$$P \propto \frac{1}{V} \quad (1)$$

sendo que P é a pressão em Pa e V o volume em m^3 .

4.4 DENSIDADE E EQUAÇÃO DE ESTADO DOS GASES IDEAIS

A densidade volumétrica é a quantidade de massa por unidade de volume,

$$\rho = m_a/V \quad (2)$$

, sendo ρ a densidade, m_a a massa e V o volume. A densidade é normalmente dependente da temperatura e da pressão. Em sólidos e líquidos essa dependência é desprezível na maioria das análises de engenharia, já que o efeito das variáveis é pequeno. No caso de gases, deve ser considerada sendo a densidade, proporcional a pressão e inversamente proporcional a temperatura (ÇENGEL; CIMBALA, 2015). As relações citadas acima são descritas pela equação de estado dos gases ideais:

$$P = \frac{\rho R_u T}{P_{mol}} \quad (3)$$

, sendo que P é a pressão absoluta em Pa , ρ a densidade, R a constante universal dos gases, T é a temperatura em (K) e P_{mol} o peso molecular.

Segundo Çengel e Cimbala (2015), a equação (3) é usada para gases ideais, que são substâncias hipotéticas. Gases reais não seguem essa relação, entretanto alguns gases, incluindo nitrogênio, hélio e oxigênio, tem comportamento semelhante ao de gases ideais, podendo ter comportamento previsto pela equação (3) com um erro geralmente menor que 1%.

4.5 PICNOMETRIA A GÁS

A picnometria a gás usa a relação entre pressão e volume dada pela lei de Boyle para determinar o volume de partículas sólidas (SAY, 1797).

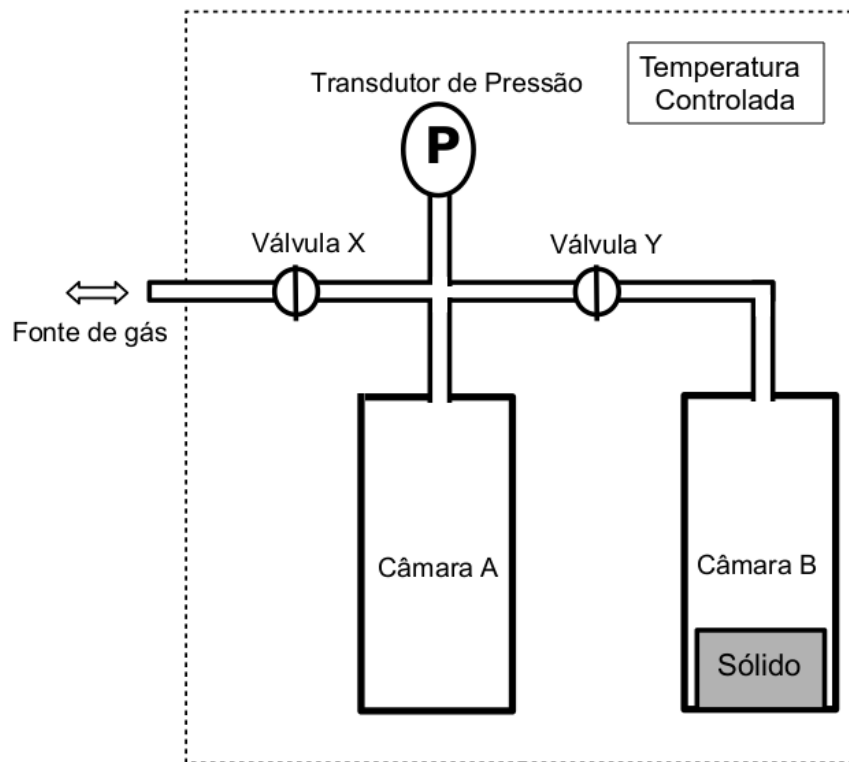
É um método bastante usado para determinar volume e densidade de pós, fragmentos de rochas, sementes, animais vivos e volume aparente de materiais porosos molhados. O dispositivo que aplica o método da picnometria de gás é chamado de picnômetro a gás. Será descrito abaixo o picnômetro de volume constante (TAMARI, 2004), modelo do picnômetro desenvolvido.

4.5.1 PICNÔMETRO DE VOLUME CONSTANTE

O picnômetro de volume constante é composto de duas câmaras: uma que permite inserção da amostra de sólido e outra que tem a função semelhante a um tanque de gás, sendo ambas conectadas pneumáticamente por um tubo onde ocorre o fluxo de gás, que contém duas válvulas possibilitando permitir ou bloquear a entrada de gás nas câmaras, além de conter um transdutor de pressão para medição. Tamari (2004) considerou um ambiente com temperatura controlada, de modo que não houvesse variação térmica; por-

tanto, com todas as temperaturas com o mesmo valor constante. Um modelo deste tipo de picnômetro é exibido na Figura 3.

Figura 3 – Esquemático de um picnômetro de gás de volume constante



Fonte – Adaptado de Tamari (2004)

De acordo com Tamari (2004), para determinar o volume de um sólido é necessário seguir as seguintes etapas conforme exibido na Figura 4:

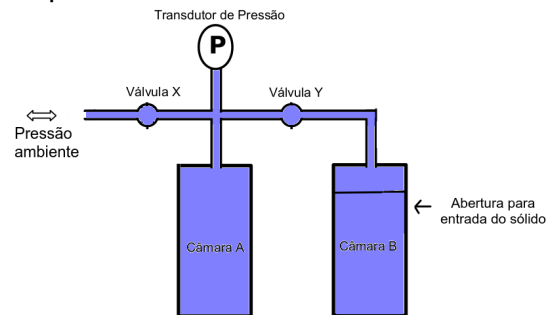
1. Inserir o sólido na câmara B;
2. Abrir as válvulas X e Y, permitindo que as câmaras tenham a mesma pressão ambiente;
3. Fechar a válvula Y, manter a X aberta e aplicar o pressurizador, aumentando a pressão na câmara A;
4. Fechar a válvula X para medir a pressão intermediária;
5. Abrir a válvula Y, permitindo a expansão do gás da câmara A para a câmara B;
6. Quando a expansão do gás é finalizada, mede-se a pressão final.

Figura 4 – Explicação das etapas de medição de pressão

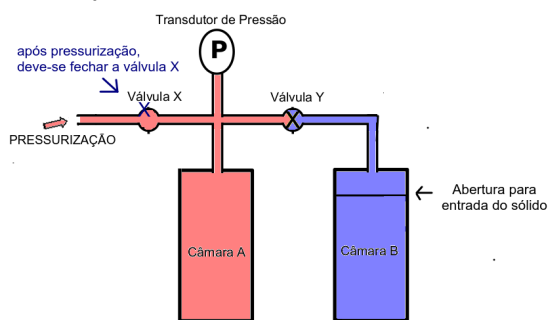
(a) Legenda



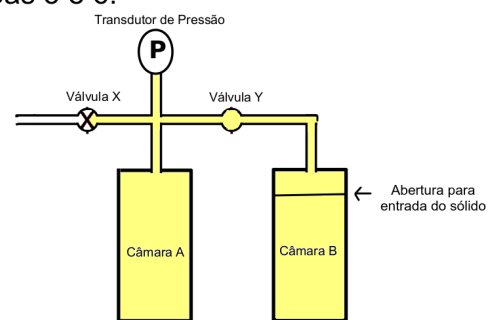
(b) Etapa 2:



(c) Etapas 3 e 4:



(d) Etapas 5 e 6:



Fonte – Autoria própria

Tamari (2004) descreve uma equação que caracteriza a relação pressão-volume em um picnômetro de volume constante:

$$P_f = T_f \frac{(P_i/T_i)(V_b - V_s) + (P_m/T_m)V_a}{V_b - V_s + V_a + \delta v} \quad (4)$$

, sendo:

- P_i , P_m e P_f são pressão inicial, intermediária e final, respectivamente (em Pa);
- T_i , T_m e T_f são temperatura inicial, intermediária e final, respectivamente (em K);
- V_a e V_b são os volumes correspondentes as câmaras A e B, respectivamente (em m^3);
- V_s é o volume do sólido (em m^3);
- δv é o volume contido nas válvulas (em m^3).

Isolando V_s que é o valor a ser calculado e considerando $\delta v = 0$ e $T_i = T_m = T_f$, é obtida a equação:

$$V_s = \frac{P_f(V_a + V_b) - P_i V_b - P_m V_a}{P_f - P_i} \quad (5)$$

, sendo V_a e V_b são valores fixos previamente medidos e; P_i , P_m e P_f valores obtidos pelo transdutor de pressão.

Com os valores de pressão medidos, temperatura constante e volume das câmaras conhecidos, é possível calcular o volume do sólido inserido.

4.5.2 CALIBRAÇÃO DO DISPOSITIVO

Devido a características geométricas e o modo de construção das câmaras, válvulas e sensores; a medição precisa das dimensões dos componentes que formam o picnômetro pode ser complicada, dificultando a obtenção dos volumes por meio de cálculo direto. Para superar esta dificuldade, uma possibilidade é calcular os valores a partir da relação de diferença de volume entre as câmaras A e B, e então, realizar a calibração dos dados para então obter os valores, assim como é feito por Oliveira (2010).

A razão de volume entre as 2 câmaras é descrita por:

$$Q = \frac{V_b}{V_a} \quad (6)$$

, e a partir da relação Equação 1, concluí-se que:

$$P = \frac{X_{fat}}{V} \quad (7)$$

, sendo que X_{fat} é o fator de proporcionalidade inversa entre pressão e volume. Com esta informação, fica claro que se pode dividir um sistema fechado em duas partes e manter a relação de pressão e volume entre elas por meio da equação semelhante a Lei de Dalton:

$$P_{tot}V_{tot} = P_1V_1 + P_2V_2 \quad (8)$$

, sendo que P_{tot} e V_{tot} são a pressão e volume totais do sistema, respectivamente; P_1 e V_1 pressão e volume da parte 1 do sistema; e P_2 e V_2 pressão e volume da parte 2 do sistema.

Adequando a Equação 8 para o picnômetro de volume constante, é obtida a seguinte relação:

$$P_f(V_a + V_b) = P_mV_a + P_iV_b \quad (9)$$

E com a Equação 10, chega-se a relação entre volumes no picnômetro:

$$Q = \frac{V_b}{V_a} = \frac{P_f - P_m}{P_i - P_f} \quad (10)$$

, que é a equação usada para calcular os valores do fator de volume, que posteriormente após calibração dará o valor de volume.

4.6 TRANSDUTORES

Transdutores são dispositivos que convertem sinais de um tipo de energia para outro tipo de energia. Em um transdutor elétrico o sinal de entrada é convertido em energia elétrica. Eles são compostos de um sensor e de uma unidade condicionadora de sinal. O sensor funciona como identificador de um sinal físico que converte este sinal em uma saída não necessariamente elétrica. A unidade condicionadora de sinal altera a saída do sensor para um sinal elétrico que seja identificável por um sistema eletrônico (VIJAYACHITRA, 2016).

4.6.1 TRANSDUTORES DE PRESSÃO

Transdutores de pressão convertem estímulos mecânicos em sinais elétricos analógicos proporcionais à pressão mecânica do estímulo de entrada. As maneiras conhecidas de converter a pressão para sinal elétrico são por meio de capacitância, de equilíbrio de forças, pelo efeito piezoelétrico ou por meio de extensômetros (TANDESKE, 1990).

A maior parte dos transdutores de pressão tem seu funcionamento baseado nos extensômetros. Estes são dispositivos geralmente metálicos, com alta precisão e elevada sensibilidade, que tem resistência alterada ao serem submetidos a pequenas variações de dimensão. Este fenômeno ocorre devido a natureza resistiva dos materiais, que é expressa como:

$$R = \rho_r \frac{l}{A_r} \quad (11)$$

, sendo que R é a resistência, ρ_r é a resistividade do material, l o comprimento em metros e A_r a área da seção transversal do material em m^2 . (THOMAZINI; ALBUQUERQUE,)

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste Capítulo serão descritos os materiais e dispositivos que foram utilizados no desenvolvimento do picnômetro de gás, assim como os métodos e processos que serão implementados para obter os resultados esperados.

5.1 MATERIAIS

Nesta seção são descritos os sensores e dispositivos eletrônicos que foram usados no desenvolvimento do picnômetro de gás.

5.1.1 TRANSDUTOR DE PRESSÃO ABSOLUTA PS-2107

Para a detecção da pressão no picnômetro, foi utilizado o sensor de pressão PS-2107 fabricado pela PASCO. O instrumento é exibido na figura Figura 5.

O transdutor em questão trabalha em um intervalo de 0 a 700 kPa, precisão de 2 kPa para mais ou para menos, resolução de 0,1 kPa e frequência máxima de 200 Hz. A saída dos dados obtidos pelo equipamento é digital; esses dados são transmitidos para o módulo *bluetooth* acoplado no transdutor (PASCO, 2021b).

Figura 5 – Transdutor de Pressão PS-2107



Fonte – (PASCO, 2021b)

5.1.2 MÓDULO PASCO AIRLINK PS-3200

O módulo AirLink PS-3200 da PASCO é um módulo com saída USB ou sem fio que permite a transmissão dos dados obtidos pelos sensores da PASCO da série PASPORT, inclusive o transdutor de pressão PS-2108. O equipamento contém bateria recarregável e permite a transmissão de dados via BLE para *smartphones* ou computadores que tenham o software SPARKvue instalado em seus sistemas. A Figura 6 exhibe o módulo AirLink (PASCO, 2021a).

Figura 6 – O Módulo Pasco AirLink PS-3200



Fonte – (PASCO, 2021a)

5.1.3 VÁLVULA DE ESFERA

A válvula de esfera mini 1/4", é feita de latão, pesa 0,05 kg cromado, com extremidades com rosca no formato BSP (GENEBRE, 2021). O equipamento trabalha com pressões de até 1600 kPa e sua temperatura de trabalho é de -20°C a 110°C. A Figura 7 mostra a válvula em questão.

Figura 7 – A válvula de esfera mini 1/4"

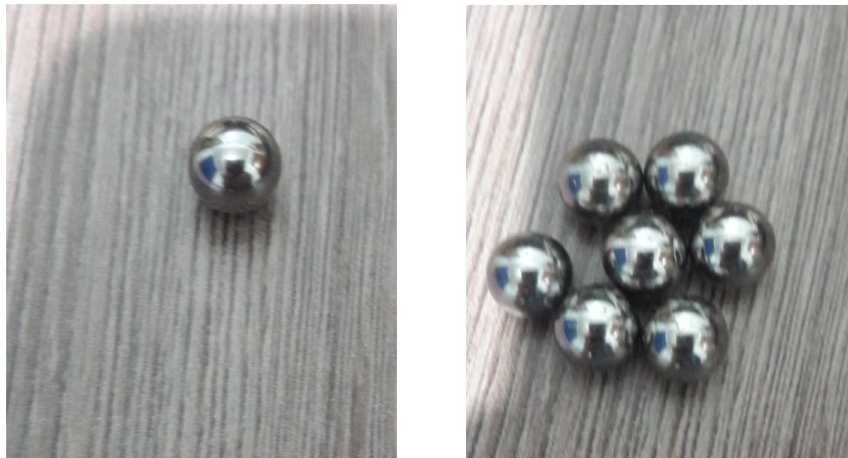


Fonte – (GENEBRE, 2021)

5.1.4 ESFERAS DE AÇO

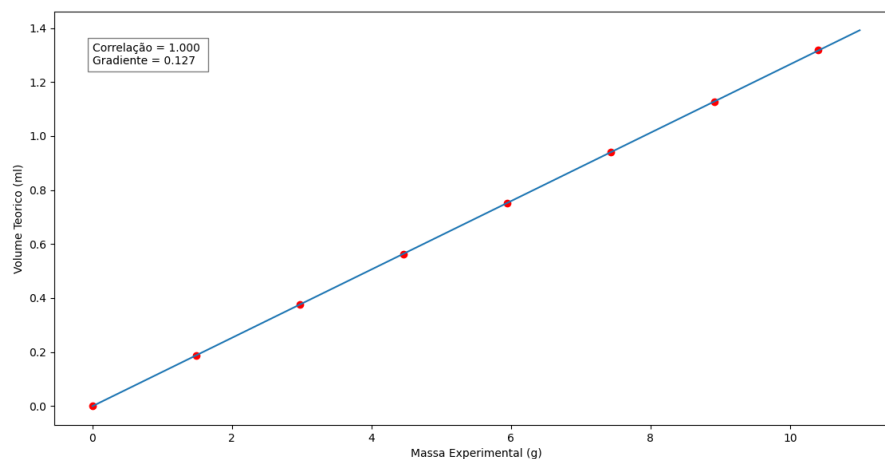
Como corpo de prova para as medições e calibração, utilizou-se 7 esferas de aço retiradas de rolamentos, com igual dimensão. As esferas usadas para medição são exibidas na Figura 8.

Para verificar o diâmetro e as massas de cada esfera, foram utilizados paquímetro e balança de precisão respectivamente. Após obter as medidas foi observado que as esferas

Figura 8 – Esferas de aço utilizadas como corpo de prova e calibração

Fonte – Autoria Própria

tem o mesmo diâmetro e massa: 7,09 mm com 0,02 mm de erro máximo; e 1.4864 g com 0,0001 g de erro máximo. A Figura 9 exibe a relação entre volume teórico a partir dos diâmetros medidos e massa experimental.

Figura 9 – Relação entre volume teórico a partir dos diâmetros medidos e massa experimental

Fonte – Autoria Própria

O volume de uma esfera é calculado como:

$$v = \frac{4\pi r^3}{3} \quad (12)$$

onde r é o raio medido da esfera. Então, com esta equação, é obtido o volume de 0,188 mL por esfera. A densidade foi calculada seguindo a Equação 2.

5.1.5 SERINGA

A pressurização do picnômetro, foi feita manualmente, utilizando uma seringa de 60 mL. As pressões atingidas com esta seringa foram de 120 kPa até 160 kPa. A Figura 10 exibe a seringa utilizada.

Figura 10 – Seringa utilizada como fonte de pressão



Fonte – Autoria Própria

5.2 METODOLOGIA

A explicação do desenvolvimento do picnômetro de gás eletrônico será dividida em três partes: construção da estrutura mecânica, desenvolvimento da parte eletrônica e desenvolvimento do *software* que foram utilizados para análise de dados.

5.2.1 ESTRUTURA MECÂNICA

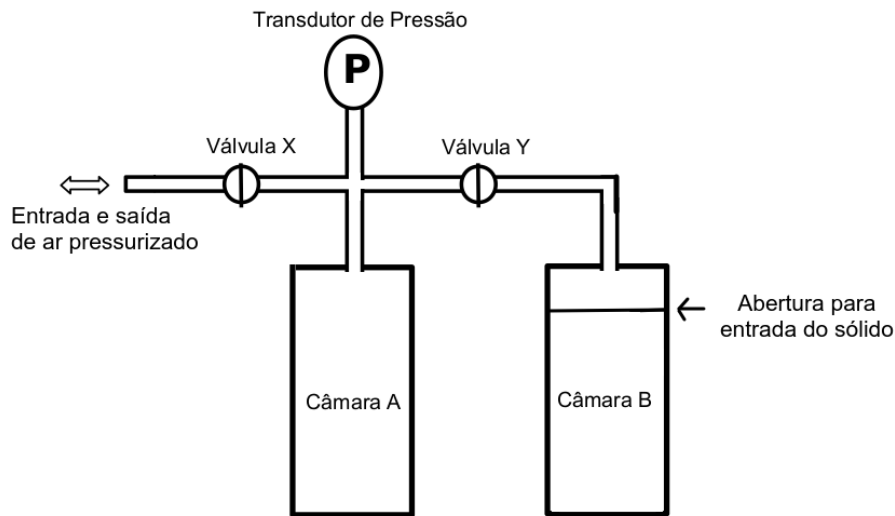
O dispositivo desenvolvido é do tipo de volume constante. Modelo mais conhecido e de construção mais acessível, por não necessitar de sistema de controle de movimento.

A Figura 11 exibe o esquemático da estrutura mecânica do dispositivo desenvolvido. É uma estrutura pneumática composta de câmaras, tubos, válvulas e sensor de pressão, semelhante ao modelo descrito por Tamari (2004).

Para a montagem da estrutura mecânica, foram utilizados os itens exibidos na figura Figura 12: 2 válvulas esferas de latão 1/4 polegada (a); conexões pneumáticas de engate rápido (b); mangueira de ar comprimido com diâmetro de 6 mm (c); borracha “passa fio” (d) e; 2 frascos de vidro na cor âmbar, com volume de 30 mL (e).

A estrutura do picnômetro construído é exibida na Figura 13.

Figura 11 – Esquemático da estrutura mecânica do picnômetro



Fonte – Autoria própria

Figura 12 – Materiais utilizados na construção da estrutura mecânica do picnômetro



Fonte – Autoria própria

5.2.2 PARTE ELETRÔNICA

É a parte responsável pela aquisição e transmissão dos dados obtidos. É composta por transdutor de pressão e módulo *bluetooth*. O transdutor de pressão é conectado a parte mecânica do sistema, permitindo a identificação de pressão do dispositivo.

A Figura 14 exhibe um diagrama de blocos que descreve o processo de obtenção de dados feito pela parte eletrônica do dispositivo. O transdutor de pressão é conectado

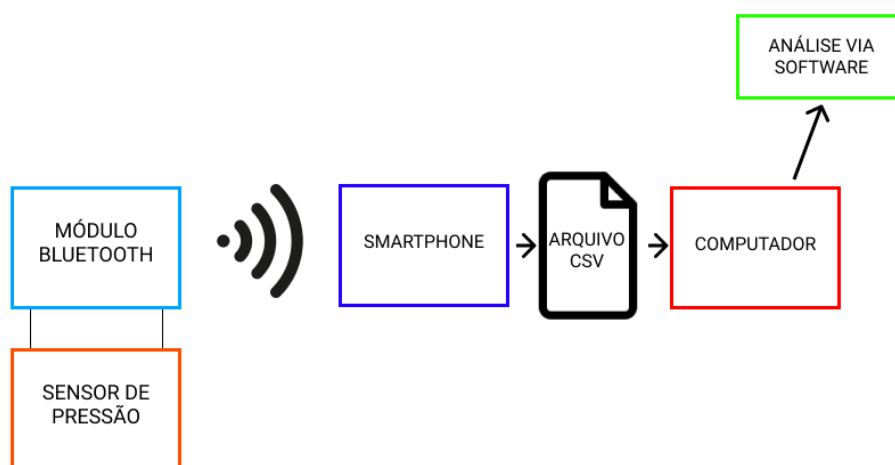
Figura 13 – O picnômetro a gás e seus componentes



Fonte – Autoria própria

a parte mecânica do sistema, permitindo a identificação de pressão no dispositivo. O módulo *bluetooth*, acoplado diretamente ao transdutor de pressão transmite os valores para o *smartphone*, onde a partir do aplicativo de coleção de dados, é gerado um arquivo em CSV. Este arquivo é enviado para um computador, onde é feita a análise dos dados, com o objetivo de calcular o volume.

Figura 14 – Esquemático da parte eletrônica do picnômetro



Fonte – Autoria própria

5.2.3 SOFTWARES

Para este trabalho realizado, foram utilizados dois *softwares*: O primeiro tem com função obter os dados transmitidos pelo módulo *bluetooth*. Este *software* foi desenvolvido pela empresa PASCO (Pasco Scientific., Roseville, CA,. Estados Unidos) e é chamado de *SPARKvue*. O segundo *software* foi desenvolvido pelo autor com o objetivo de obter o cálculo de volume a partir dos valores de pressão medidos pelo picnômetro.

5.2.3.1 SPARKVUE

SPARKvue é um *software* desenvolvido pela PASCO que realiza a coleção de dados medidos pelos módulos e sensores sem fio produzidos pela empresa; além disso permite o compartilhamento dos dados, possibilitando enviar arquivos em CSV ou em outros formatos para aplicativos e plataformas. O *software* em questão está disponível para vários sistemas operacionais; neste trabalho foi usado sua versão para Android. (PASCO, 2021c)

5.2.3.2 SOFTWARE DE CÁLCULO

O *software* para cálculo de volume foi desenvolvido usando linguagem Python. Decidiu-se nomear de SPIC (*software* do picnômetro). Ao executar o *software* é inicializada uma interface gráfica, que permite a seleção dos dados que serão utilizados para o cálculo de densidade, e por fim, a realização do cálculo. A Figura 16 exhibe a interface gráfica de seleção.

Figura 15 – O software SPARKvue



Fonte – (PASCO, 2021c)

Devem ser preenchidos corretamente todos os campos, para uma correta execução do *software*, como o caminho do arquivo CSV que contém a série temporal dos valores de pressão obtidos pelo transdutor e o modo de seleção dos valores de pressão: seleção manual ou automática.

Na seleção manual, o usuário seleciona os intervalos de amostras para P_i , P_m e P_f . Para cada valor de pressão, o usuário deve escolher o ponto inicial e final do intervalo de amostras, e com a média dessas amostras se tem o valor da pressão.

Com a seleção automática, o usuário seleciona, com apenas um clique os intervalos de amostras para P_i e P_m . O modo de seleção automática calcula os valores de pressão conforme abaixo:

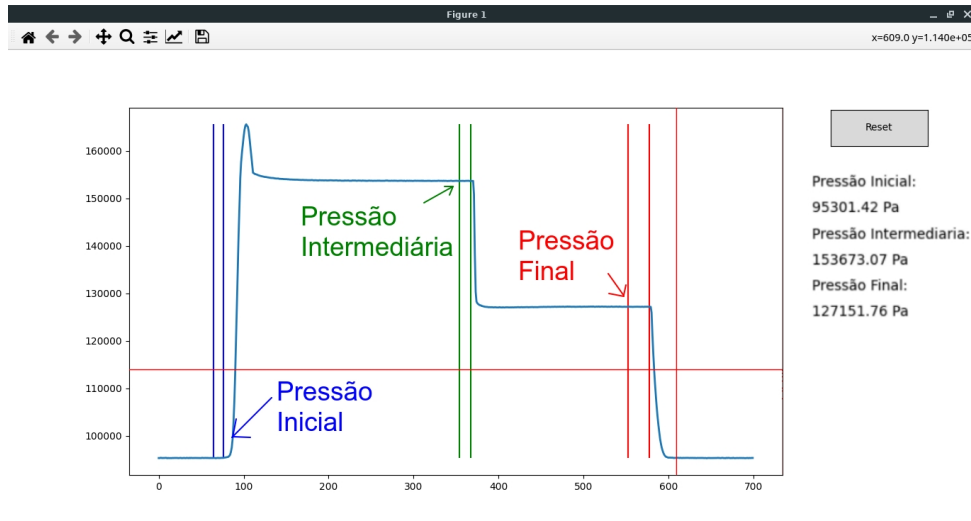
- Para calcular P_i , o usuário clica em um ponto e o sistema calcula a média da região referente as 20 amostras a partir deste ponto;
- Para calcular P_m , o usuário clica em um ponto e o sistema calcula a média da região referente as 20 amostras anteriores a este ponto;
- O sistema calcula automaticamente P_f , considerando 20 amostras, contando a partir da trigésima amostra pós P_m , que foi um ponto de medição adotado no processo de seleção automática.

O modo de seleção automática foi desenvolvido tendo em vista a necessidade de seguir padrões na etapa de seleção de dados, para evitar erros provenientes do usuário ou de aleatoriedades.

O *software* de cálculo do volume foi desenvolvido por meio do ambiente de desenvolvimento integrado (em inglês *Integrated Development Environment* - IDE) Spyder (SPYDER, 2021), em conjunto com as bibliotecas PyQt5, Matplotlib, Numpy e Scify.

O cálculo de volume é realizado com os valores de pressão inicial, pressão intermediária, pressão final e volume das duas câmaras. Com esses valores o *software* calcula o valor do fator de volume do sólido na câmara B do picnômetro, conforme a equação 10.

Figura 16 – *Software de cálculo de volume*



Fonte – Autoria Própria

6 PROCESSO

Nesta seção será descrito o processo que foi realizado para a obtenção dos dados no picnômetro. A explicação do processo será dividida em duas partes: A medição e a análise de dados.

6.1 MEDIÇÃO

É a parte do processo onde o sólido é inserido no picnômetro e é realizada a pressurização e medição das pressões obtidas. A Figura 13 mostra o picnômetro e a localização de seus componentes, que são mencionados na explicação do processo.

O processo de medição consiste nas seguintes etapas:

1. Inserir o sólido na câmara B;
2. Ligar o módulo *bluetooth* acoplado com o transdutor de pressão;
3. Abrir as válvulas X e Y para permitir a equalização das pressões nas câmaras;
4. Iniciar o software SPARKvue. Optou-se por utilizar o *software* em sua versão para Android devido a mobilidade (etapa (a) da Figura 17);
5. Identificar o transdutor de pressão na opção *bluetooth* do SPARKvue e conectar com o dispositivo (etapa (b) da Figura 17);
6. Iniciar a captura de dados no SPARKvue (etapas (c) e (d) da Figura 17);
7. Fechar válvula Y para isolar câmara B da câmara A;
8. Pressurizar câmara A e fechar válvula X logo depois;
9. Abrir válvula Y para permitir expansão do gás;
10. Finalizar captura de dados (etapa (e) da Figura 17);
11. Exportar arquivos em formato CSV e salvar no computador (etapa (f) da Figura 17).

6.2 ANÁLISE DE DADOS

A parte do processo relacionada à análise de dados consiste nas seguintes etapas:

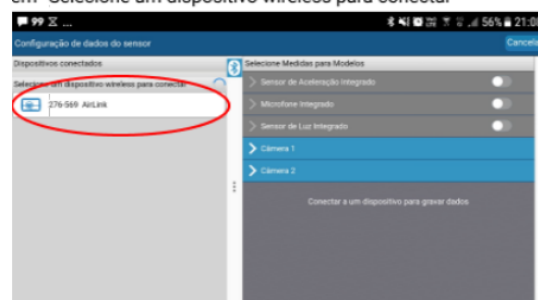
1. Executar o SPIC;
2. Após a abertura do *software*, preencher os todos os campos da página inicial;

Figura 17 – Etapas do processo a serem feitas no *software* SPARKvue

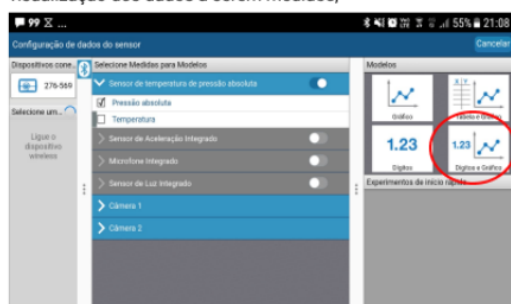
(a) clicar em "Dados do Sensor";



(b) Com o bluetooth ligado, encontre o módulo do transdutor em "Selecione um dispositivo wireless para conectar"



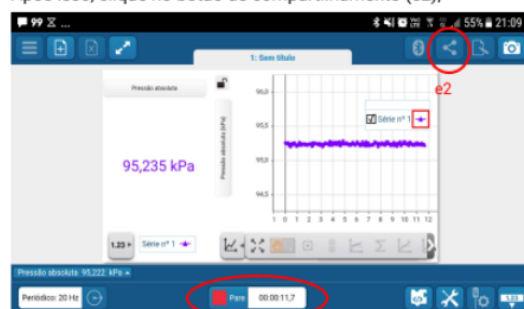
(c) Em "Modelos", escolha "Digitos e Gráfico" para melhor visualização dos dados a serem medidos;



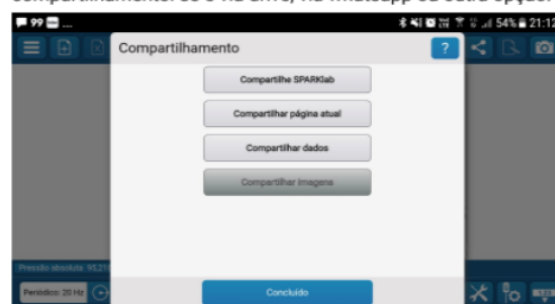
(d) Clique em "Iniciar" para dar início as medições de pressão;



(e) Quando houver finalizado as medições, clique em "Pare" (e1). Após isso, clique no botão de compartilhamento (e2);



(f) Clique em "Compartilhar Dados" e escolha a opção de compartilhamento: se é via drive, via whatsapp ou outra opção.



Fonte – Autoria própria

3. Clicar no botão "Adicionar" para abrir a página "Adicionar Amostra". Nesta página é possível fazer upload dos arquivos CSV que contêm os dados de medição;
4. Preencher os campos da página "Adicionar Amostra";
5. Configurar o modo de seleção, se é automático ou manual;
6. Selecionar dados referentes a pressão inicial. Caso for no modo de seleção automática, basta um clique, que o *software* selecionará as próximas 20 amostras. No modo de seleção manual, deve-se selecionar a região de início e de fim do intervalo de dados;

7. Selecionar dados referentes a pressão intermediária. Caso for no modo de seleção automática, basta um clique, que o *software* selecionará as 20 amostras anteriores. No modo de seleção manual, deve-se selecionar a região de início e de fim do intervalo de dados;
8. Selecionar dados referentes a pressão final caso estiver no modo de seleção manual. No modo automático, o intervalo é selecionado automaticamente;
9. Caso necessário reiniciar, clicar em “Reset”;
10. Clique em “Salvar” para guardar os dados.
11. Para concluir seleção de dados desta amostra, basta clicar no botão “Finalizar”.
12. Ao finalizar o processo de adição dos dados de todas as amostras, há três opções de dados a serem gerados:
 - **Gerar Valores de Densidade:** Gera e salva arquivo csv com os valores de densidade;
 - **Gerar Gráfico de Correlação:** Gera, salva e exibe gráfico de correlação das amostras.
 - **Gerar Gráfico Geral:** Gera, salva e exibe gráfico exibindo todos os pontos selecionados.
13. Após concluir e gerar todos os dados desejados, basta fechar o *software* para encerrá-lo.

Para melhor explicação, verificar o Apêndice A que descreve detalhadamente o processo de análise dos dados.

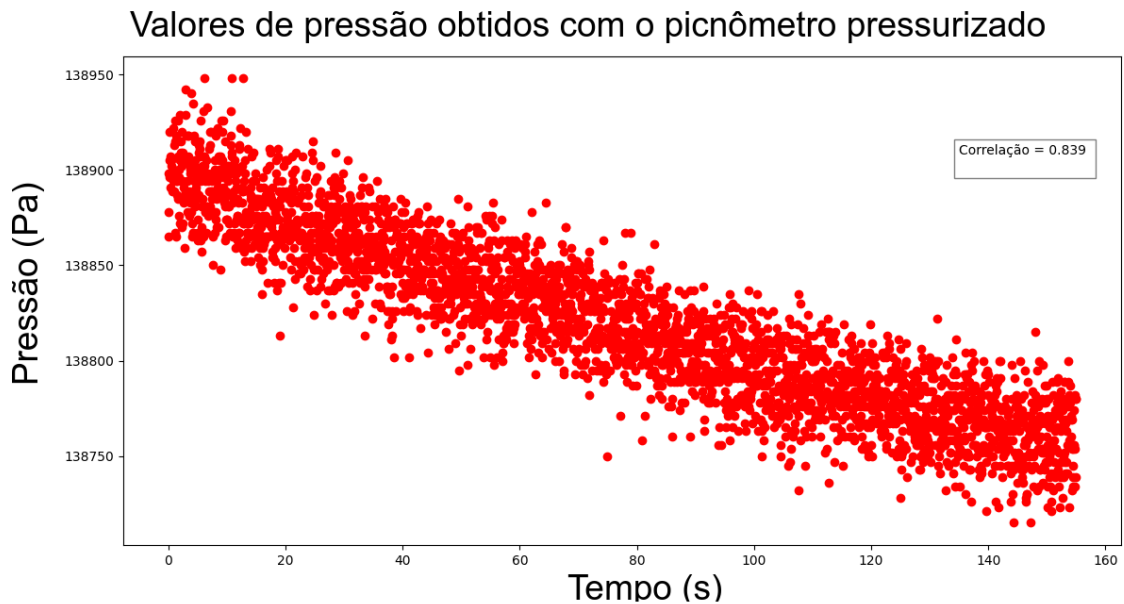
7 RESULTADOS

Para verificação da eficiência, capacidades e características do picnômetro, foram realizados testes e medidas. Esta seção exibe os testes de vazamento e medições de calibração de volume.

7.1 TESTE DE VAZAMENTO

Para teste do sistema e de suas conexões, foi realizada análise com o intuito de verificar vazamentos de ar no picnômetro. Para isso, foi feita a pressurização do sistema, mantendo ar pressurizado na câmara A por uma certa quantidade de tempo, com as válvulas X e Y fechadas. Este teste serviu para verificar principalmente o nível de vazamento na região da câmara A. A frequência de medição do transdutor é de 100 Hz, ou seja, uma medição a cada 0,01 segundos. A Figura 18 exibe os dados obtidos ao pressurizar o sistema com aproximadamente 139 kPa durante 150 segundos.

Figura 18 – Valores de pressão obtidos com o picnômetro pressurizado para medição de vazamento



A curva do vazamento é representada pela Equação 13:

$$P = 138891 - 0,919t \quad (13)$$

, sendo que:

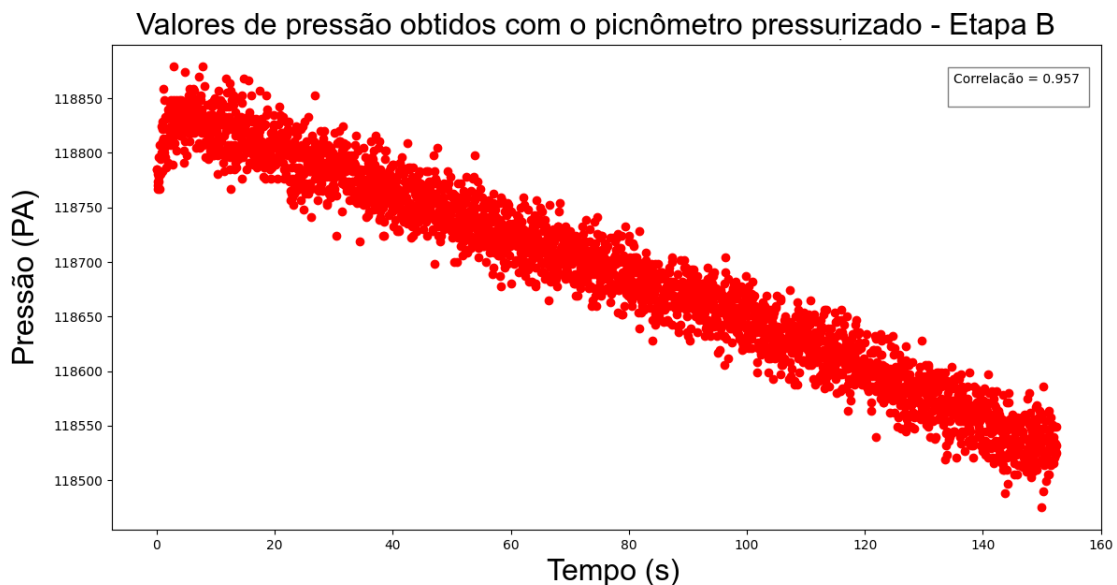
- P é o valor da pressão em Pa;

- t é o tempo em segundos.

A partir da Equação 13, a taxa de vazamento obtida ao manter pressurizada a região da câmara A foi de 0,919 Pa/s. A perda de pressão durante 150 segundos foi de aproximadamente 0,1%.

Após a etapa referente as medições exibidas na Figura 18, a válvula Y foi aberta, expandindo o ar para a câmara B. Este teste serviu para medir o vazamento em todo o sistema do picnômetro, que envolve toda a região da câmara A, do transdutor, e conexões juntamente com a câmara B. Foi realizada a medição de pressão novamente por 150 segundos, o que é exibido na Figura 19.

Figura 19 – Valores de pressão obtidos com o picnômetro pressurizado para medição de vazamento - Etapa B



Fonte – Autoria própria

A equação da curva dos dados medidos na Figura 19 é de:

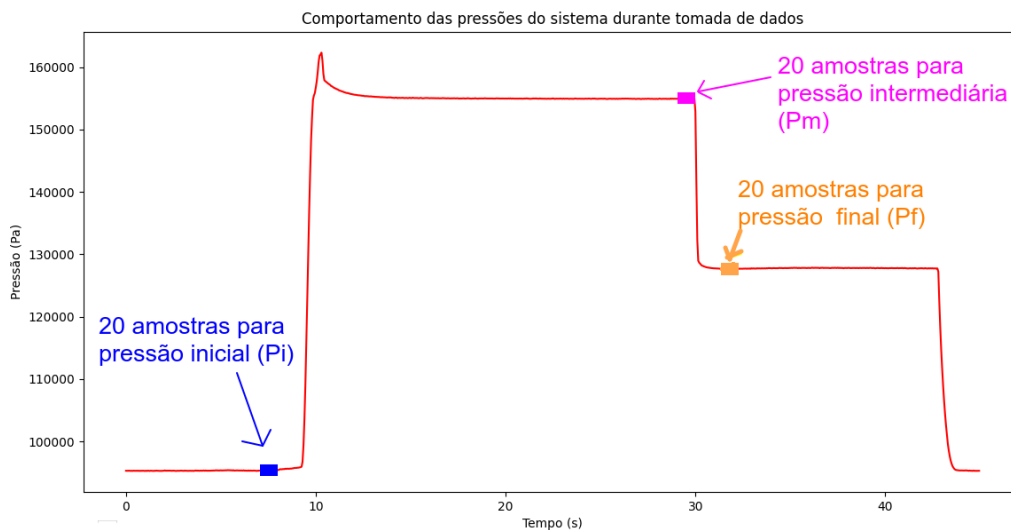
$$P = 118845 - 2,036t \quad (14)$$

Nesta medição, a taxa de vazamento obtida foi de 2,036 Pa/s. O tempo necessário para realizar uma medição de pressão, é de aproximadamente 15 segundos: Pode-se considerar 7,5 segundos entre a transição de P_i e P_m e; 7,5 segundos entre a transição de P_m e P_f . Considerando este intervalo de tempo, chega-se a um valor de perda de pressão de 22,165 Pa, que é um valor dentro do esperado e considerado baixo, dada a magnitude dos valores de pressurização, que variam de 90 a 160 kPa.

7.2 TOMADA DE DADOS

A tomada de dados foi realizada considerando as informações descritas na seção 7.1, onde foram demonstradas as taxas de vazamento do picnômetro construído. Para evitar a influência destes vazamentos no cálculo de volume, e utilizou-se o *software* no modo seleção automática. Os dados são exibidos na Figura 20.

Figura 20 – Comportamento das pressões durante tomada de dados e região de seleção



Fonte – Autoria própria

Portanto, para o sistema calcular P_f de maneira correta, a seleção de P_m no *software* durante o processo de escolha de dados, deve ser exatamente na borda entre a queda de pressão, pós abertura da válvula Y.

7.3 MEDIÇÕES DE VOLUME

Para verificar a aplicabilidade do dispositivo desenvolvido, foram realizadas medições com esferas maciças de rolamento. A Tabela 1 exibe os valores de volume obtidos a partir dos diâmetros e a massa que foram medidos.

Com os volumes e massas obtidos, foi realizado o cálculo das densidades. Posteriormente, foram feitas medidas utilizando o método de Arquimedes, método que utiliza a relação entre empuxo da água e volume para calcular o volume de sólidos. Para os testes utilizando o método de Arquimedes, foi utilizado o kit de densidade ME-DNY-43 da Mettler-Toledo (2021). A Tabela 2 exibe os valores de densidade.

A diferença dos valores de densidade encontrados pelo cálculo com volume e pelo método de Arquimedes, foi de 2,607%. Para verificar se as variações entre as medidas apresentam comportamento de distribuição normal, foi aplicado o teste de Shapiro-Wilk.

E para ambos os grupos o resultado foi positivo para distribuição normal. No teste de Shapiro-Wilk, uma distribuição é normal se o valor P foi maior que 0,05. Para os valores de densidade da primeira coluna da Tabela 2 o valor P foi de 0,5925; para os valores da segunda coluna, o valor P foi de 0,0913.

Tabela 1 – Volume teórico e massa experimental das esferas

Volume Teórico (mL)	Massa Experimental (g)
0,188	1,4864
0,186	1,4864
0,188	1,4864
0,189	1,4864
0,189	1,4864
0,187	1,4864
0,191	1,4864

Fonte – Autoria Própria

Tabela 2 – Densidade das esferas calculadas por meio da relação de volume e método de Arquimedes (g/mL)

Pela relação entre volume teórico e massa experimental	Pelo método de Arquimedes
	7,898
	7,932
	7,920
	7,907
	7,898
	7,909
	7,893
	7,690
	7,686
	7,704
	7,700
	7,686
	7,700
	7,685

Fonte – Autoria Própria

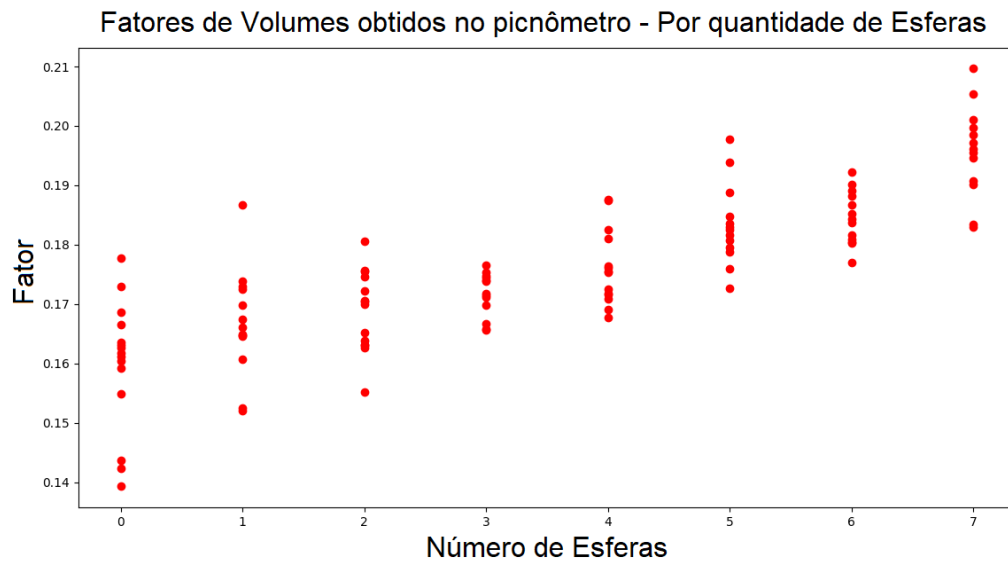
Foram feitas mensurações no picnômetro com a câmara B vazia; então repetiu-se o procedimento, incrementando 1 esfera por vez, até chegar a quantidade de 7 esferas. Para cada quantidade de esfera, foram realizadas 13 medidas. A Figura 21 exhibe os dados obtidos.

Calculando a média dos fatores obtidos para cada esfera e o desvio padrão, foram obtidos os dados exibidos na Figura 22. A correlação obtida neste conjunto de dados é de 0,958, o que apresenta uma boa linearidade com o volume das esferas medidas.

7.4 CALIBRAÇÃO

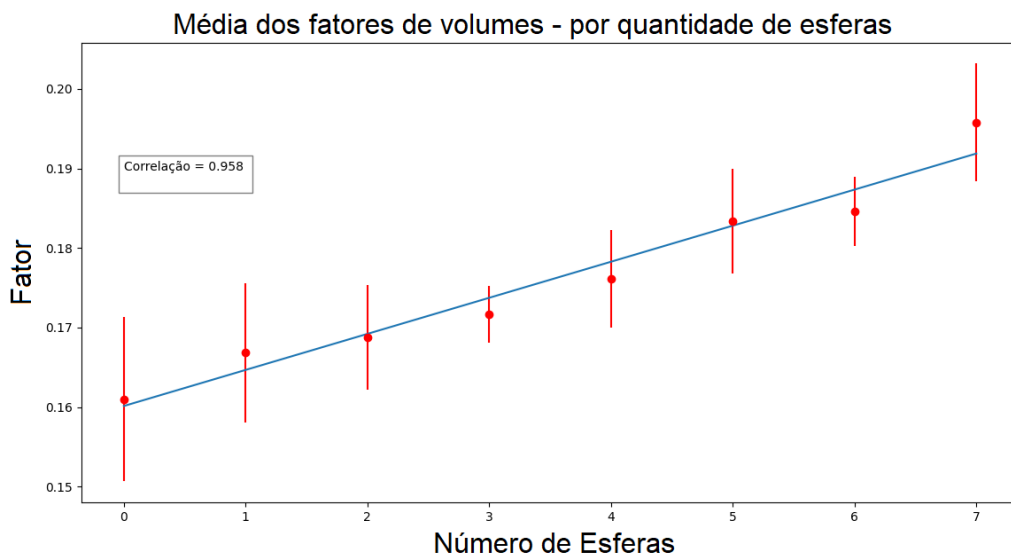
Para o picnômetro desenvolvido se tornar aplicável em situações práticas de medição de volume, se faz necessário fazer a calibração, que consiste em aplicar uma relação entre os fatores obtidos nas mensurações com valores de volume em mL.

Figura 21 – Fatores de volumes obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas.



Fonte – Autoria própria

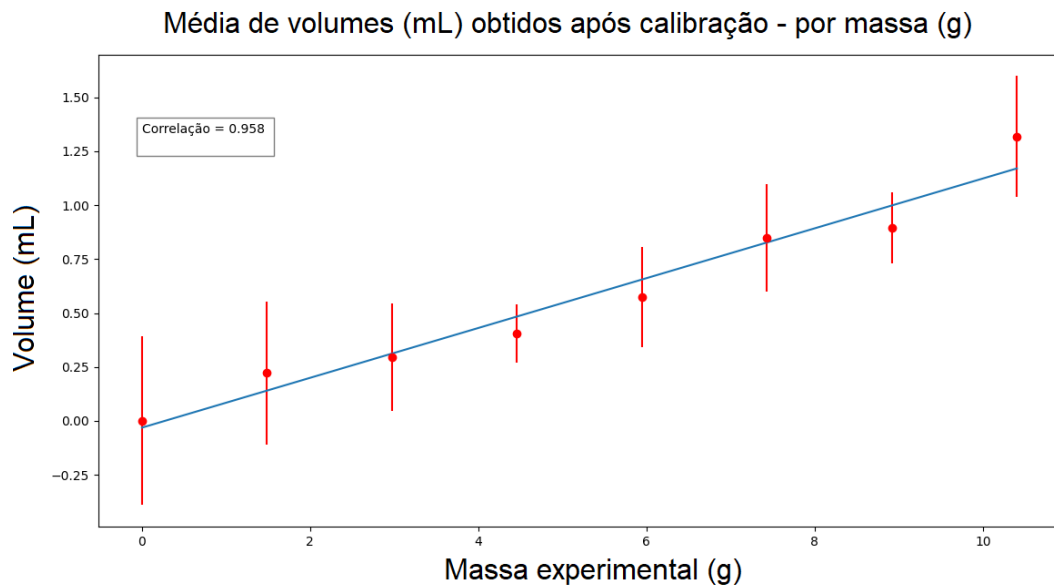
Figura 22 – Média dos fatores de volumes obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas.



Fonte – Autoria própria

Foi realizada então a conversão dos fatores para volumes em mL, tendo como base os valores de volume das esferas calculados por meio da relação geométrica entre raio e volume. Os valores medidos convertidos para mL após calibração são exibidos na Figura 23. Observa-se valores de volume negativos nesta figura, isso se dá pois o valor de volume de 0 mL é a média de todas as medidas a vazio, e as medidas que ficaram abaixo da média ficam com valores abaixo de 0.

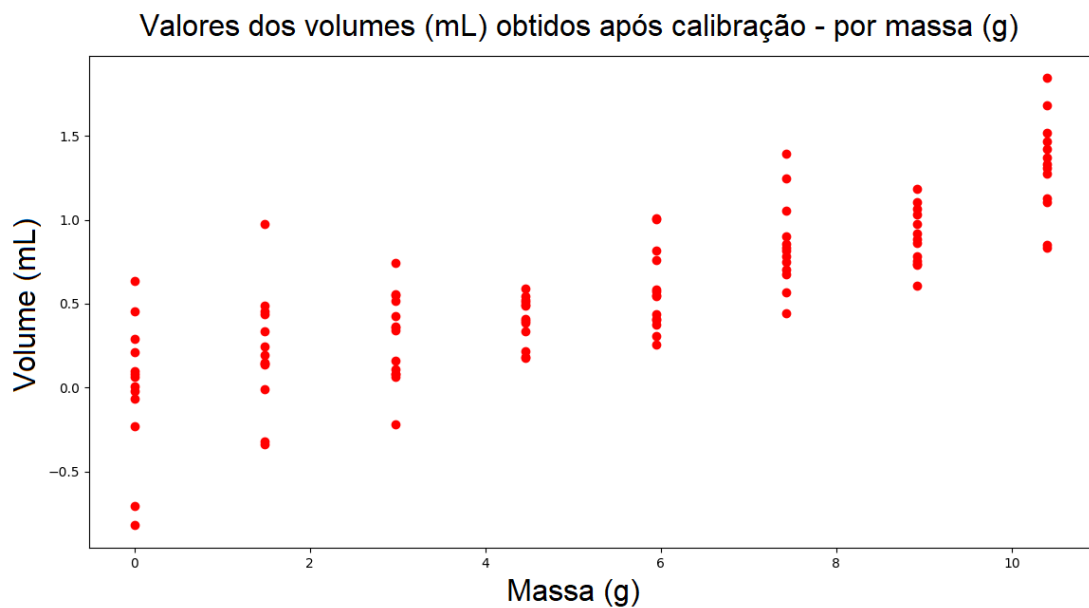
Figura 23 – Valores de volume em mL, obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas, após calibração.



Fonte – Autoria própria

A Figura 24 exibe a média dos valores de volumes em mL, obtidos após a calibração. A correlação obtida também foi 0,958, já que os valores exibidos neste gráfico é a transformação dos fatores da Figura 22 para valores em mL.

Figura 24 – Média dos volumes em mL, obtidos no picnômetro, no processo de medição das esferas, após calibração.



Fonte – Autoria própria

8 CONCLUSÃO

No início do desenvolvimento deste projeto, almejou-se desenvolver um dispositivo capaz de possibilitar medições de volume. Os resultados obtidos nos testes aplicados no dispositivo foram de uma maneira geral positivos, sendo atingido com êxito o objetivo de identificar pequenas variações de volume por meio da variação de pressão.

Na montagem da estrutura mecânica, foram feitos diversos testes com materiais e peças diferentes, até finalmente chegar ao dispositivo atual. Nesta etapa, a principal dificuldade foi encontrar uma maneira de evitar o máximo possível a queda de pressão. Isso foi resolvido de maneira satisfatória utilizando as câmaras de vidro e isolamentos com borracha “passa fio”.

O *software* desenvolvido, possibilitou a análise de dados de maneira mais rápida e eficiente, e com seus dois modos de seleção, foram viabilizados dois tipos de experiência no processo de análise: com a seleção manual, a interação didática do usuário com os dados a serem analisados; com a seleção automática uma escolha de dados mais confiável.

Sobre os valores obtidos na medição de volume o ponto negativo foi o alto índice de desvio padrão entre medições de uma mesma amostra, o que sugere a necessidade de um grande número de medições para obter um resultado sólido. Pontos positivos foram a correlação entre as médias das amostras, que permitiram identificar variações de aproximadamente 0,1 mL, além da baixa taxa de vazamento de ar durante o período de medição.

Com o fim do desenvolvimento deste projeto, percebe-se que o dispositivo desenvolvido pode ser usado em aplicações didáticas nos estudos de estruturas de sólidos, e aprimorado em trabalhos futuros.

9 TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para desenvolvimento em futuros trabalhos, seguem os seguintes pontos:

- Aprimorar a estrutura mecânica, de modo a reduzir a taxa de vazamento;
- Desenvolver sistema de pressurização de ar, permitindo uma taxa fixa e um maior nível de precisão nas medições;
- Estudos com caracterização de materiais a partir dos volumes obtidos.

REFERÊNCIAS

- CHANG, R. **Química Geral**. [S.l.]: McGraw Hill Brasil, 2009. ISBN 9788563308177.
- GENEBRE. **GENEBRE: VÁLVULA ESFERA MINI F-F**. 2021. <<https://www.genebre.com.br/valvula-esfera-mini-f-f>>. Accessed: 2021-09-15.
- METTLER-TOLEDO. **Density Kit MS-DNY-43**. 2021. <https://www.mt.com/br/pt/home/phased_out_products/Laboratory_Weighing_Solutions/Accessories/density-kits-and-accessories/Density-kit-MS-DNY-43.html>. Accessed: 2021-12-03.
- OLIVEIRA, J. M. d. e. a. Projeto e construção de um picnômetro a ar para caracterização de insumos e produtos farmacêuticos. **Química Nova**, v. 33, n. 6, p. 1384–1388, 2010.
- PASCO. **AirLink Interface - PS3200**. 2021. <<https://www.pasco.com/products/interfaces-and-dataloggers/ps-3200>>. Accessed: 2021-09-13.
- PASCO. **PASPORT Absolute Pressure Sensor Manual**. 2021. <<https://www.pasco.com/products/sensors/pasport/ps-2107>>. Accessed: 2021-09-13.
- PASCO. **SPARKvue - Data Collection and Analysis Software**. 2021. <<https://www.pasco.com/products/software/sparkvue>>. Accessed: 2021-09-10.
- QINSUN. **Gas pycnometer and mercury pycnometer**. 2021. <https://www.alibaba.com/product-detail/Gas-pycnometer-and-mercury-pycnometer_60679808312.html?spm=a2700.7724857.normal_offer.d_title.42b859a9j1R6Vo>. Accessed: 2021-12-15.
- SAY, H. D'un instrument propre à mesurer le volume des corps, sans les plonger dans aucun liquide. **Ann. Chim**, v. 23, p. 1–27, 1797.
- SPYDER. **Spyder IDE**. 2021. <<https://www.spyder-ide.org/>>. Accessed: 2021-09-10.
- TAMARI, S. Optimum design of the constant-volume gas pycnometer for determining the volume of solid particles. **Measurement Science and Technology**, IOP Publishing, v. 15, n. 3, p. 549, 2004.
- TANDESKE, D. **Pressure Sensors: Selection and Application**. Taylor & Francis, 1990. (Mechanical Engineering). ISBN 9780824783655. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?id=MnxJJSI_OsQC>.
- THOMAZINI, D.; ALBUQUERQUE, P. D. **Sensores Industriais - Fundamentos E Aplicações**. ERICA. ISBN 9788536500713. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?id=GJV7PgAACAAJ>>.
- VIJAYACHITRA, S. **TRANSDUCERS ENGINEERING**. Prentice Hall India Pvt., Limited, 2016. ISBN 9788120352537. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?id=XByvDAAAQBAJ>>.
- YEFIMOV, N. et al. **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications**. Elsevier Science, 2009. (Handbook of Non-ferrous Metal Powders: Technologies and Applications). ISBN 9780080559407. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?id=6aP3te2hGuQC>>.

ÇENGEL, Y. A.; CIMBALA, J. M. **Mecânica dos Fluidos**. 3. ed. [S.l.]: AMGH Editora Ltda, 2015.

APÊNDICE A – ROTEIRO PARA EXPERIMENTOS

Este roteiro tem como objetivo auxiliar o estudante a realizar experimentos de cunho didático com o picnômetro a gás desenvolvido. A Figura 25 exhibe o picnômetro e a identificação de seus componentes.

Figura 25 – O picnômetro a gás e seus componentes



Fonte – Autoria própria

O roteiro de execução do experimento é dividido em duas partes: medição e análise de dados.

A.1 MEDIÇÃO

Nesta parte do experimento é realizada a inserção do sólido na câmara, pressurização do dispositivo e medição das pressões.

O processo de medição consiste nas seguintes etapas:

- Inserir o sólido na câmara B, conforme exibido na Figura 26;

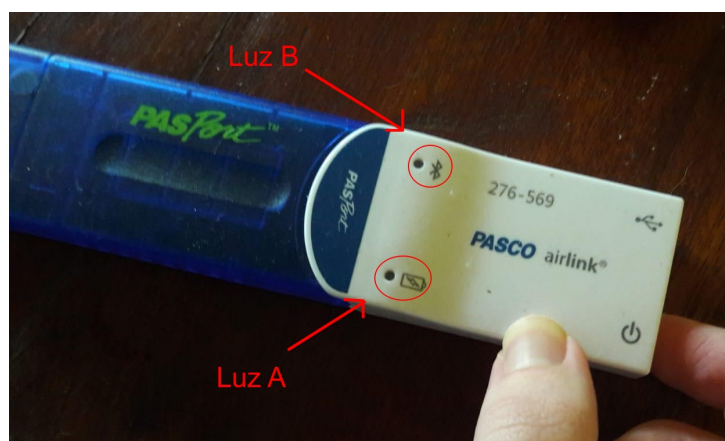
Figura 26 – A inserção de sólido na câmara B



Fonte – Autoria própria

- Ligar o módulo *bluetooth* acoplado com o transdutor de pressão, de acordo com a Figura 27. Ao ligar a luz A irá piscar uma vez e após isso a luz B piscará constantemente com a frequência de alguns segundos;

Figura 27 – Processo de ligação do módulo *bluetooth*, acoplado com o transdutor de pressão



Fonte – Autoria própria

- Abrir as válvulas X e Y para permitir a equalização das pressões nas câmaras. A Figura 28 mostra a posição da válvula no modo aberto (a) e fechado (b);
- Iniciar o *software* SPARKvue. Foi optado por utilizar o *software* em sua versão para Android devido a mobilidade (etapa (a) da Figura 29);
- Identificar o transdutor de pressão no na opção *bluetooth* do SPARKvue e conectar com o dispositivo (etapa (b) da Figura 29);

Figura 28 – Válvula no modo aberto (a) e fechado (b)

(a) Válvula Aberta



(b) Válvula Fechada



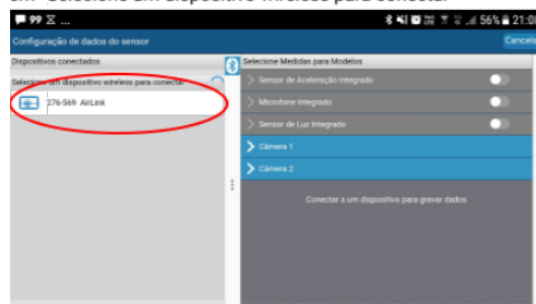
Fonte – Autoria própria

Figura 29 – Etapas do processo a serem feitas no *software* SPARKvue

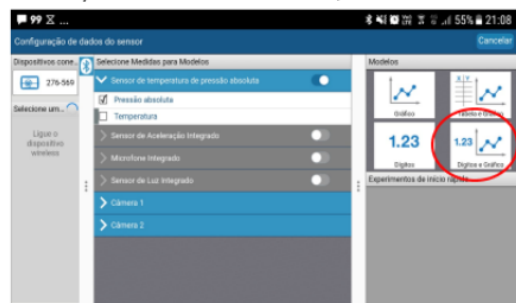
(a) clicar em "Dados do Sensor";



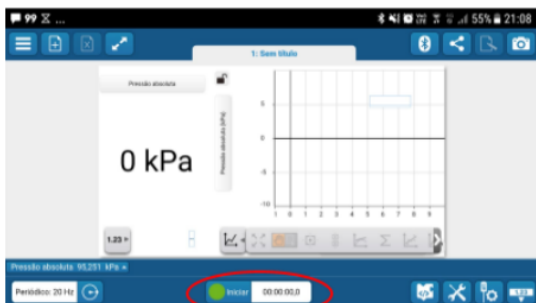
(b) Com o bluetooth ligado, encontre o módulo do transdutor em "Selecione um dispositivo wireless para conectar"



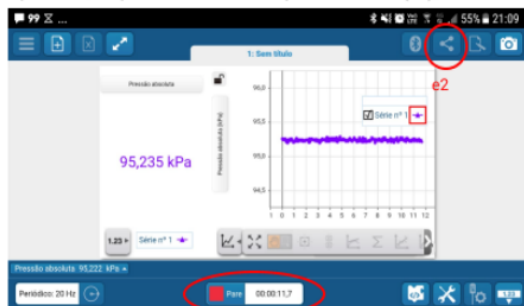
(c) Em "Modelos", escolha "Dígitos e Gráfico" para melhor visualização dos dados a serem medidos;



(d) Clique em "Iniciar" para dar início as medições de pressão;



(e) Quando houver finalizado as medições, clique em "Pare" (e1). Após isso, clique no botão de compartilhamento (e2);



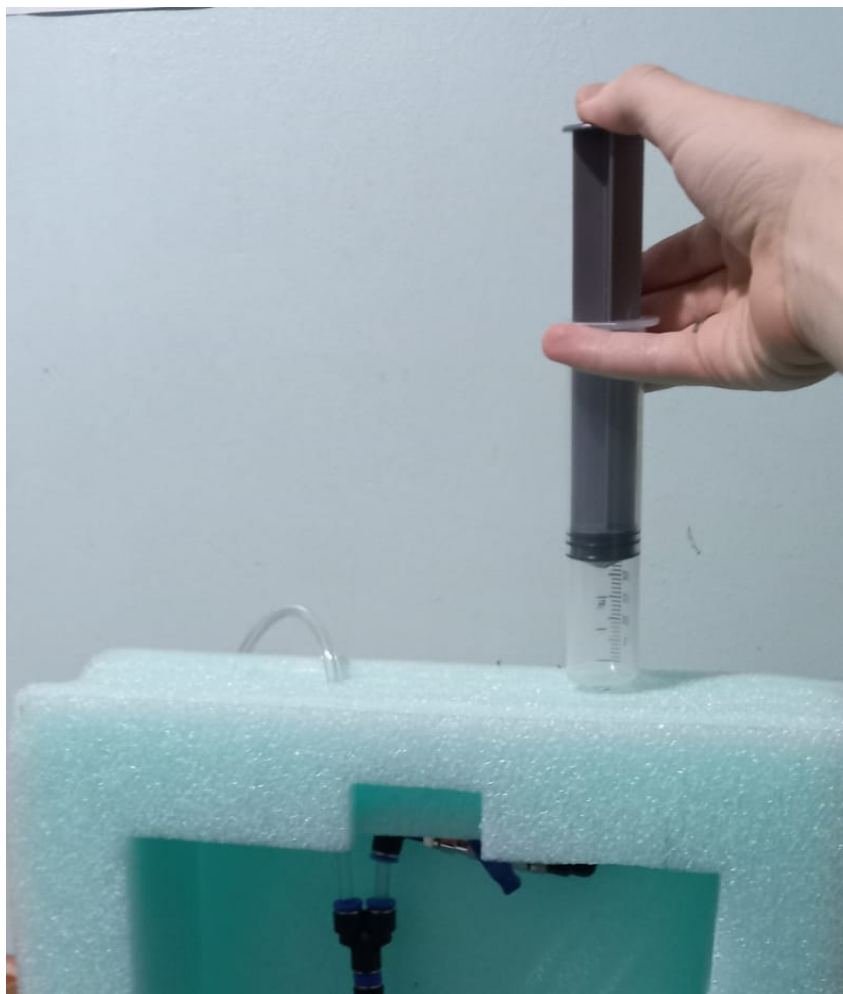
(f) Clique em "Compartilhar Dados" e escolha a opção de compartilhamento: se é via drive, via whatsapp ou outra opção.



Fonte – Autoria própria

- Iniciar a captura de dados no SPARKvue (etapas (c) e (d) da Figura 29);
- Fechar válvula Y para isolar câmara B da câmara A;
- Pressurizar câmara A e fechar válvula X logo depois. A Figura 30 exibe o modo de conexão da seringa usada para pressurização;

Figura 30 – Seringa conectada no picnômetro para pressurização



Fonte – Autoria própria

- Abrir válvula Y para permitir expansão do gás;
- Finalizar captura de dados (etapa (e) da Figura 29);
- Exportar arquivos em formato CSV e salvar no computador (etapa (f) da Figura 29).

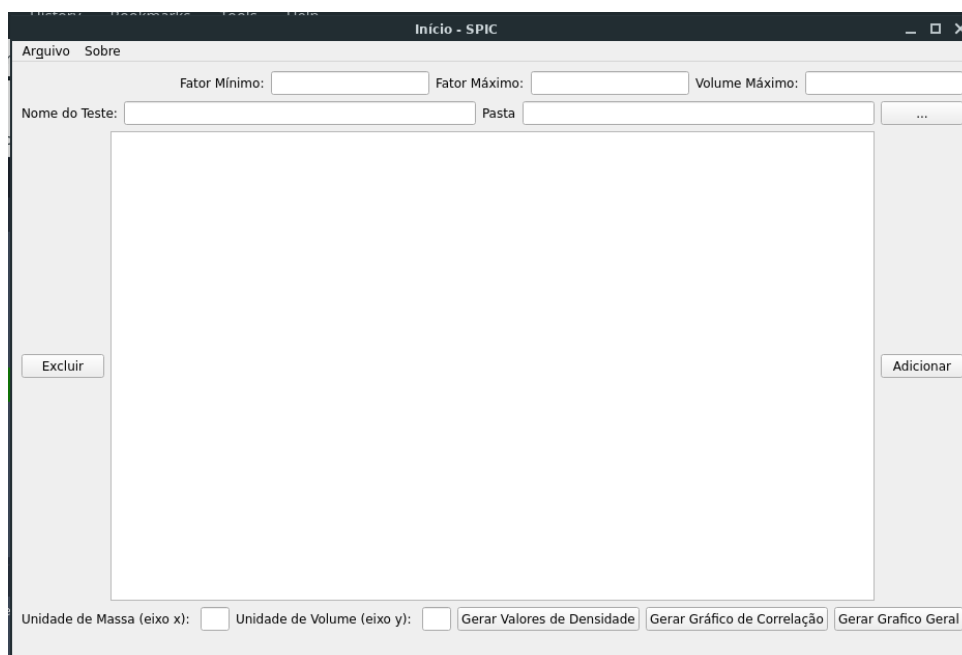
A.2 ANÁLISE DE DADOS

A parte do processo relacionada análise de dados consiste nas seguintes etapas:

- Baixar o *software* SPIC e verificar se o computador está segundo todos os requisitos listados no documento “requirements”.txt, além de ter Python 3 instalado
- Executar o SPIC. Para isso, use o comando abaixo dentro do diretório onde está o *software*:

```
sudo python3 setup.py
```

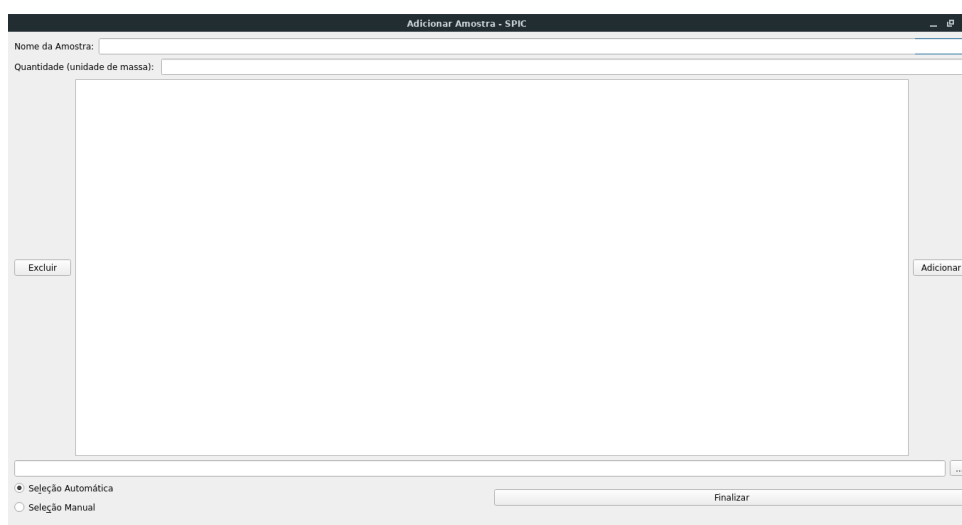
- Após a abertura do *software*, preencher os todos os campos da página inicial. A Figura 31 exibe a página inicial do *software*
 - **Fator mínimo:** O fator mínimo obtido no processo de calibração (caso o processo de calibração não tenha sido feito, considerar 0);
 - **Fator máximo:** O fator máximo obtido no processo de calibração (caso o processo de calibração não tenha sido feito, considerar 1);
 - **Volume máximo:** O volume máximo obtido no processo de calibração (caso o processo de calibração não tenha sido feito, considerar 1);
 - **Nome do teste:** Nome para identificação do teste. Os arquivos de saída serão especificados com este nome;
 - **Pasta:** O diretório onde os arquivos serão salvos. Deve-se clicar no botão (...) ao lado para escolher o diretório.
 - **Unidade de Massa (eixo x):** É a unidade de massa das medições, (por exemplo: gramas).
 - **Unidade de Volume (eixo y):** É a unidade de volume das medições, (por exemplo: mililitros (mL); ou fator, se estiver realizando calibração).
- Clicar no botão “Adicionar” para abrir a página “Adicionar Amostra”. Nesta página é possível fazer upload dos arquivos CSV que contêm os dados de medição. A Figura 32 exibe a página “Adicionar Amostra”.
- Preencher os campos da página “Adicionar Amostra”:
 - **Nome:** O nome dado a amostra para melhor identificação;
 - **Quantidade (unidade de massa):** A quantidade da unidade de massa da amostra. Este item deve ser um valor numérico, sendo digitado no padrão da linguagem *Python*, utilizando ponto como separador decimal (exemplo 1.45);
 - **Upload do arquivo CSV:** O endereço do arquivo CSV gerado pelo *software* SPARKvue. Deve-se clicar no botão (...) ao lado para selecionar o diretório;

Figura 31 – Página inicial do *software* de captura (SPIC)

The screenshot shows the main interface of the SPIC software. The window title is "Início - SPIC". At the top, there are menu options "Arquivo" and "Sobre". Below the menu, there are input fields for "Fator Mínimo:", "Fator Máximo:", and "Volume Máximo:". Underneath these are fields for "Nome do Teste:" and "Pasta:" with a browse button "...". A large empty rectangular area occupies the center of the window. On the left side of this area is a button labeled "Excluir", and on the right side is a button labeled "Adicionar". At the bottom of the window, there are three checkboxes: "Unidade de Massa (eixo x):", "Unidade de Volume (eixo y):", and "Gerar Valores de Densidade". To the right of these are three buttons: "Gerar Gráfico de Correlação" and "Gerar Grafico Geral".

Fonte – Autoria própria

Figura 32 – Página “Adicionar Amostra”



The screenshot shows the "Adicionar Amostra" page of the SPIC software. The window title is "Adicionar Amostra - SPIC". At the top, there are input fields for "Nome da Amostra:" and "Quantidade (unidade de massa):". A large empty rectangular area occupies the center of the window. On the left side of this area is a button labeled "Excluir", and on the right side is a button labeled "Adicionar". At the bottom of the window, there are two radio buttons: "Seleção Automática" (which is selected) and "Seleção Manual". To the right of these is a button labeled "Finalizar".

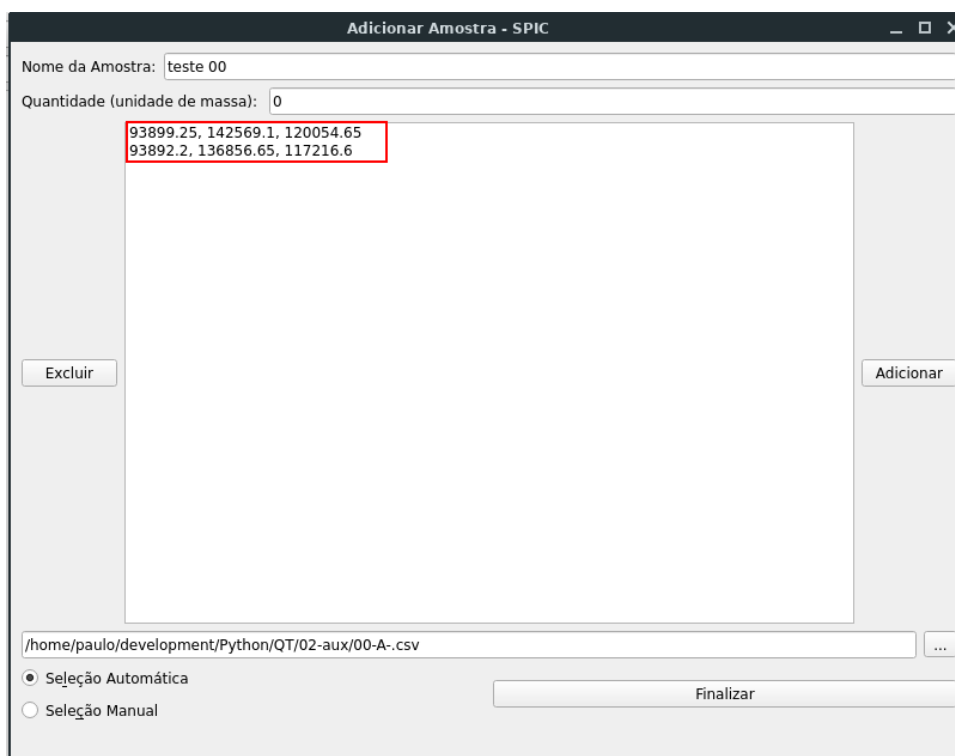
Fonte – Autoria própria

- **Seleção Manual ou Seleção Automática** *Checkbox* para selecionar tipo de seleção dos valores de pressão.
- Clicar no botão “Adicionar” para abrir o campo de seleção de dados. Os modos de seleção de dados são descritos nas subseções A2.1 e A2.2 abaixo;
- Caso queira selecionar mais dados, basta clicar novamente em “Adicionar” e repetir o processo. Pode-se adicionar também dados de outros arquivos CSV para a mesma

amostra. Basta alterar para o diretório do arquivo diferente no campo “Upload do arquivo CSV”;

- Os itens selecionados são exibidos na lista central da página, conforme exibido na Figura 33. Caso seja necessário excluir alguma seleção de dados, basta selecionar o dado com um clique, e apertar o botão “Excluir”;

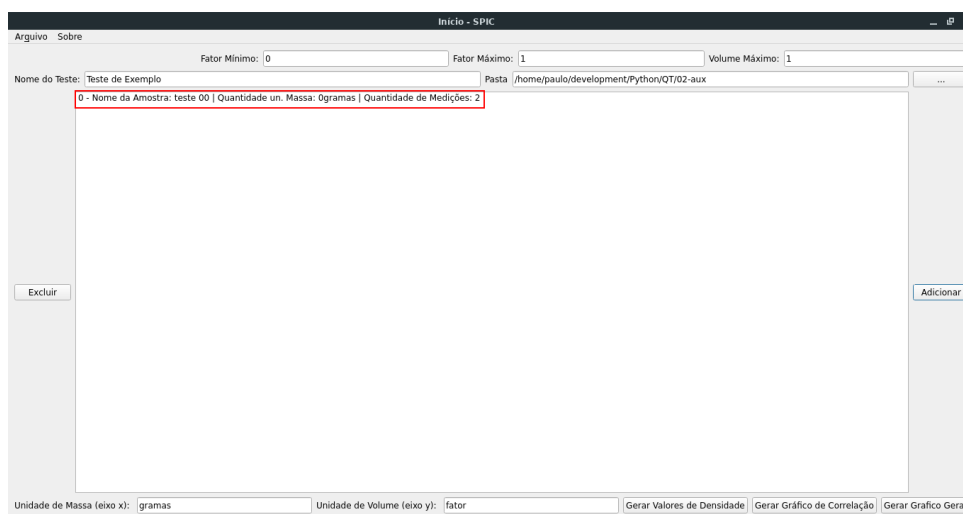
Figura 33 – Página “Adicionar Amostra” com os dados listados



Fonte – Autoria própria

- Para concluir seleção de dados desta amostra, basta clicar no botão “Finalizar”.
- Na página inicial do SPIC, as amostras inseridas são listadas na lista central, conforme Figura 34. Caso seja necessário excluir alguma seleção de dados, basta selecionar o dado com um clique, e apertar o botão “Excluir”. Para adicionar mais amostras, basta clicar no botão “Adicionar” novamente e repetir o processo de seleção de dados;
- Ao finalizar o processo de adição dos dados de todas as amostras, há três opções de dados a serem gerados:
 - **Gerar Valores de Densidade:** Gera e salva arquivo csv com os valores de densidade;
 - **Gerar Gráfico de Correlação:** Gera, salva e exibe gráfico de correlação das amostras.

Figura 34 – Página “Início” com os dados listados



Fonte – Autoria própria

- **Gerar Gráfico Geral:** Gera, salva e exhibe gráfico exibindo todos os pontos selecionados.
- Após concluir e gerar todos os dados desejados, basta fechar o *software* para encerrá-lo.

A.2.1 UTILIZANDO MODO DE SELEÇÃO AUTOMÁTICA

Caso a opção selecionada foi a seleção automática, devem ser seguidas as seguintes etapas:

- Selecionar dados referentes a pressão inicial; Para isso basta um clique no local escolhido, que o *software* selecionará as próximas 20 amostras. A Figura 35 exhibe a interface gráfica após o clique de seleção;
- Selecionar dados referentes a pressão intermediária; Caso for no modo de seleção automática, basta um clique, que o *software* selecionará as 20 amostras anteriores.
- O intervalo da pressão final é selecionado automaticamente com o clique da pressão intermediária. O *software* seleciona as 20 amostras subsequentes a trigésima amostra após o intervalo de pressão intermediária. A Figura 36 exhibe a interface gráfica com os pontos de pressão já selecionados e o volume já calculado ;
- Caso necessário reiniciar, clicar em “Reset”;
- Para salvar os dados clique em “Salvar”.

Figura 35 – Seleção da pressão inicial no modo de seleção automática

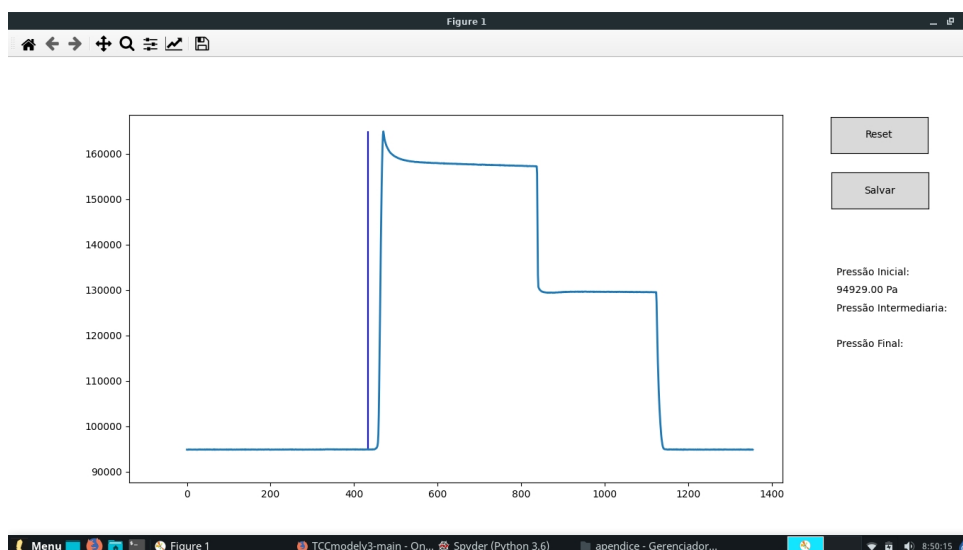
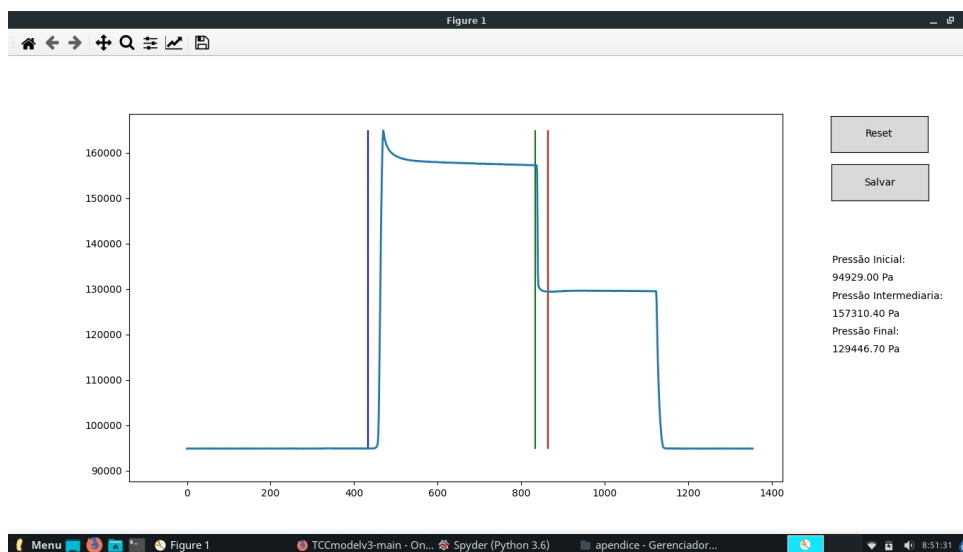


Figura 36 – Intervalos de pressão já selecionados e volume computado no modo de seleção automática



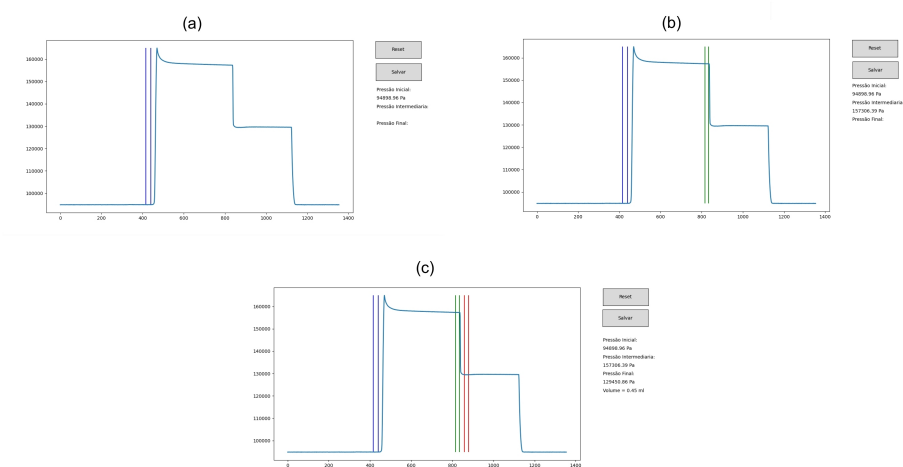
A.2.2 UTILIZANDO MODO DE SELEÇÃO LIVRE

Caso a opção selecionada foi a seleção livre, devem ser seguidas as seguintes etapas:

- Selecionar primeiramente a posição referente ao início do intervalo da pressão inicial. Após isso, clicar na posição referente ao fim do intervalo. a etapa é mostrada em (a) da Figura 37;
- Repetir a etapa anterior para a seleção dos intervalos de pressão intermediária e final. As etapas referentes a pressão intermediária e final, são exibidas em (b) e (c)

da Figura 37;

Figura 37 – A captura de dados no modo de seleção livre



Fonte – Autoria própria

- Repetir a etapa anterior para a seleção dos intervalos de pressão intermediária e final. As etapas referentes a pressão intermediária e final, são exibidas em (b) e (c) da Figura 37;
- Após selecionar os três intervalos de medição, o volume é calculado automaticamente
- Caso necessário reiniciar, clicar em “Reset”;
- Para salvar os dados clique em “Salvar”.

ANEXO A – SOFTWARE DE ANÁLISE DE DADOS

O *software* de análise de dados dos dados obtidos pelo picnômetro a gás desenvolvido (SPIC), foi desenvolvido e testado utilizando o sistema operacional *Ubuntu 16.01*. O SPIC está disponível para *download* na plataforma de hospedagem de códigos-fonte GitHub no link <https://github.com/pa-gaspar/SPICv0>. .