

[Imprimir](#)[Fechar](#)**Referência Completa**

Tipo da Referência Conference Proceedings

Chave Secundária INPE-11555-PRE/6943

Chave de Citação MarcianoBelo:2004:MeEfté

Autor Marciano, Fernanda Roberta  
Beloto, Antonio Fernando

Título Medição da Efusividade Térmica de Líquidos Através de Técnicas Fotoacústicas

Nome do Evento Seminário de Iniciação Científica do INPE (SICINPE)

Localização do Evento São José dos Campos

Ano 2004

Páginas 1-21

Título do Livro Anais

Data 03 e 04 de ago.

Editora (Publisher) INPE

Cidade da Editora São José dos Campos

Organização Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

Repositório do Metadado sid.inpe.br/marciana/2004/11.17.10.58.19

Palavras-Chave SENSORES E MATERIAIS, Efusividade térmica, Fotoacústica, SENSORS AND MATERIALS, Thermal effusivity, Photoacoustics.

Resumo Este trabalho, iniciado em agosto de 2003, teve como objetivo comparar estatisticamente duas técnicas fotoacústicas (a da incidência dianteira, chamada de "convencional", e a da incidência traseira, mais conhecida como configuração de célula fotoacústica aberta (OPC)) no seu uso para a medição da efusividade térmica em líquidos. A idéia foi avaliar a confiabilidade de uso de cada técnica comparando os valores obtidos com estes métodos com os valores conhecidos na literatura, e analisando estatisticamente os resultados obtidos com cada uma delas. As técnicas fotoacústicas emergiram como um valioso método para a caracterização de vários tipos de materiais, oferecendo, em muitos casos, significantes vantagens sobre técnicas tradicionais. O modelo aceito para explicar o efeito fotoacústico em sólidos é o modelo do "pistão acústico" proposto por Rosencwaig e Gersho em 1976, e que é conhecido como o modelo Rosencwaig-Gersho. Neste modelo, luz pulsada absorvida pela matéria é transformada em calor também pulsado, que por sua vez produz aumentos modulados de temperatura e pressão na interface entre a superfície do sólido e o gás adjacente, gerando um som numa câmara fechada. A amplitude do som depende da forma como o material estudado conduz o calor, em particular, depende da difusividade, condutividade e efusividade térmicas. A efusividade térmica é, essencialmente, a impedância térmica da amostra, ou seja, a habilidade que a amostra tem de trocar calor com o meio ambiente. Este parâmetro térmico foi medido usando as técnicas acima mencionadas e que aparecem nas referências 1 e 2. Foram estudados dois líquidos: água bidestilada e glicerol. Para cada líquido foram realizadas 10 medições em cada técnica. A partir daí, foram calculados o valor médio e o desvio padrão de cada um. Para saber se as duas técnicas fornecem o mesmo valor médio da efusividade térmica em cada líquido analisado, um teste t-Student para observações independentes, com nível de significância de 5%, foi realizado. Os valores obtidos com a configuração convencional foram  $0,3223 + 0,1794 \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$  para água e  $0,3379 + 0,1642 \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$  para o glicerol. No caso da configuração OPC os resultados foram  $0,2187 + 0,0532 \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$  para água e  $0,1425 + 0,0211$  para o glicerol  $\text{W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ . Os valores da literatura para ambos líquidos são:  $0,1588 \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$  e  $0,0934 \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$  para água e glicerol respectivamente. A análise estatística entre os valores obtidos em cada caso, mostrou que os valores obtidos para a água são significativamente diferentes e para o glicerol não são significativamente diferentes. Observando os coeficientes de variação em cada caso, pode-se ver que a configuração OPC tem resultados com menor dispersão, o que nos leva a concluir que a medida da efusividade térmica com a configuração OPC é mais confiável do que a configuração convencional.

Ultima Atualização do Metadado 2008:02.20.12.23.47 sid.inpe.br/banon/2003/08.15.17.40 marciana

Site <[mtc-m16.sid.inpe.br](mailto:mtc-m16.sid.inpe.br)>

Idioma pt

Detentor da Cópia SID/SCD

Tipo Secundário PRE CN

Formato Papel

Area FISMAT

Grupo LAS-CTE-INPE-BR  
LAS-CTE-INPE-BR

Afiliação Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP)  
Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Laboratório Associado de Sensores e  
Materiais (INPE. LAS)

Endereço de e-Mail do Autor fernanda@las.inpe.br  
beloto@las.inpe.br

Projeto DIMARE: Diamante e materiais relacionados / Fotoacústica

Permissão de Leitura allow from all

e-Mail (login) marciana

Grupo de Usuários sergio administrator marciana

Visibilidade shown

Data de Acesso 20 fev. 2008

Histórico 2004-12-29 11:28:34 :: sergio -> administrator  
2006-11-09 18:52:44 :: administrator -> sergio  
2008-01-07 12:53:29 :: sergio -> marciana

Estágio do Documento concluído

[atualizar](#)

[Fechar](#)

## Medição da Efusividade Térmica de Líquidos Através de Técnicas Fotoacústicas

Fernanda Roberta Marciano<sup>1</sup> (UNIVAP, Bolsista PIBIC/CNPq)  
Dr. Antonio Fernando Beloto<sup>2</sup> (LAS/CTE/INPE)

### RESUMO

Este trabalho, iniciado em agosto de 2003, teve como objetivo comparar estatisticamente duas técnicas fotoacústicas (a da incidência dianteira, chamada de “convencional”, e a da incidência traseira, mais conhecida como configuração de célula fotoacústica aberta (OPC)) no seu uso para a medição da efusividade térmica em líquidos. A idéia foi avaliar a confiabilidade de uso de cada técnica comparando os valores obtidos com estes métodos com os valores conhecidos na literatura, e analisando estatisticamente os resultados obtidos com cada uma delas. As técnicas fotoacústicas emergiram como um valioso método para a caracterização de vários tipos de materiais, oferecendo, em muitos casos, significantes vantagens sobre técnicas tradicionais. O modelo aceito para explicar o efeito fotoacústico em sólidos é o modelo do “pistão acústico” proposto por Rosencwaig e Gersho em 1976, e que é conhecido como o modelo Rosencwaig-Gersho. Neste modelo, luz pulsada absorvida pela matéria é transformada em calor também pulsado, que por sua vez produz aumentos modulados de temperatura e pressão na interface entre a superfície do sólido e o gás adjacente, gerando um som numa câmara fechada. A amplitude do som depende da forma como o material estudado conduz o calor, em particular, depende da difusividade, condutividade e efusividade térmicas. A efusividade térmica é, essencialmente, a impedância térmica da amostra, ou seja, a habilidade que a amostra tem de trocar calor com o meio ambiente. Este parâmetro térmico foi medido usando as técnicas acima mencionadas e que aparecem nas referências 1 e 2. Foram estudados dois líquidos: água bidestilada e glicerol. Para cada líquido foram realizadas 10 medições em cada técnica. A partir daí, foram calculados o valor médio e o desvio padrão de cada um. Para saber se as duas técnicas fornecem o mesmo valor médio da efusividade térmica em cada líquido analisado, um teste t-Student para observações independentes, com nível de significância de 5%, foi realizado. Os valores obtidos com a configuração convencional foram  $0,3223 \pm 0,1794 \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  para água e  $0,3379 \pm 0,1642 \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  para o glicerol. No caso da configuração OPC os resultados foram  $0,2187 \pm 0,0532 \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  para água e  $0,1425 \pm 0,0211$  para o glicerol  $\text{W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ . Os valores da literatura para ambos líquidos são:  $0,1588 \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  e  $0,0934 \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  para água e glicerol respectivamente. A análise estatística entre os valores obtidos em cada caso, mostrou que os valores obtidos para a água são significativamente diferentes e para o glicerol não são significativamente diferentes. Observando os coeficientes de variação em cada caso, pode-se ver que a configuração OPC tem resultados com menor dispersão, o que nos leva a concluir que a medida da efusividade térmica com a configuração OPC é mais confiável do que a configuração convencional.

<sup>1</sup> Aluna do Curso de Engenharia Biomédica, UNIVAP. E-mail: [fernanda@las.inpe.br](mailto:fernanda@las.inpe.br)

<sup>2</sup> Pesquisador do Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LAS). E-mail: [beloto@las.inpe.br](mailto:beloto@las.inpe.br)



MINISTÉRIO DA AERONÁUTICA  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

**AUTORIZAÇÃO PARA PUBLICAÇÃO**

Número

PIBIC-025/04

Título

Medição da Efusividade Térmica de Líquidos Através de Técnicas Fotoacústicas

Autor

Fernanda Roberta Marciano

Tradutor

Não há

Editor

Origem	Projeto	Série	No. de Páginas	No. de Fotos	No. de Mapas
			21	0	0

Tipo

RPQ  PRE  NTC  PRP  MAN  PUD  TAE

Divulgação

Externa  Interna  Reservada  Lista de Distribuição Anexa

Periódico / Evento

Seminário de Iniciação Científica do INPE - SICINPE 2004

Convênio

Autorização Preliminar

\_\_\_/\_\_\_/\_\_\_  
Data

\_\_\_\_\_  
Coordenador do PIBIC  
Titular da Unidade de Boisas  
de Iniciação Científica do INPE

Revisão Técnica

Solicitada  Dispensada

Recebida \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ Devolvida \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Titular de Nível "A"

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Revisor

Revisão de Linguagem

Solicitada  Dispensada

Recebida \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ Devolvida \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Titular de Nível "A"

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Revisor

Autorização Final

\_\_\_/\_\_\_/\_\_\_  
Data

\_\_\_\_\_  
Mafesa Dias de Silva  
Coordenador de Ensino, Pesquisa e  
Programas de Pós-Graduação

Palavras Chave

Fotoacústicas - Térmica - Medição



OK



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

INPE-11555-PRE/6943

**MEDIÇÃO DA EFUSIVIDADE TÉRMICA DE LÍQUIDOS  
ATRAVÉS DE TÉCNICAS FOTOACÚSTICAS**

Fernanda Roberta Marciano

Relatório Final de Projeto de Iniciação Científica  
(PIBIC/CNPq/INPE)

INPE  
São José dos Campos  
2004



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

31

## MEDIÇÃO DA EFUSIVIDADE TÉRMICA DE LÍQUIDOS ATRAVÉS DE TÉCNICAS FOTOACÚSTICAS

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA  
(PIBIC/CNPq/INPE)

Fernanda Roberta Marciano (UNIVAP, Bolsista PIBIC/CNPq)  
E-mail: fernanda@las.inpe.br

Dr. Antonio Fernando Beloto (LAS/CTE/INPE, Orientador)  
E-mail: beloto@las.inpe.br

### COLABORADORES

Dr. Daniel Acosta Avalos (IP&D/UNIVAP)  
Dr. Marcos Dias da Silva (CEP/INPE)

Maio de 2004

# SUMÁRIO

## **CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO**

## **CAPÍTULO 2 – TÉCNICAS FOTOACÚSTICAS**

- 2.1. Célula fotoacústica com duas faces
- 2.2. Célula fotoacústica aberta

## **CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS**

- 3.1. Arranjo experimental
- 3.2. Célula fotoacústica com duas faces
- 3.3. Célula fotoacústica aberta

## **CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E ANÁLISES**

- 4.1. Célula fotoacústica com duas faces
- 4.2. Célula fotoacústica aberta
- 4.3. Análise estatística

## **CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS**

## **CAPÍTULO 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

## **APÊNDICE A - PILOTOS**

- A.1. Etanol e célula fotoacústica com duas faces
- A.2. Glicerol e célula fotoacústica de duas faces
- A.3. Célula fotoacústica aberta
- A.4. Filtro de calor
- A.5. Célula fotoacústica com duas faces como OPC





## CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

As técnicas fotoacústicas emergiram como um valioso método para a caracterização de vários tipos de materiais, oferecendo, em muitos casos, significantes vantagens sobre técnicas tradicionais (Delgado-Vasallo, 1998). O efeito consiste na geração de ondas acústicas e outros efeitos termoelásticos por qualquer tipo de material, sobre o qual incide um pulso energético, que pode ser radiação eletromagnética (desde ondas de rádio a raios-x), elétrons, prótons e ultrassom, entre outros. A determinação fotoacústica das propriedades termoelásticas e outras propriedades físicas dos materiais pode ser obtida através da geração óptica de ondas térmicas ou ondas acústicas. Tal informação inclui a velocidade do som, elasticidade, temperatura, difusividade e efusividade térmicas, entre outras (Rosencwaig, 1976).

O modelo aceito para explicar o efeito fotoacústico em sólidos é o modelo do “pistão acústico” proposto por Rosencwaig e Gersho em 1976, e que é conhecido como o modelo Rosencwaig-Gersho. Neste modelo, a luz absorvida pela matéria é transformada em calor, que produz aumentos de temperatura na interface entre a superfície do sólido e o gás adjacente. Como a intensidade da luz esta modulada, também o aumento de temperatura estará modulado. Numa câmara fechada, estes aumentos modulados de temperatura produzirão uma modulação na pressão interna da câmara, o que se traduz num som, o qual pode ser captado por qualquer tipo de transdutor de pressão.

A solução matemática para as variações de temperatura no material absorvedor e na camada de ar adjacente mostra que ela se comporta como uma onda evanescente espacial, o que significa que ela diminui exponencialmente com a distancia relativa ao ponto de absorção da luz. O fato da existência deste decremento permite a definição de um comprimento de difusão térmica e de dois regimes térmicos: se o comprimento de difusão térmica for maior que a espessura do material se diz que o regime é termicamente fino, caso contrário estamos no regime termicamente grosso. Este comprimento de difusão térmica depende da frequência de modulação da luz. Assim sendo, o aumento da frequência de modulação permite passar do regime termicamente fino ao termicamente grosso (Rosencwaig, 1976).

Na solução matemática ao modelo de Rosencwaig-Gersho, a expressão para a amplitude complexa da temperatura é a seguinte:

$$Q = \frac{\beta I_0 \gamma P_0}{2\sqrt{2}k_s l_g a_g T_0 (\beta^2 - \sigma^2)} \left( \frac{(r-1)(b+1)e^{\sigma s l} - (r+1)(b-1)e^{-\sigma s l} + 2(b-r)e^{-\beta l}}{(g+1)(b+1)e^{\sigma s l} - (g-1)(b-1)e^{-\sigma s l}} \right)$$

Nesta expressão,  $\beta$  é o coeficiente de absorção óptica do sólido analisado,  $I_0$  é intensidade da radiação incidente,  $\gamma$  é o quociente dos calores específicos,  $P_0$  é a pressão atmosférica,  $k_i$  é a condutividade térmica do material  $i$ ,  $l_i$  é a espessura do material  $i$ ,  $T_0$  é a temperatura ambiente,  $\sigma_i = (1+i) a_i$ ,  $a_i = (\omega / 2\alpha_i)^{1/2}$  é o coeficiente de difusão térmica do material  $i$ ,  $b = k_b a_b / k_s a_s$ ,  $g = k_g a_g / k_s a_s$ ,  $r = (1-i)(\beta/2\alpha_s)$ . Os índices  $s$ ,  $g$  e  $b$  são usados para amostra sólida, gás da câmara e base da câmara, respectivamente. Esta expressão é muito complexa. Uma análise das aproximações para diferentes configurações experimentais mostra que o sinal é proporcional ao coeficiente de absorção, o que permite obter espectros de absorção simplesmente pela análise do sinal fotoacústico como função do comprimento de onda da luz pulsada incidente. Porém, no caso de um material opaco e no regime termicamente fino podemos observar que o sinal fotoacústico é aproximadamente igual a:

$$Q \approx \frac{(1-i)}{2a_g} \left( \frac{1}{a_b k_b} \right) Y$$

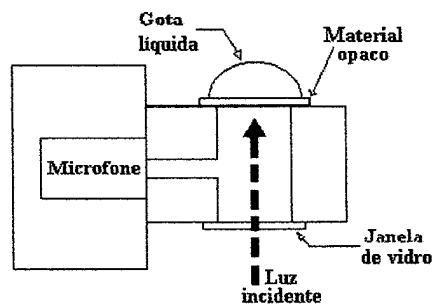
Aqui pode-se observar que o sinal depende das propriedades térmicas do material que estiver por baixo do sólido absorvendo a luz. Em particular, pode-se mostrar que o produto  $a_b k_b$  é proporcional à efusividade térmica do material na base ( $e_b$ ).

A efusividade térmica é, essencialmente, a impedância térmica da amostra, ou seja, a habilidade que a amostra tem de trocar calor com o meio ambiente (Bein, 1989). Para a determinação desse e de outros parâmetros, existem na literatura duas técnicas fotoacústicas básicas: a da incidência dianteira, que chamaremos de “convencional”, e a da incidência traseira, mais conhecida como configuração de célula fotoacústica aberta (OPC). Neste trabalho serão comparadas estatisticamente estas duas técnicas no seu uso em líquidos, para avaliar a confiabilidade de uso de cada técnica com relação aos valores obtidos com estes métodos quando comparados com os valores conhecidos na literatura.

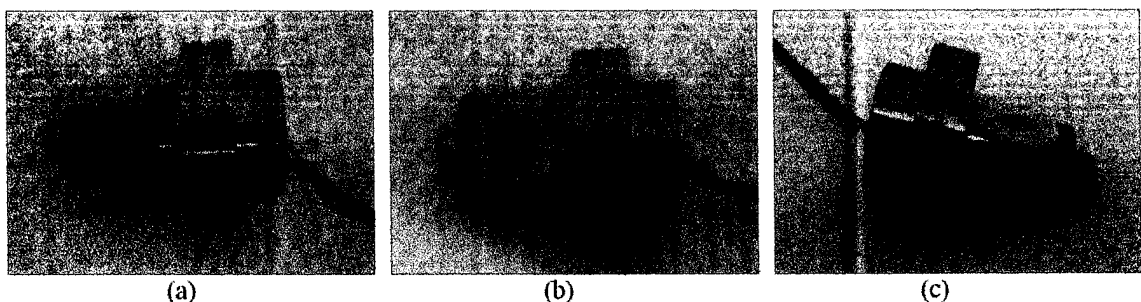
## CAPÍTULO 2 - TÉCNICAS FOTOACÚSTICAS

### 2.1. Célula fotoacústica com duas faces

A figura 1 mostra o desenho de uma típica célula fotoacústica com duas faces na configuração de incidência dianteira, onde se observa que o líquido encontra-se acima da câmara fotoacústica e o feixe de luz atravessa primeiro a camada de gás dentro da câmara até alcançar o alumínio. Nesta câmara é gerada a onda acústica, a qual é transmitida por um canal de ar até o microfone, e este gera uma tensão que é detectada apropriadamente. Esta célula deve permanecer fechada para manter estável o sinal acústico dentro da câmara (Rosencwaig, 1976).



**Figura 1.** Corte transversal de uma célula fotoacústica com duas faces. A luz modulada incide sob a câmara fotoacústica. Um disco de vidro fecha, inferiormente, a câmara. A amostra (gota líquida) encontra-se acima da câmara, sobre o material opaco (folha de alumínio). A câmara fotoacústica contém ar, o qual transmite a onda de pressão até o microfone.



**Figura 2.** Célula fotoacústica com duas faces. (a) Vista lateral. (b) Vista superior sem a amostra. (c) Vista lateral com a folha de alumínio vedando superiormente a célula e um disco de PVC (como porta-amostras) acima, ambos colados com graxa de silicone.

Assumindo uma difusão de calor unidimensional, com uma fonte de radiação periódica modulada, e considerando a superfície limite de absorção e que a amostra absorve no regime termicamente fino, o sinal fotoacústico pelo modelo de Rosencwaig-Gersho (Rosencwaig, 1976) pode ser reduzido para a equação

$$\delta P_F = \frac{Y}{\sqrt{2} a_g a_s} \frac{1}{\sqrt{b^2 + 2bx + 2x^2}} \quad (1)$$

Nesta equação,  $Y$  é um coeficiente independente da frequência dos pulsos de luz;  $a_i = \sqrt{\frac{\alpha_i}{\pi f}}$ , onde  $\alpha_i$  é a difusividade térmica da amostra  $i$ ;  $b = \frac{e_b}{e_s}$  é o quociente entre as efusividades térmicas da base  $b$  e do absorvedor  $s$ , e a quantidade adimensional  $x$  é definida por  $x = (f/f_c)^{1/2}$  onde  $f$  e  $f_c$  são, respectivamente, a frequência da luz modulada e a frequência de corte. A frequência de corte é onde encontramos a transição do regime termicamente fino para o termicamente grosso. Ela é definida pela relação  $f_c = \frac{\alpha_i}{\pi l_s^2}$ , onde  $l_s$  é a espessura da amostra. Voltando à equação 1, ignora-se termos como  $bx$  e  $b^2x^2$  quando comparada a 1 (Balderas-López, 1999).

Do mesmo jeito, se for considerado que a traseira é ar e ignorando a correspondente taxa de efusividade térmica  $b = g = e_g/e_s$  ( $e_g$  é a efusividade térmica do ar), a equação 1 pode ser reduzida a

$$\delta P^A = \frac{Y}{2a_g a_s x} \quad (2)$$

A equação 2 indica que o sinal fotoacústico se comporta como  $f^{-3/2}$  com a frequência do chopper (Balderas-López, 1999).

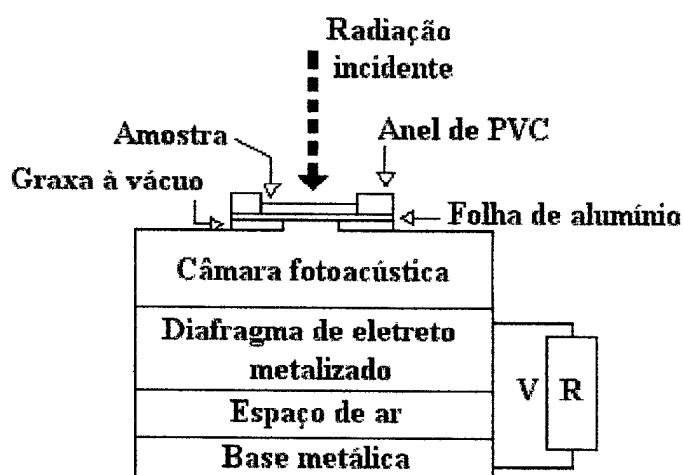
Através da relação  $R = \delta P_F / \delta P^A$ , obtém-se

$$R = \frac{1}{\sqrt{1 + 2\left(\frac{b}{2x}\right) + 2\left(\frac{b}{2x}\right)^2}} \quad (3)$$

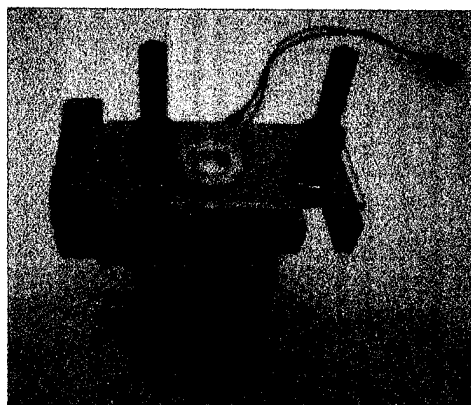
A partir desta última equação fica fácil obter a taxa de efusividade térmica  $b$  que pode ser obtida como um parâmetro ajustado de um arranjo dos dados experimentais (Balderas-López, 1999).

## 2.2. Célula fotoacústica aberta

A configuração da célula fotoacústica aberta (figuras 3, 4 e 5) consiste na montagem da amostra diretamente sobre o microfone de eletreto circular (Perondi, 1987 e Marquezini, 1991). Sua vantagem sobre os detectores fotoacústicos convencionais está no uso de uma câmara de gás de volume mínimo e sem nenhuma manufatura extra requerida sobre a célula, além de ser de baixo custo (Marquezini et al., 1991).



**Figura 3.** Seção transversal da célula fotoacústica aberta. Como se observa, a radiação modulada incide primeiro sobre a superfície da amostra que fecha a câmara de gás. A este tipo de incidência chama-se incidência traseira, ao contrário da incidência dianteira da célula fotoacústica fechada.

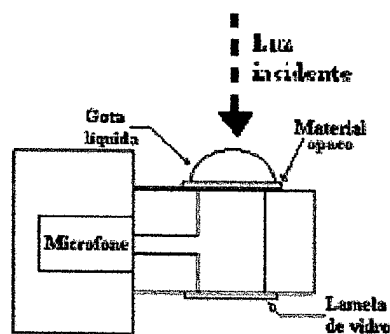


**Figura 4.** Vista lateral da célula fotoacústica aberta.

O volume efetivo da célula é definido por um espaço que separa o diafragma metalizado e uma lâmina traseira de metal separada do diafragma por uma camada de ar (45  $\mu\text{m}$  de espessura). A camada metálica e a lâmina traseira são conectadas através de

um resistor R. A entrada do som fica numa cavidade circular de 3 mm de diâmetro e a câmara de ar (adjacente á face metalizada do diafragma) tem diâmetro de 7 mm e aproximadamente 1 mm de espessura. Como resultado do aquecimento periódico da amostra pela absorção de luz modulada, a pressão na frente da câmara oscila na freqüência do chopper, causando deflecção no diafragma que gera uma tensão V através do resistor R da figura 3 (Marquezini, 1991).

A célula fotoacústica com duas faces pode funcionar como uma OPC desde que, na montagem experimental, a incidência da luz ocorra diretamente na amostra, assim como ilustra a figura 5.



**Figura 5.** Corte transversal de uma célula fotoacústica com duas faces funcionando como uma célula fotoacústica aberta. A luz modulada incide sob a amostra. Um disco de vidro fecha, inferiormente, a câmara. A amostra (gota líquida) encontra-se acima da câmara, sobre o material opaco (folha de alumínio). A câmara fotoacústica contém ar, o qual transmite a onda de pressão até o microfone.

Para encontrar a flutuação de pressão  $\delta P$  na câmara de ar da OPC, assume-se o modelo de Rosencwaig-Gersho para a produção do sinal fotoacústico. De acordo com esse modelo, a flutuação da pressão no efeito fotoacústico é devido à flutuação do calor (resultado da absorção da luz) dentro da câmara fotoacústica. Esta flutuação da temperatura é obtida pela solução da equação de difusão térmica para a câmara do sistema amostra-ar (Balderas-López, 1995).

A amostra líquida é colocada dentro de um anel acrílico colado numa folha de alumínio, e este conjunto é colocado em cima do microfone. Para o caso de amostras transparentes, iluminadas por uma luz modulada que não é absorvida, o aquecimento periódico é depositado na superfície da folha de alumínio em contato com a amostra líquida.

Em condições limite de temperatura e fluxo de calor, e calculando a temperatura média,  $\langle T_g \rangle$ , na câmara fotoacústica entre  $x = 0$  e  $x = l_g$ , encontra-se

$$\delta P = \frac{\gamma P_0 \beta' I_0}{T_0 l_g \sigma_g k_0 \sigma_0} \frac{e^{i\omega t}}{b \cosh(l_0 \sigma_0) + \sinh(l_0 \sigma_0)} \quad (4)$$

onde  $b = k_s \sigma_s / (k_0 \sigma_0)$  e o índice 0 está relacionado com a folha de alumínio e o índice s denota o líquido por cima do alumínio. Nota-se que a folha de alumínio com aproximadamente 65  $\mu\text{m}$  de espessura está no regime termicamente fino ( $l_0 \sigma_s \ll 1$ ) para frequências de modulação abaixo de poucos mega-hertz, e pode ser re-escrita como

$$\delta P = \frac{\gamma P_0 \beta' I_0 \alpha_g^{1/2} \alpha_s^{1/2} e^{i(\omega t - \pi/2)}}{2\pi T_0 l_g k_s f} \quad (5)$$

Na equação 5 observa-se que o sinal fotoacústico de amostras líquidas transparentes varia como  $f^{-1}$  e é proporcional a taxa  $\frac{\sqrt{\alpha_s}}{k_s} = e_s^{-1}$  (Balderas-López, 1995).

Em contraste, quando o alumínio está vazio, pode ser mostrado que  $\delta P$  na nova configuração de iluminação é dada por

$$\delta P_0 = \frac{\gamma P_0 \beta' I_0 \alpha_g^{1/2} \alpha_0 e^{i(\omega t - 3\pi/4)}}{(2\pi)^{1.5} T_0 l_g l_0 k_0 f^{3/2}} \quad (6)$$

Esta é chamada sinal de referência. A equação 6 conta que o sinal de referência varia como  $f^{-3/2}$  e é proporcional à taxa  $\alpha_0/k_0$  (Balderas-López, 1995).

Partindo das equações 5 e 6 para encontrar a efusividade térmica da amostra, é preciso fazer duas medidas do sinal da amostra, como o dado pela equação 5, assim como o sinal da célula vazia, e calcular o quociente  $I_R$  de duas amplitudes de sinal, dados por

$$\frac{\delta P_0}{\delta P} = I_R = \frac{l_0 \rho_0 c_0 \sqrt{\alpha_0}}{e_s} \quad (7)$$

Em outras palavras, desde que  $l_0$ ,  $\rho_0$ ,  $c_0$  seja um valor conhecido da folha de alumínio, então, conhecida a inclinação do sinal  $I_R$ , como função da raiz quadrada da frequência de modulação, pode-se determinar  $e_s$  (Balderas-López, 1995).



### CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

Devido aos poucos trabalhos científicos publicados referentes ao problema estudado aqui e às divergências entre os resultados experimentais existentes atualmente na literatura, foram realizados diferentes arranjos para se encontrar a efusividade térmica de líquidos. A princípio, os líquidos escolhidos para a análise seriam glicerol e etanol, mas por causa da grande volatilidade do etanol, o mesmo foi substituído pela água bidestilada.

Independentemente dos líquidos, em todos os arranjos, a luz emitida pela lâmpada de Tungstênio (Remari, 24V-250W) foi focada por uma lente de vidro (Schneider-Kreuznach), passando por um modulador mecânico (Stanford Research Systems, modelo SR540) que tem uma célula fotoelétrica responsável pelo sinal de referência da modulação. A fase do sinal fotoacústico é calculada em relação a esta referência.

Na célula fotoacústica foi colocada uma folha de alumínio (25  $\mu\text{m}$  de espessura) e por cima desta um anel de PVC, com o mesmo diâmetro interno da câmara da célula. Ambos foram fixados com graxa de silicone, cuja finalidade, além da fixação, foi a vedação.

O modulador mecânico e o microfone da célula fotoacústica foram conectados a um amplificador síncrono ou *lock-in* (Stanford Research Systems, modelo SR530), que recebeu as informações sobre a frequência de referência e o sinal fotoacústico. O amplificador síncrono mediu simultaneamente a amplitude e a defasagem do sinal do microfone. O amplificador *lock-in* foi conectado a um microcomputador (via porta serial RS232) para aquisição dos dados experimentais. Como a informação dos parâmetros térmicos se encontra no sinal fotoacústico como função da frequência dos pulsos de luz, foi realizada uma varredura de frequência e os dados gerados foram analisados através do software Microcal Origin®, de onde foram retirados os parâmetros necessários para o cálculo da efusividade térmica.

Para cada líquido, foram realizadas 10 (dez) séries de medidas. Primeiramente foi feita uma varredura de frequência no alumínio com o anel de plástico. A seguir, 35  $\mu\text{L}$  do líquido foi então colocado dentro do anel e foi realizada uma nova varredura de frequências, na mesma faixa de valores, utilizando-se os mesmos parâmetros da medida

experimental anterior. Após o término, o alumínio foi trocado, e, uma nova medida foi realizada.

### 3.1. Arranjo experimental

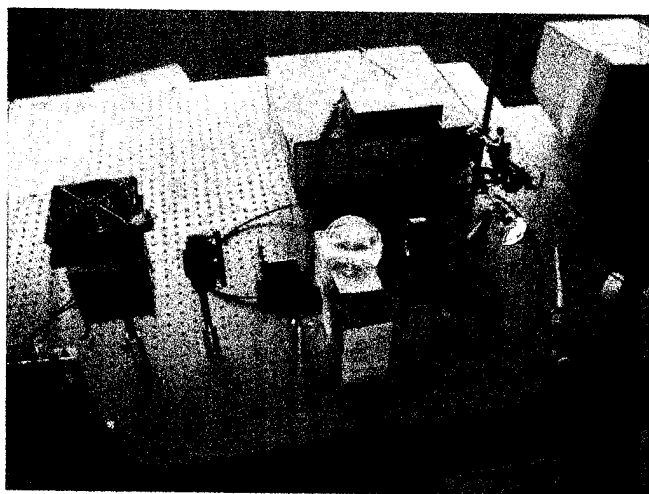
Até que se obtivesse o melhor arranjo experimental para a realização das medidas, foram feitos diferentes pilotos em diferentes arranjos, conforme mostrado no apêndice A. Depois disso, verificou-se que a melhor forma de aquisição de dados para medidas de efusividade térmica em líquidos era utilizando-se a célula fotoacústica de duas faces em duas modalidades: uma com a incidência de luz direta na amostra (esquema OPC) e outra com a incidência "tradicional" da luz no alumínio na face interior à câmara fotoacústica.

### 3.2. Célula fotoacústica com duas faces: configuração tradicional.

A figura 6 ilustra o diagrama de blocos para o arranjo experimental utilizando a configuração tradicional, e a figura 7 mostra a foto do mesmo arranjo, onde foi realizada uma varredura de frequência de 100 a 200 Hz e sensibilidade de  $100\mu\text{V}$ .



**Figura 6.** Diagrama de blocos do arranjo experimental utilizado com a célula fotoacústica de duas faces, juntamente com o filtro de calor.



**Figura 7.** Foto do arranjo experimental utilizando a célula fotoacústica com duas faces, juntamente com o filtro de calor.

Neste arranjo, foi utilizado um filtro de calor (recipiente esférico de vidro com água) após o chopper e antes da lente. Isso foi feito porque a água funciona como um filtro de calor barrando a incidência luminosa na faixa do infravermelho, o que pode causar interferências no ajuste matemático do sinal para o cálculo da efusividade térmica.

### 3.3. Célula fotoacústica aberta

A figura 8 ilustra o diagrama de blocos para o arranjo experimental utilizando uma célula fotoacústica aberta, e a figura 9 mostra a foto do mesmo arranjo, onde foi realizada uma varredura de frequência de 100 a 200Hz e sensibilidade de  $200\mu\text{V}$ . O filtro de calor foi colocado após o chopper e antes da lente.



Figura 8. Diagrama de blocos do arranjo experimental utilizado com a célula fotoacústica aberta, juntamente com o filtro de calor.

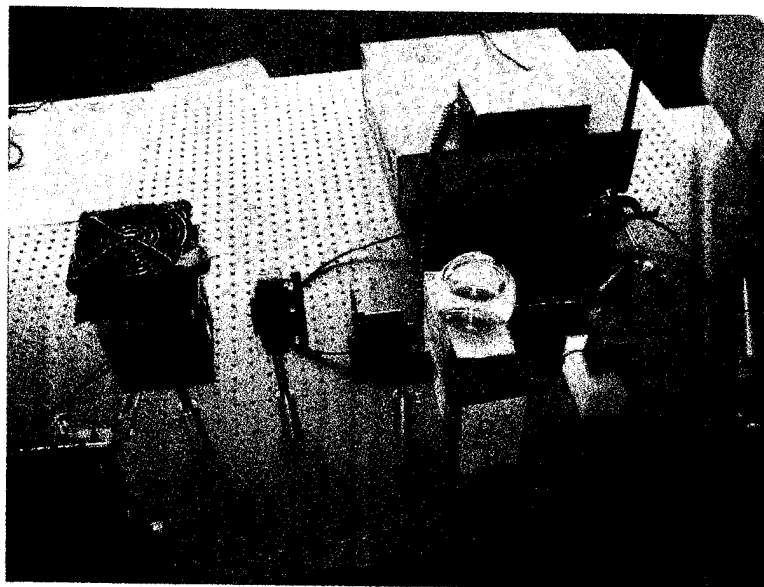


Figura 9. Foto do arranjo experimental utilizando a célula fotoacústica aberta, juntamente com o filtro de calor.

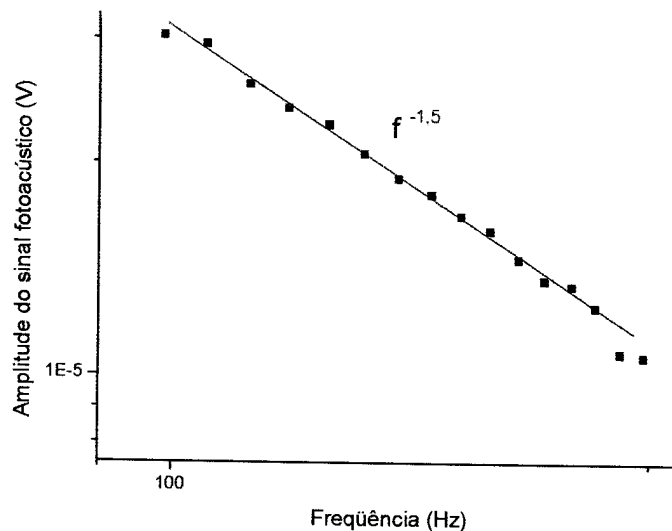
Para que se pudesse fazer uma verdadeira comparação entre os dois métodos (OPC e célula fotoacústica de duas faces), foi utilizada a mesma célula em ambos os métodos. A única diferença era a incidência da luz. Na célula fotoacústica de duas faces,

a incidência era primeiro na câmara, e na OPC, a incidência era direta na amostra. A folha de alumínio utilizada também foi de mesma espessura.

## CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E ANÁLISES

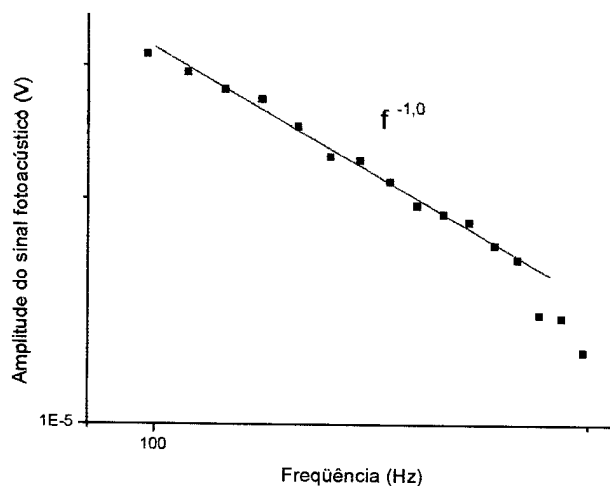
### 4.1. Configuração tradicional

A amplitude do sinal fotoacústico do alumínio obtido com a célula fotoacústica de duas faces é mostrada na figura 10. A inclinação da reta obtida pelo gráfico logarítmico é da ordem de  $-1,5$  (conforme representa a linha vermelha de acordo com a equação 1).



**Figura 10.** Amplitude do sinal fotoacústico do alumínio obtido com a célula fotoacústica de duas faces. A linha vermelha representa o melhor ajuste da equação 1.

A amplitude do sinal fotoacústico do líquido (água bidestilada), colocado em cima da folha de alumínio, obtido com a configuração tradicional é mostrada na figura 11. A inclinação da reta obtida pelo gráfico logarítmico é da ordem de  $-1,0$  (conforme representa a linha vermelha de acordo com a equação 2).

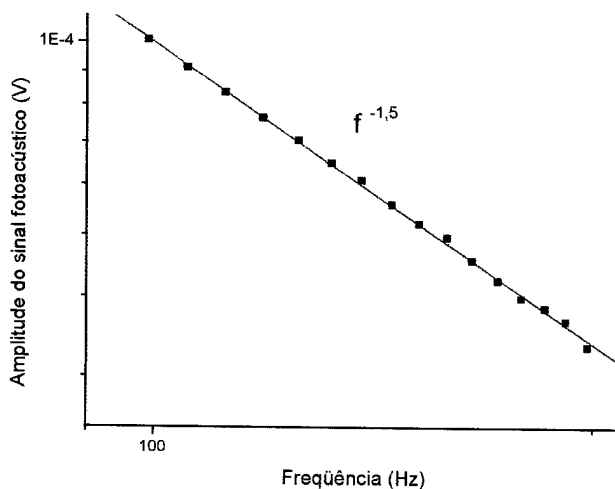


**Figura 11.** Amplitude do sinal fotoacústico do líquido (água bidestilada) em cima da folha de alumínio obtido com a configuração tradicional. A linha vermelha representa o melhor ajuste da equação 2.

De acordo com o modelo teórico descrito anteriormente, o valor da efusividade térmica medido experimentalmente para a água bidestilada foi de  $(0,3223 \pm 0,1794)$   $W.s^{1/2}.K^{-1}.cm^{-2}$ , e para o glicerol  $(0,3379 \pm 0,1642)$   $W.s^{1/2}.K^{-1}.cm^{-2}$ .

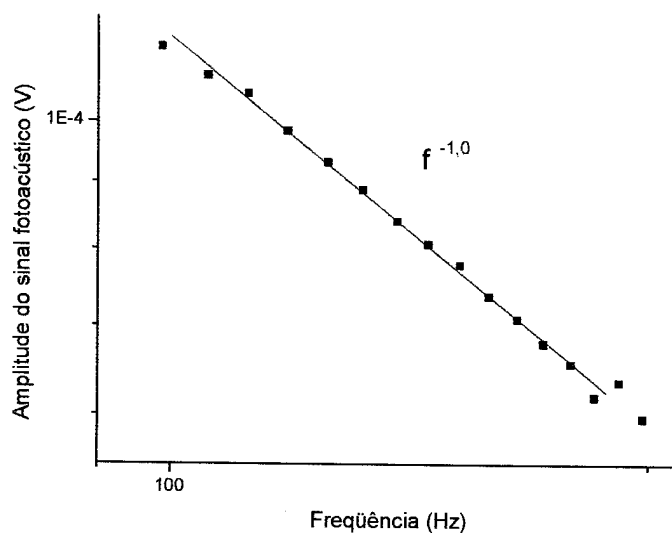
#### 4.2. Configuração OPC

A amplitude do sinal fotoacústico do alumínio obtido com a OPC é mostrada na figura 12. A inclinação da reta obtida pelo gráfico logarítmico é da ordem de  $-1,5$  (conforme representa a linha vermelha de acordo com a equação 6).



**Figura 12.** Amplitude do sinal fotoacústico do alumínio obtido com OPC. A linha vermelha representa o melhor ajuste da equação 6.

A amplitude do sinal fotoacústico do líquido (água bidestilada), colocado em cima da folha de alumínio, obtido com a célula fotoacústica de duas faces sob a forma de OPC é mostrada na figura 13. A inclinação da reta obtida pelo gráfico logarítmico é da ordem de  $-1,0$  (conforme representa a linha vermelha de acordo com a equação 5).



**Figura 13.** Amplitude do sinal fotoacústico do líquido (água bidestilada) em cima da folha de alumínio obtido com a célula fotoacústica de duas faces sob a forma de OPC. A linha vermelha representa o melhor ajuste da equação 5.

De acordo com o modelo experimental descrito anteriormente, o valor da efusividade térmica medido experimentalmente para a água bidestilada foi de  $(0,2187 \pm 0,0532) \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ , e para o glicerol  $(0,1425 \pm 0,0211) \text{ W.s}^{1/2}.\text{K}^{-1}.\text{cm}^{-2}$ .

#### 4.3. Análise estatística

Os valores encontrados experimentalmente foram colocados numa tabela (Tabela I), para que fossem comparados com os valores da literatura.

<b>Efusividade térmica (<math>W.s^{1/2}.K^{-1}.cm^{-2}</math>)</b>			
<b>Amostra líquida</b>	<b>Convencional</b>	<b>OPC</b>	<b>Literatura</b>
Água	$0,3223 \pm 0,1794$	$0,2187 \pm 0,0532$	0,1588
Glicerol	$0,3379 \pm 0,1642$	$0,1425 \pm 0,0211$	0,0934

**Tabela I.** Valores da efusividade térmica dos líquidos segundo as diferentes técnicas: tradicional e OPC. Os valores estão representados pelo valor médio e o desvio padrão de um conjunto de 10 medições. Os valores da literatura são de acordo com Touloukian, 1970.

Para a comparação entre as duas técnicas foi realizado um teste estatístico. Neste caso encolhemos o Teste t-Student para observações independentes, com nível de significância de 5%. Com isso, verificou-se que para a água, as duas técnicas não são significativamente diferentes ( $p = 0,097$ ). Enquanto que para o glicerol, as duas técnicas são significativamente diferentes ( $p = 0,0015$ ). Isto nos permite concluir que ambas técnicas experimentais não oferecem resultados estatisticamente iguais para todo tipo de amostra.

Para a avaliação do grau de confiabilidade entre as técnicas, calculou-se o coeficiente de variação das medidas (Tabela II).

<b>Coefficientes de variação</b>		
<b>Amostra líquida</b>	<b>Convencional</b>	<b>OPC</b>
Água	55,67%	24,32%
Glicerol	48,60%	14,80%

**Tabela II.** Coeficientes de variação dos líquidos segundo as diferentes configurações experimentais: Convencional e OPC.

Observando-se os coeficientes de variação das duas configurações, pode-se ver que para a água, apesar de as duas configurações não calcularem valores médios significativamente diferentes, ambas apresentam uma considerável diferença entre seus coeficientes de variação. Isto aconteceu porque sendo a dispersão dos valores experimentais das medidas utilizando a configuração tradicional é muito maior que quando se utiliza a configuração OPC. Daqui pode-se inferir que, mesmo não sendo estatisticamente diferente, a configuração OPC para a água é muito mais confiável.

Já com o glicerol, onde as duas técnicas são significativamente diferentes, a análise dos coeficientes de variação permite concluir que a configuração OPC é muito

mais confiável, pois apresenta um coeficiente de variação muito menor que quando se utiliza a configuração tradicional.

## **CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS**

A partir da realização do presente trabalho, foi possível a familiarização com a técnica fotoacústica, com ênfase no aprendizado sobre o método utilizando uma célula fotoacústica de duas faces e o método da OPC. Com isso, pode-se fazer uma comparação entre esses dois métodos para se avaliar qual técnica é mais confiável na detecção da efusividade térmica utilizando-se líquidos.

Independentemente do líquido utilizado (água ou glicerol), verificou-se um alto grau de dispersão entre as medidas com o método da célula fotoacústica de duas faces, observado através de seus coeficientes de variação. Sendo, portanto, o método de OPC muito mais confiável que o método de célula fotoacústica de duas faces.

Trabalhos futuros podem ser realizados nessa área utilizando-se líquidos de interesse biológico, por exemplo.

## **CAPÍTULO 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

BALDERAS-LÓPEZ, J. A. et al. (1995) **Photoacoustic measurements of transparent liquid samples: thermal effusivity**. Meas. Sci. Technol. **6**, 1163-1168.

BALDERAS-LÓPEZ, J. A. et al. (1999) **Measurements of thermal effusivity of liquids using a conventional photoacoustic cell**. Rev. Sci. Instrum. **70**, 2069-2071.

BEIN, B. K.; PELZL, J. (1976) **Analysis of surfaces exposed to plasmas by nondestructive photoacoustic and photothermal techniques**. Plasma Diagnostics **6**, 211-326.



DELGADO-VASALLO, O.; MARÍN, E. (1999) **The application of the photoacoustic technique to the measurement of the thermal effusivity of liquids.** J. Phys. D: Appl. Phys. **32**, 593-597.

MARQUEZINI, M. V.; CELLA, N.; MANZANARES, A. M.; VARGAS, H.; MIRANDA, L. C. M. (1991) **Open photoacoustic cell spectroscopy.** Meas. Sci. Technol. **2**, 396-401.

PERONDI, L. F.; MIRANDA, L. C. M. (1987) **Minimal volume photoacoustic cell measurement of thermal diffusivity: effect of the thermoelastic sample bending.** J. Appl. Phys. **62**, 2955-2959

ROSENCWAIG, A.; GERSHO, A. (1976) **Theory of the photoacoustic effect with solids.** J. Appl. Phys. **47**, 64-69

TOULOUKIAN, Y. S. (1970) **Thermophysical Properties of Matter.** Plenum Press, Nova Iorque, Vols. 3 e 6.

## APÊNDICE A - PILOTOS

Nesta parte, mostra-se, em resumo, parte dos pilotos realizados na tentativa de obtenção das medidas de efusividade térmica em líquidos.

### A.1. Etanol e célula fotoacústica com duas faces

A princípio, o etanol era um dos líquidos que seriam utilizados na detecção das medidas de efusividade térmica. Para isso, utilizou-se o arranjo experimental da célula fotoacústica com duas faces (com a incidência de luz primeiro na câmara da célula), seguindo o diagrama de blocos da figura 14.

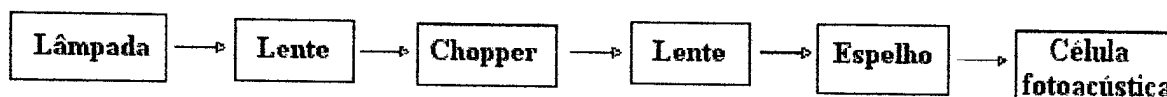


Figura 14. Diagrama de blocos do arranjo experimental utilizado com a célula fotoacústica de duas faces.

Na célula foi colocada uma folha de alumínio (65  $\mu\text{m}$  de espessura) e, nesta, um anel de plástico, com o mesmo diâmetro da câmara da célula. Ambos foram fixados com graxa de silicone. Seguindo esse modelo, foram realizadas varreduras de frequência de 15 a 350Hz, com a escala do sinal da ordem de 5mV e 40 pontos de varredura. As medidas foram repetidas colocando-se o etanol dentro da cavidade do anel de plástico.

Enquanto a aquisição dos dados era feita, notou-se que o etanol diluía a graxa de silicone que prendia o anel de plástico no alumínio. Por esse motivo, a graxa de silicone foi substituída por cola em bastão (à base de resina sintética e glicerina), mas o mesmo problema repetiu-se. Foi então que decidiu-se colar o anel de plástico na folha de alumínio com Superbond® (cola à base de éster de cianoacrilato), mas um novo problema apareceu: o etanol evaporava, pois é muito volátil. Na tentativa de resolver esse problema, foi colocada uma lamínula de vidro tampando o anel de plástico com etanol, mas aí, o etanol aderiu-se à lamínula, movimentando-se dentro da câmara formada entre o alumínio, o anel de plástico e a lamínula durante a aquisição dos dados.

Devido a essas dificuldades, o etanol foi substituído pela água bidestilada, que não é tão volátil quanto o etanol e também não dilui a graxa de silicone.

## **A.2. Glicerol e célula fotoacústica de duas faces**

Para esse modelo, utilizou-se o arranjo experimental da célula fotoacústica com duas faces (com a incidência de luz primeiro na câmara da célula), seguindo o diagrama de blocos da figura 14. Na célula foi colocada a folha de alumínio de 65  $\mu\text{m}$  de espessura e, nesta, o anel de plástico, com o mesmo diâmetro da câmara da célula. Ambos foram fixados com graxa de silicone. Seguindo esse modelo, foram realizadas varreduras de frequência de 15 a 350Hz, com a escala do sinal da ordem de 5mV e 40 pontos de varredura. As medidas foram repetidas colocando-se o glicerol dentro da cavidade do anel de plástico.

O grande problema desse modelo experimental foi a análise dos dados, pois os mesmos não conseguiam ser ajustados segundo os modelos teóricos propostos. Na tentativa de solucionar esse problema, resolveu-se trocar a folha de alumínio, por outra de mesma espessura, só que com uma de suas faces pintada de preto (face voltada para a

câmara e não para a amostra). Com isso, conseguiu-se os resultados esperados (quanto a análise da inclinação da reta), mas na hora do ajuste, os erros eram muito grandes. Um outro problema encontrado quando se utiliza o alumínio pintado de preto, é na hora da comparação dos dados com a aquisição através da OPC. Isso porque, na OPC, o alumínio não poderia estar pintado de preto pois a tinta interferiria na amostra, causando erros.

Resolveu-se então, voltar aos experimentos com o alumínio sem pintar, só que dessa vez, utilizando varredura de frequência de 15 a 250Hz, com a escala do sinal da ordem de 5mV e 50 pontos de varredura. O número de pontos de varredura foi aumentado para que se pudesse analisar com mais precisão os dados obtidos referentes às diferentes frequências.

Com esse modelo experimental, realizou-se 10 (dez) séries de medidas para cada líquido. Com o glicerol, obteve-se  $(0,4209 \pm 0,0163) \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  e com a água bidestilada  $(0,5448 \pm 0,0453) \text{ W.s}^{1/2} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ .

### **A.3. Célula fotoacústica aberta**

Para a realização dos experimentos utilizando-se o método de célula fotoacústica aberta, a princípio tentou-se utilizar a OPC propriamente dita, conforme ilustra a figura 4, no arranjo das figuras 8 e 9, mas devido ao tamanho do microfone ser pequeno, o alumínio de 65  $\mu\text{m}$  não conseguia fazer a vedação suficiente na câmara do microfone de eletreto. Por isso, resolveu-se substituir o alumínio de 65  $\mu\text{m}$  por um de 15  $\mu\text{m}$ .

O alumínio mais fino (15  $\mu\text{m}$ ) apresentou um novo problema: por ser muito delgado, ele vibrava com a flutuação de pressão dentro da câmara durante a aquisição dos dados.

Na tentativa de minimizar esse problema, a lâmpada de Tungstênio foi substituída por um laser de Hélio-Neônio (632,8 nm, 20 mW) no mesmo arranjo experimental, mas não adiantou, o alumínio continuava vibrando.

### **A.4. Filtro de calor**

Na tentativa de fazer com que os ajustes dessem certo, introduziu-se um recipiente esférico de vidro com água, que funcionava como um filtro de calor, após o

chopper e antes da lente. Isso foi feito porque a água funciona como um filtro de calor barrando a incidência luminosa na faixa do infravermelho, o que causa interferências no ajuste do sinal para a detecção da efusividade térmica.

Mas mesmo com o filtro de calor, o alumínio de 15  $\mu\text{m}$  continuava vibrando.

#### **A.5. Célula fotoacústica com duas faces como OPC**

A célula fotoacústica de duas faces pode ser utilizada como OPC desde que a incidência de luz seja diretamente na amostra. Sendo assim, era preciso um alumínio mais espesso, devido as maiores dimensões dessa célula com relação à OPC.

E foi a partir da nova substituição do alumínio, só que por um de espessura de 25  $\mu\text{m}$  e mantendo o filtro de calor devido a sua importância, que os experimentos começaram a dar certo. Para que houvesse uma padronização das medidas, repetiu-se todos os experimentos, sendo então utilizado o alumínio de 25  $\mu\text{m}$ , o filtro de calor e voltando com a lâmpada de Tungstênio. Ajustou-se a partir daí, novas faixas de varreduras de frequência e sensibilidade do sinal.

