

Copyright 2005, Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás - IBP

Este Trabalho Técnico Científico foi preparado para apresentação no 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, a ser realizado no período de 2 a 5 de outubro de 2005, em Salvador. Este Trabalho Técnico Científico foi selecionado e/ou revisado pela Comissão Científica, para apresentação no Evento. O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pelo IBP. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões do Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás, Sócios e Representantes. É de conhecimento e aprovação do(s) autor(es) que este Trabalho será publicado nos Anais do 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás

Sistema com sensor a FBG refratométrico: aplicações na detecção de gasolina adulterada e desenvolvimento de sensor de Hidrogênio

Aleksander S. Paterno¹, Thiago S. Figueredo², Maura S. Milczewski³, Fabiano Kuller⁴, Hypolito J. Kalinowski⁵

Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná

Av. 7 de Setembro, 3165 -- 80230-901 Curitiba/PR

¹Bolsista de doutorado - ANP -- e-mail: sade@cpgei.cefetpr.br

²Bolsista de I.C. - ANP -- e-mail: thiagosoares@gmail.com

³e-mail: maura@cpgei.cefetpr.br

⁴e-mail: fkuller@yahoo.com.br

⁵Orientador -- e-mail: hjkalin@cpgei.cefetpr.br;

Resumo – Este artigo descreve um sistema com um sensor a rede de Bragg em fibra ótica com diâmetro reduzido para a detecção de adulterantes em gasolina comercial. A técnica para reduzir o diâmetro do sensor a fibra ótica é também usada para fabricação de um sensor para detecção de Hidrogênio. No primeiro sensor, o princípio de operação é baseado no campo eletromagnético evanescente que escapa da casca da fibra e interage com a região onde está o material a ser sensoreado, alterando assim o índice de refração efetivo do modo fundamental da fibra ótica e permitindo que a rede de Bragg instalada no diâmetro reduzido possa perceber as mudanças. No caso do sensor para Hidrogênio, a fibra deve ser recoberta com um material transdutor, normalmente um filme fino de Paládio, que alterará seu volume na presença de Hidrogênio e a região com o diâmetro reduzido perceberá mais facilmente essa alteração por meio da rede de Bragg ali gravada. Resultados experimentais e teóricos são apresentados para as medidas da presença de diferentes quantidades de álcool-anidro em gasolina, sendo de acordo com o que sabemos, a primeira vez que se utiliza este sensor para esse fim.

Palavras-Chave: sensor ótico; gasolina adulterada; redes de Bragg

Abstract – This paper describes a system with a Fiber-Bragg grating (FBG) sensor with a tapered diameter for the detection of adulteration in commercial gasoline. The technique to taper the fiber optic sensor is also used to determine the optimal sensor diameter in order to use it as a Hydrogen detection element. In this case, only the technique to taper the fiber and to fabricate the Hydrogen sensor is described. In the first case, the principle of operation is based on the evanescent electromagnetic field that spreads around the tapered region and interacts with the environment, altering the effective index of refraction of the fundamental mode. This change is perceived by the FBG on the taper. In the Hydrogen sensor, the taper must be covered with a transducer material, usually a Palladium thin-film, that will change its volume in the presence of Hydrogen. The tapered region with the Bragg grating will allow the detection of this change. Experimental and theoretical results are shown for the use of the sensor as a detector of illegal quantities of anhydrous alcohol in the gasoline. As far as we know this is the first time that a FBG sensor is used for this end.

Keywords: optical sensor, adulterants in gasoline, fiber Bragg grating

1. Introdução

Sensores em fibra ótica têm uma característica fundamental para o setor petroquímico, que os torna muito atreptos para aplicações com materiais e ambientes inflamáveis: a energia de operação envolvida no seu funcionamento é muito menor do que a energia de ativação de hidrocarbonetos. Considerando o crescente interesse de governos e sociedade para monitorar processos petroquímicos, um sensor a fibra ótica assumirá papel fundamental nessa área, podendo trabalhar em qualquer ambiente petroquímico.

Um dos problemas na monitoração da qualidade da gasolina comercial, basicamente resumido pela necessidade de monitoração da percentagem de hidrocarbonetos na gasolina, pode ser resolvida por duas classes de sensores fabricados em fibra ótica: os sensores a redes de Bragg (FBG) e os sensores a redes de período longo (LPG). Entre essas classes, até agora, somente sensores a LPG têm sido usados para determinar a concentração de adulterantes e álcool na gasolina comercial, como descrito por R. Falate (2005). FBG e LPG são modulações periódicas do índice de refração no núcleo da fibra. A LPG é intrinsecamente sensível a mudanças no índice de refração do meio em que está instalada. A FBG entretanto mostra sensibilidade ao índice de refração do meio externo somente se o diâmetro da fibra em que está gravada é reduzido. A transdução ocorre quando o campo eletromagnético evanescente à fibra interage com o meio, mudando o índice de refração efetivo do modo fundamental e consequentemente mudando o comprimento de onda central do espectro da luz que o sensor reflete. Esses sensores a FBG têm sido usados como refratômetros para medir o índice de refração de soluções salinas como descrito por O. Frazão (2004), mas não de concentrações de hidrocarbonetos.

Neste texto, propõe-se o uso de uma fibra ótica com diâmetro reduzido com uma rede de Bragg gravada nessa região da fibra, a qual se tornará sensível a mudanças do índice de refração da amostra que se quer detectar. A técnica usada para estreitar o diâmetro da fibra ótica, bem como o modelo teórico usado foram também aplicados na determinação de características de um sensor com fibra ótica em diâmetro reduzido para monitoração da presença de Hidrogênio gasoso, trabalho que ainda está em andamento. Um sistema optoeletrônico para interrogar o comportamento do sensor também é descrito, o qual serve também para monitoração de outras grandezas com sensores a FBG, como vibração e temperatura.

2. O sensor a FBG de campo evanescente

O sensor foi construído em uma fibra monomodo padrão com diâmetro de casca de 125µm e diâmetro do núcleo de 10µm. Nessa região, por meio de um banho de 25 minutos em ácido fluorídrico em concentração de 40%, reduziu-se o diâmetro da casca até 12µm. O índice de refração da casca é $n_{ci}=1.464$ e índice de núcleo de $n_{nucleo}=1.46575$; para se calcular o índice de refração efetivo n_{ef} do modo fundamental quando a casca é corroída, utilizou-se o modelo de duas cascas proposto por Monerie (1983). A segunda casca é considerada como o meio formado pela amostra que se quer investigar com índice de refração n_{amb} . Como vamos supor que o meio é formado por diferentes proporções de uma mistura de álcool anidro e gasolina, o índice de refração variará de $n_{alcool}=1.3664$ a $n_{gasolina}=1.447$. A maioria dos solventes utilizados para adulterar a gasolina reduzem o índice de refração da gasolina pura, como constatado por R. Falate (2005), portanto, é necessário que o sensor seja sensível a essa gama de índices de refração de $n_{alcool}=1.3664$ a $n_{gasolina}=1.447$. Esse fato permite que, mesmo sem casca, se a fibra estiver imersa na mistura em questão, haverá guiamento da luz. O comprimento de onda central, λ_{Bragg} , do espectro da luz refletida pela rede de Bragg gravada no núcleo da fibra ótica com diâmetro reduzido é a grandeza que será detectada pelo sistema de interrogação. Ele dependerá linearmente do índice de refração efetivo do modo fundamental por meio da relação:

$$\lambda_{Bragg} = 2n_{ef}\Lambda \quad (1)$$

onde Λ é o período da rede de Bragg, sendo uma constante no problema. As curvas mostradas na figura 1, obtidas com a solução da equação de dispersão para a fibra com diâmetros variados imersa em meios com índices variando entre de $n_{alcool}=1.3664$ a $n=1.4639$, ilustra a sensibilidade do sensor. Vê-se que quanto menor for o diâmetro da casca, maior a sensibilidade do sensor a variações de índice de refração da amostra.

Durante a fabricação do sensor por meio da corrosão da casca da fibra ótica com ácido fluorídrico (índice de refração $n_{HF}=1.3333$), a variação do comprimento de onda de Bragg da FBG na região corroída foi monitorada com um analisador de espectro ótico. Várias amostras de fibras óticas foram também imersas no ácido e retiradas uma por minuto. Utilizando-se de um microscópio ótico, determinou-se portanto como o diâmetro da fibra ótica variava em função do tempo de corrosão (3.56µm/minuto), a partir da medida do diâmetro nessas fibras.

Determinou-se de três maneiras diferentes como o índice de refração efetivo varia em função da diminuição do diâmetro: segundo a teoria de perturbação, a qual pode ser obtida com as equações no texto de Snyder e Love (1983); segundo o modelo de duas cascas de Monerie (1982) e experimentalmente com o analisador de espectros óticos. As curvas podem ser vistas na figura 2, ilustrando o comportamento do comprimento de onda de Bragg (associado ao

índice de refração efetivo do núcleo por meio da eq. (1)). Os modelos utilizados servem para determinar a constante de propagação na maioria dos *tapers* (transição entre regiões de diferentes diâmetros. No caso do sensor a Hidrogênio, também utiliza-se o modelo de dupla casca, mas com a camada transdutora tendo um índice de refração complexo, pois o ambiente que envolve o sensor é um filme fino metálico.

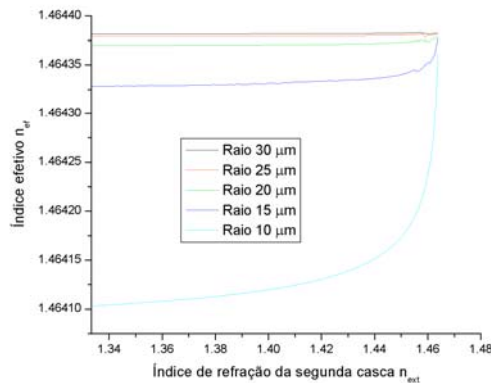


Figura 1. Variação do índice de refração efetivo do modo de propagação fundamental em função do índice do ambiente envolvendo o sensor (segunda casca). As curvas foram calculadas resolvendo a equação de dispersão para o modelo de duas cascas segundo Monerie (1982).

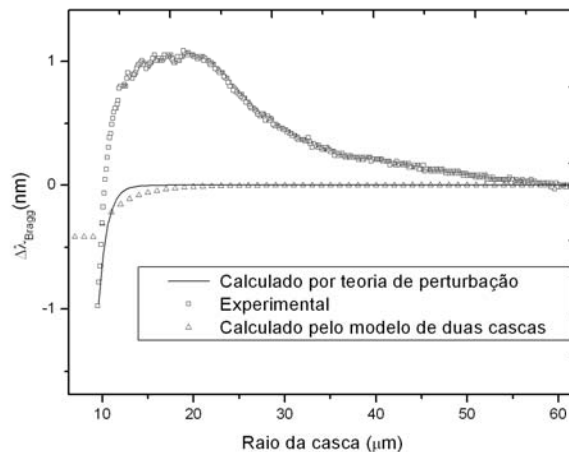


Figura 2. Comprimento de onda de Bragg em função do raio da fibra ótica, calculado por teoria da perturbação, pelo modelo de duas cascas e valores determinados experimentalmente.

Na figura 2, percebe-se uma discrepância entre os dados teóricos e experimentais. Isso se deve ao fato de que, quando a região de diâmetro reduzido se torna abrupta, o modelo falha, já que os cálculos consideram toda a fibra tendo o diâmetro reduzido e não somente a região de estreitamento. Logo, essa região abrupta entre diâmetro original e reduzido é chamada de não-adiabática. A região inicial da curva experimental mostra um crescimento monótono, dado que a reação de corrosão é exotérmica e o sensor é sensível à temperatura, portanto ele variará o comprimento de onda de Bragg para comprimentos de onda maiores com uma sensibilidade da ordem de 10pm/C. Da figura 2 pode-se ainda determinar qual o ponto de parada de corrosão para se obter um sensor com uma dada sensibilidade.

O sensor utilizado tem um diâmetro de aproximadamente 12µm, o que permite uma intervalo dinâmico de operação em comprimento de onda de 825pm.. O segmento da curva para um raio de 10µm na figura 1 ilustra o comportamento da curva de sensibilidade teórica. Experimentalmente, essa curva foi obtida para diferentes concentrações de álcool anidro em gasolina, a partir de 20%, como mostrado na figura 3. Considerando esse intervalo dinâmico de operação, a técnica de interrogação do sensor pode ser simples, podendo mesmo ser feita com outra rede de Bragg em fibra ótica, tornando o custo de um equipamento de detecção muitíssimo acessível, o que não ocorreria com sensores a LPG, para as quais as formas de interrogação são relativamente mais complexas. O intervalo dinâmico de operação do sensor deve permitir que se meça índices de refração cujos valores estão entre $n_{\text{álcool}}=1.3664$ e $n_{\text{gasolina}}=1.447$. Como o maior índice a ser medido é ainda menor do que o índice da casca da fibra ótica, tem-se uma folga na medição da concentração de álcool na gasolina. A resposta do sensor não é linear, mas pode ser aproximada por uma exponencial. Na região de detecção entre 20% e 45%, a curva da figura 3 pode ser aproximada por uma reta que levaria a uma sensibilidade de 9.6pm/%

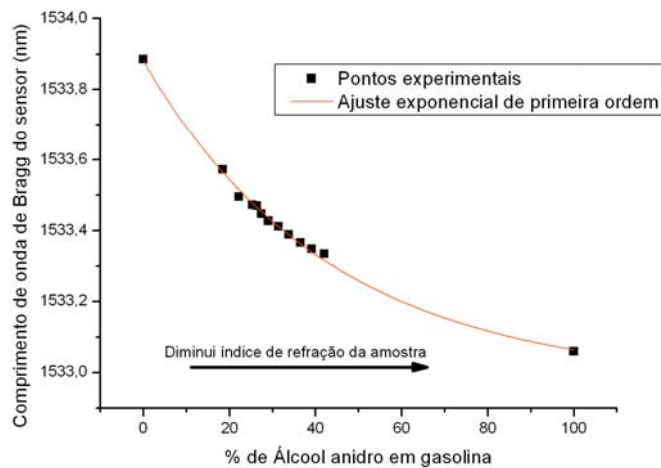


Figura 3. Comprimento de onda de Bragg em função da porcentagem de álcool na gasolina da amostra envolvendo o sensor. A curva contínua é a aproximação por uma exponencial de primeira ordem. Os pontos foram medidos para gasolina pura, álcool puro e para concentrações entre 20% e 45%.

3. O projeto de sensores de Hidrogênio com *tapers*

Um modelo similar ao usado para o sensor a campo evanescente pode ser aplicado na simulação do comportamento de um sensor de Hidrogênio com *tapers*. No trabalho desenvolvido no programa da ANP, há duas versões de sensores implementados. O primeiro tipo consiste em um sensor de campo evanescente, em que o *taper* será envolvido por um filme fino de Paládio e nessa região uma FBG será gravada. O diâmetro desse filme, bem como o diâmetro do *taper*, vão determinar o comprimento de onda de operação do sensor e conseqüentemente o comprimento de onda em que a rede de Bragg deverá ser gravada. O *taper* atenuará o sinal que atravessa a região de sensoriamento, permitindo que se perceba uma variação na potência ótica refletida pela FBG proporcional à quantidade de Hidrogênio. O diâmetro do *taper* também determinará a sensibilidade.

Neste caso, o modelo consistirá de um guia dielétrico envolvido por uma casca metálica, e de uma terceira camada consistindo no ambiente senseado. A solução da equação de dispersão para o modelo requer um método numérico para busca da constante de propagação no plano complexo, já implementado.

A segunda proposta consiste na utilização de redes de Bragg em fibra gravada na região onde foi fabricado o *taper*. O princípio de funcionamento consiste no fato de que o filme de Paládio envolvendo o *taper* vai variar seu tamanho. Essa variação de volume provocará na FBG um deslocamento de comprimento de onda, proporcional à concentração de Hidrogênio no sensor. A diminuição do diâmetro da fibra ótica aumentará a sensibilidade na detecção da variação de volume do Paládio. Na literatura, ainda não há registro de um sensor com essas características, talvez pelo fato de que *tapers* por aquecimento sejam feitos por muito poucos laboratórios no mundo. Um sensor similar foi desenvolvido com *tapers* feitos por corrosão por Sutapun (1999), mas a sensibilidade do sensor era menor do que a sensibilidade da FBG à temperatura. A diminuição do diâmetro do *taper* para um valor em que a sensibilidade seja maior do que a de temperatura, requer que o *taper* seja fabricado de uma maneira diferente da corrosão, pois é necessário que ele também tenha menor diâmetro e maior resistência mecânica. O modelo físico para este sensor é o mesmo desenvolvido para sensores de Hidrogênio a fibra ótica de natureza interferométrica, de acordo com Butler (1984).

4. O Sistema de interrogação

Um possível sistema de interrogação a ser utilizado com os sensores desenvolvidos é o que utiliza dois filtros fixos, como descrito por NUNES(2004) e que foi implementado no trabalho de iniciação científica de um dos autores, sendo um dos objetivos a detecção do deslocamento de Bragg nos sensores desenvolvidos e também na detecção de temperatura e vibrações em outras aplicações no setor petroquímico. Outros sistemas de detecção também estão sendo desenvolvidos originalmente no CEFET-PR e serão descritos em outras publicações, como parte do trabalho de doutoramento de um dos autores.

A demodulação de FBG com filtro ótico passa-faixa sintonizável (FPF) será usada para medir deslocamentos do comprimento de onda do pico do espectro da luz refletida pela FBG. O sinal demodulado será a convolução do espectro refletido pela rede com a função de transferência do filtro ótico de referência. À medida que o comprimento de onda de Bragg se desloca, devido a perturbações na FBG, a potência espectral resultante aumenta ou diminui, conforme o posicionamento espectral dos dois dispositivos. O sinal correspondente à resposta do FPF pode ser ligado a um fotodetector, sendo este parte um circuito optoeletrônico. Logo, um sistema sensor que utilize essa técnica deve relacionar o sinal da saída do circuito optoeletrônico com a temperatura da FBG.

O método de demodulação de redes utilizando apenas um FPF pode apresentar uma boa resolução de medição, no entanto a faixa de indicação do sistema fica muito restrita, pois a largura de banda do filtro é estreita, mesmo assim será grande o suficiente para utilização com os sensores que necessitam de faixa de operação da ordem de 1nm, como os sensores mencionados. Entretanto, a solução desse problema seria a utilização de mais de um filtro em diferentes posições espectrais. A figura 2 apresenta a disposição dos espectros para o sistema utilizado.

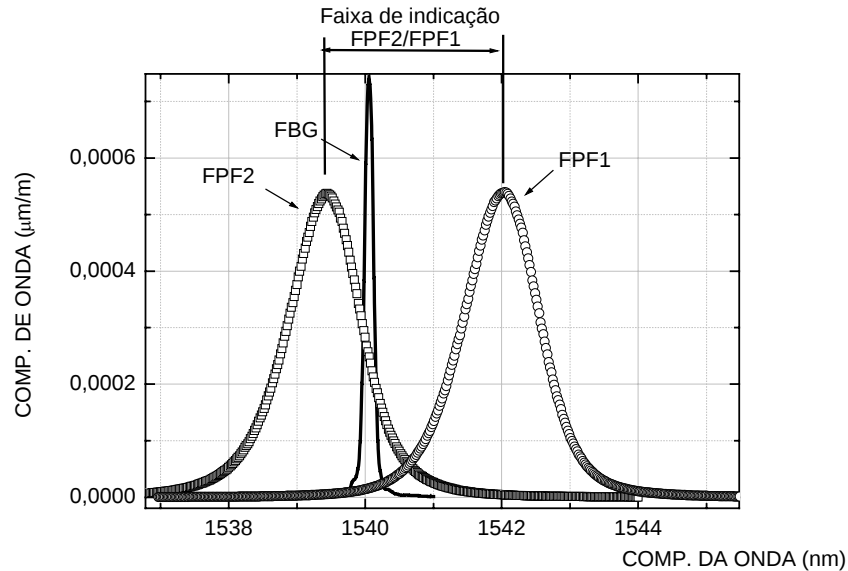


Figura 4 – Espectro da transmissão FBG e da reflexão dos filtros óticos passa-faixa 1 e 2.

A disposição dos espectros, conforme a da figura 4 permite que a FBG percorra uma faixa espectral maior, conseqüentemente, o sistema terá uma faixa de indicação maior na efetuação de medidas. A curva de resposta do sistema à conforme o deslocamento do comprimento de onda central da FBG será dada pela relação $\text{FPF2}/\text{FPF1}$. O sistema de monitoramento utilizado nesse experimento, figura 5, permite a leitura do sinal oriundo dos dois filtros simultaneamente. A divisão dos sinais é feita por rotina feita em *Labview*.

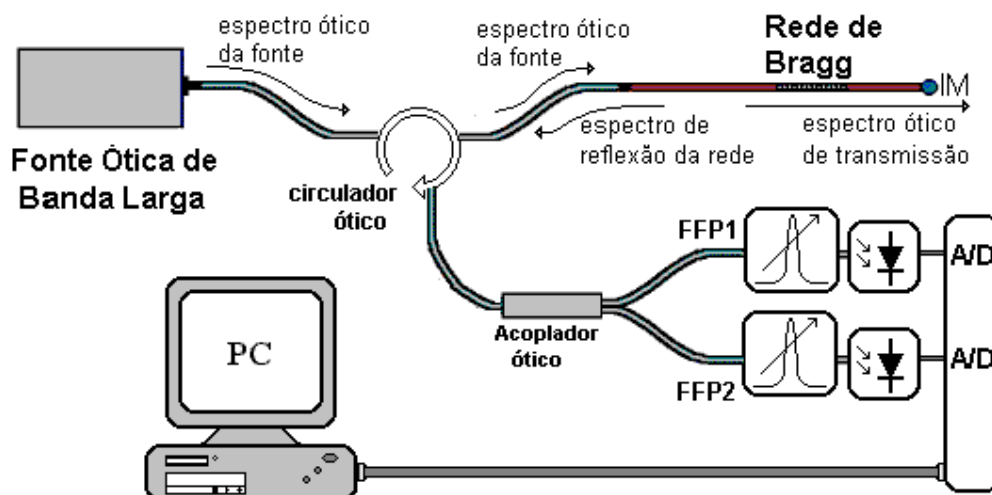


Figura 3 – Arranjo do sistema de demodulação com três FPF.

5. Conclusões

Obteve-se como resultado um novo sensor para medição de concentração de álcool em gasolina por meio da determinação do seu índice de refração, útil na determinação de adulteração da gasolina comercial, já que a maioria dos solventes diminui o índice de refração da fibra, como o álcool o faz. Desenvolveu-se seu modelo, e discutiu-se o desenvolvimento de novos sensores de Hidrogênio baseados no estreitamento do diâmetro da fibra e na gravação de redes de Bragg nessa região. Um sistema de interrogação com dois filtros fixos também foi desenvolvido, o qual permitirá a determinação do comportamento do comprimento de onda central da luz refletida pelos sensores de interesse.

6. Agradecimentos

Apoio financeiro recebido da Agência Nacional do Petróleo - ANP - e da Financiadora de Estudos e Projetos - FINEP - por meio do Programa de Recursos Humanos da ANP para o Setor Petróleo e Gás - PRH-ANP/MCT (PRH10-CEFET-PR).

7. Referências

- FALATE, R., KAMIKAWACHI, R.C., MÜLLER, M., KALINOWSKI, H.J., FABRIS, J.L. Fiber optic sensors for hydrocarbon detection *Sensors and Actuators B* v.105, p. 430–436, 2005.
- PEREIRA, D. A., FRAZÃO O., SANTOS J. L. Fiber Bragg grating sensing system for simultaneous measurement of salinity and temperature *Optical Engineering* v. 43, n. 1, p. 299–304, 2004.
- MONERIE, M. Propagation in Doubly Clad Single-Mode Fibers *IEEE Journal of Quantum Electronics* v. 18, n. 4, p.535-542, 1982.
- SNYDER A.W., LOVE, J. D. *Optical Waveguide Theory*, Kluwer Academic Publishers, 1983.
- BUTLER, M. Optical Fiber Hydrogen Sensor *Applied Physics Letters* v. 45, n. 10, p.1007-1009, 1984.
- SUTAPUN, B., TABIB-AZAR, M., KAZEMI, A. Pd-coated elastooptic fiber optic Bragg grating sensors for multiplexed hydrogen sensing, *Sensors and Actuators B* v. 60, p. 27–34, 1999.
- NUNES, L. C. S., VALENTE, L. C. G., BRAGA, A. M. B., Analysis of a demodulation system for Fiber Bragg Grating sensors using two fixed filters, *Optics and Lasers in Engineering* v. 42, p. 529–542, 2004.