

DESENVOLVIMENTO DE MÓDULO DE ANÁLISE QUÍMICA INTEGRADO COM SOFTWARE DE GERENCIAMENTO E AQUISIÇÃO DE DADOS

Francisco Jônatas Siqueira Coêlho¹, Cristiane Xavier Galhardo²

¹Instituto Federal do Sertão de Pernambuco - IF/Sertão Pernambucano - Brasil
jonatas.coelho@ifsertao-pe.edu.br

²Universidade Federal do Vale de São Francisco- UNIVASF- Brasil
cristiane.galhardo@univasf.edu.br

Resumo

O objetivo deste trabalho foi o desenvolvimento de um módulo de análise química integrado a um software para promover seu gerenciamento e aquisição de dados. O intuito da construção deste módulo de análise química é proporcionar um sistema de análise versátil, isto é, um sistema com configuração articulada à uma vasta gama de metodologias químicas. Este módulo de análise é baseado em um sistema de multicomutação e amostragem binária que utiliza os dispositivos eletrônicos válvulas solenoides e minibombas. Tais dispositivos são acionados ou não, de acordo com a necessidade de introdução de soluções de reagentes e amostra. O módulo de análise é prioritariamente associado a determinações espectrofotométricas, podendo ser utilizado em outras técnicas analíticas. Portanto, pode-se constatar que o módulo de análise utiliza princípios da Análise por Injeção em Fluxo, necessitando de uma cela de fluxo apropriada para efetuar a detecção do analito. Para gerenciar o módulo de análise foi desenvolvido um software na linguagem DELPHI. O software também realiza a aquisição de dados do espectrofotômetro facilitando o entendimento e interpretação dos dados analíticos.

Palavras-chave: micro controlador; análise por injeção em fluxo; minibombas; válvulas solenoides; espectrofotometria.

1. Introdução

Os sistemas de análise por injeção em fluxo estão presentes como uma alternativa em processos de análise química desde 1975, quando se deu início pesquisas nesta área, que hoje ocupa um grande espaço na Instrumentação Analítica (REIS; KRONKA, 1988, p. 82).

Na análise por injeção em fluxo a amostra é introduzida no percurso analítico com auxílio de um aparato denominado injetor comutador. O fluxo de reagentes é propulsionado com auxílio de uma bomba peristáltica ou até mesmo a gravidade.

Com o avanço da tecnologia, pesquisadores iniciaram estudos a fim de tornar o processo com caráter automatizado. As vantagens da automatização de processos analíticos são: o aumento da frequência analítica, minimização de contaminações, redução de resíduos laboratoriais, diminuição do consumo de reagentes e amostras, facilidade na aquisição de dados, que também pode ser remoto.

Alguns sistemas automatizados como a Injeção Sequencial que surgiu em 1990 (RUZICKA; MARSHALL, 1990, p.237) tiveram como proposta o monitoramento de processos. Outros sistemas automatizados também têm sido publicados como patente de invenção. Pode-se citar a patente BR 10 2012 018560-1 A2 que teve como objetivo a confecção de um módulo de análise por injeção sequencial baseado em válvulas e minibombas solenoide para gerenciamento de soluções em análises químicas. Outra patente nesta mesma área é a PI 0309703-0 a que teve como objetivo a confecção de sistemas de análise de injeção sequencial automatizada para a determinação de níveis de traços de endotoxina.

Portanto, como se pode observar, avanços na área de sistemas de análise química automatizados são interessantes, uma vez que vantagens tanto na execução da análise química como na aquisição de dados sempre são almejados.

Este trabalho objetivou a construção de um sistema de análise química integrado com software de gerenciamento e aquisição de dados com possibilidade de ser empregado em variadas determinações químicas sem a necessidade de reconfiguração do sistema.

2. Construção da placa

Os sistemas de análises químicas, baseadas em multicomutação e amostragem binária, possibilitam uma ampla gama de aplicações nas mais diversas áreas da ciência. Contudo para que seu potencial seja plenamente explorado, o sistema de análise deve ser modular, altamente reconfigurável e capaz de ser controlado através de um computador. Além disso, é desejável que um sistema de análise apresente um custo baixo e tecnologias de fácil acesso. Outro requisito almejado foi que o sistema pudesse acionar até cinco minibombas e cinco válvulas solenoides de forma simultânea ou individual.

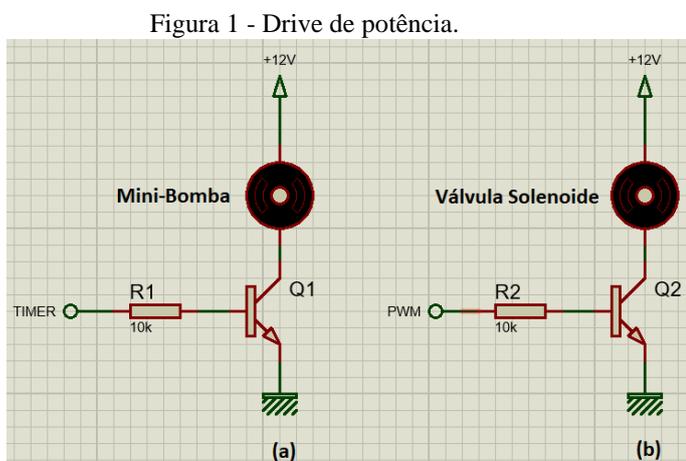
Baseado nesses pré-requisitos foi desenvolvida uma placa eletrônica de controle baseada no microcontrolador PIC18F4550. Esse microcontrolador, que reúne todas as características descritas acima, tem 36 pinos reconfiguráveis, que podem ser usados como entrada e saída digital ou como entrada para sinais analógicos, três módulos temporizadores, módulos PWM (*Pulse-Width Modulation* – Modulação por largura de Pulso) e interface para comunicação EUSART e USB.

Para fazer com que os reagentes químicos fluam através do percurso de análise, utilizou-se minibombas da marca TAKASAGO. De acordo com o fabricante, para o funcionamento correto, as minibombas deveriam ser acionadas com uma tensão de 12 Vcc com frequência de 2 Hz. Para gerar o sinal de acionamento das bombas, fez-se uso de um dos módulos temporizadores do microcontrolador, ou seja, a cada 0,5 s, o temporizador interno fazia com que um dos pinos do PIC alternasse entre 5 e 0 V. Porém essa tensão não é alta o suficiente para ligar as minibombas, e os pinos de saída do PIC não fornecem corrente elétrica o suficiente para alimentar cargas como essa. Para resolver esse problema fez-se uso da característica amplificadora de corrente dos transistores,

sendo aplicados neste trabalho como drive de potência. A vantagem do uso de transistores comuns como drive se dá pelo seu tamanho reduzido, ausência de partes móveis e baixo custo. Nesse trabalho todos os transistores usados como driver foram ligados em 12 V.

Desse modo, cada uma das cinco minibombas foi ligada a um transistor do tipo TIP31, conforme Figura 1a, uma vez que este transistor é capaz de fornecer corrente de até 3 A, suficiente para cada uma das bombas quando em funcionamento.

Para o acionamento das válvulas solenoides fez-se o uso de uma estrutura transistorizada parecida com a utilizada com minibombas, conforme mostrado na Figura 1b. Devido à baixa intensidade de corrente drenada pelas válvulas utilizou-se o transistor BC547, que é capaz de conduzir até 100 mA.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

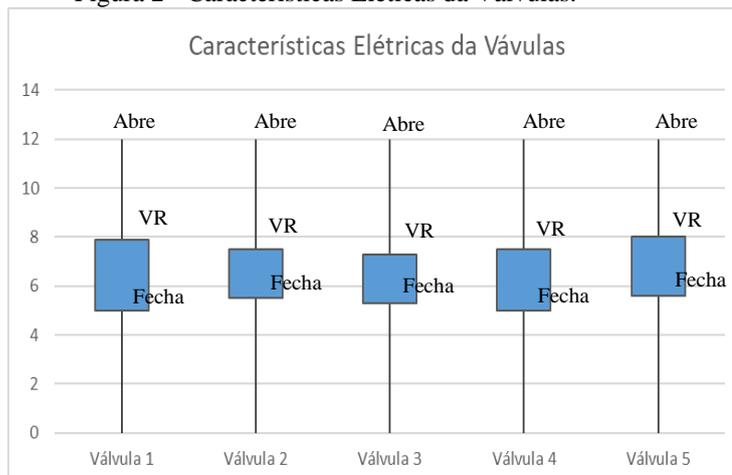
De acordo com informações fornecidas pelo fabricante, a tensão para que a válvula solenoide comute do estado fechado (bloqueia a passagem do fluxo) para o estado aberto (permite a passagem do fluxo) é de 12 V, porém ensaios feitos em laboratório mostraram que se ligadas em 12 V, permanentemente, a temperatura do enrolamento aumentava a ponto de danificar a isolamento e por consequência destruir a válvula.

Também foi observado que após comutar do estado fechado para aberto a tensão de alimentação das válvulas poderia ser reduzida a um valor abaixo de 12 V, valor que chamaremos de tensão de retenção (VR), o qual as válvulas permaneciam abertas e operando de forma segura sem risco de superaquecimento. Entretanto as válvulas não apresentaram uma VR igual. A Figura 2 mostra o comportamento individual de cinco válvulas analisadas. No gráfico é possível notar que a válvula 1 abre com 12 V e se mantém aberta mesmo que a tensão caia para 7,9 V, e abaixo de 5 V a válvula fecha. Da mesma forma, a válvula 3 abre com 12 V, e se mantém aberta mesmo que a temperatura caia para 7 V, se a tensão cair abaixo de 5 V a válvula fecha.

Após analisar o comportamento das cinco válvulas solenoide, determinou-se que a tensão de retenção de todas girava em torno de 8 V, ou seja, para que qualquer uma das válvulas solenoides

ligasse de forma segura, a tensão de alimentação deveria subir de 0 até 12 V e depois deveria cair para 8 V.

Figura 2 - Características Elétricas da Válvulas.

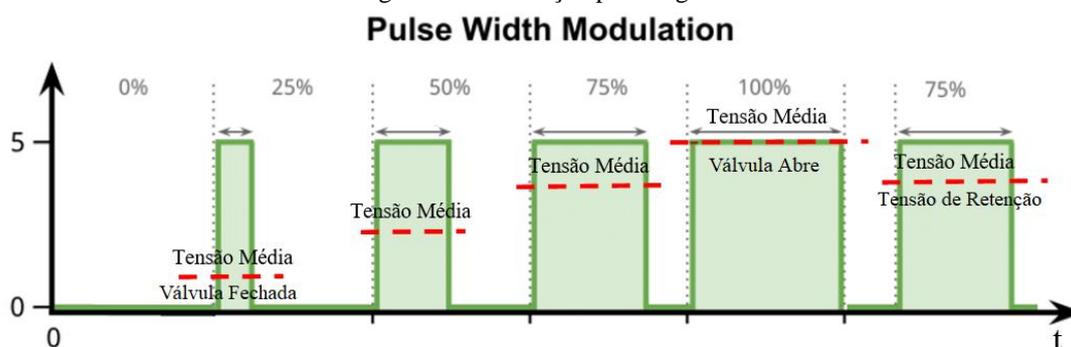


Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

Silva e Lago (2002, p. 842) fizeram uso do drive DRV103 para acionar válvulas solenoides. Porém esse tipo de drive apresenta um custo relativamente alto e necessita uma circuitaria extra e dedicada, além de ser limitado e não possibilitar ajustes.

Para o ajuste da tensão de alimentação das válvulas solenoides fez-se uso o módulo PWM do microcontrolador. O controle do ciclo de trabalho do sinal PWM é capaz de ajustar o nível de tensão aplicada às válvulas solenoides, sendo a tensão de alimentação média proporcional à largura do pulso do sinal modulado. Deste modo, basta alargar ou estreitar o pulso modulado para ligar ou desligar cada uma das válvulas. A Figura 3 mostra a forma de acionamento baseado em modulação por largura de pulso. Pode-se ver que do instante 0 a até o instante t, o ciclo de trabalho do sinal PWM cresce até 100%, ou seja 12 V, e depois cai para um valor equivalente a 8 V.

Figura 3 - Modulação por Largura de Pulso



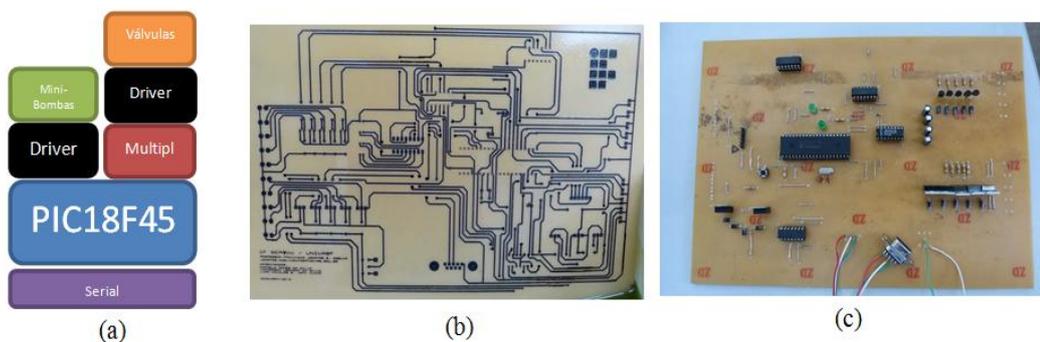
Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

Como o sinal do Timer e do PWM acionam cinco dispositivos simultâneos e o PIC apresenta apenas um pino para cada um dos módulos, aplicou-se a técnica chamada de

demultiplexação. Segundo Idoeta e Capuano (2009), demultiplexadores enviam as informações vindas de um único canal para vários canais.

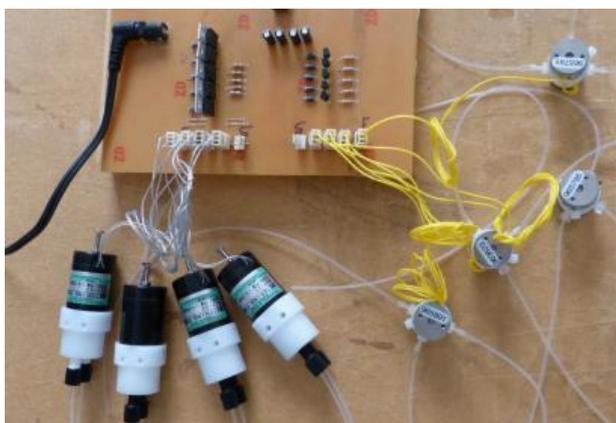
Para a comunicação com o computador usou-se a interface EUSART, a qual implementa o protocolo serial RS232, capaz de se comunicar com computadores ou quaisquer outros dispositivos que sejam compatíveis com o protocolo. Para tornar o sistema compatível com todos os computadores fez-se uso de um cabo conversor SERIAL-USB. A interface EUSART do microcontrolador foi utilizada para que a placa eletrônica pudesse ser controlada através do software SisFIA, desenvolvido especialmente para esse projeto. Na Figura 4 é mostrado o diagrama de blocos da placa eletrônica e as placas de circuito impresso implementadas. A Figura 5 mostra a placa de controle ligada às válvulas solenoides e às minibombas.

Figura 4 - (a) Diagrama de blocos referência para implementação do sistema MFA; (b) bottom copper (c) top copper da placa PCI



Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

Figura 5 - Placa de controle ligada às válvulas solenoides e às mini-bombas.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

3. Confeção do software

O *software* SisFIA foi desenvolvido para controlar todas as funcionalidades da placa de controle por meio de um computador. O SisFIA foi escrito utilizando a ferramenta RAD Studio e a linguagem DELPHI. Optou-se pelo uso dessas ferramentas devido à rapidez e facilidade que as ferramentas RAD (*Rapid Application Development* - Desenvolvimento Rápido de Aplicação),

oferecem, uma vez que estimulam o design visual da interface gráfica, a reutilização de componentes e reduz o tempo para a criação de aplicações.

O programa tem basicamente quatro módulos, que foram sendo implementados a medida que novas funcionalidades e necessidades do usuário surgiram.

O primeiro permite que o usuário acione de forma manual, individualmente ou em grupo, cinco válvulas solenoides e cinco minibombas por meio dos botões mostrados na Figura 6. Esse módulo geralmente é usado para limpeza do circuito, para calibrar a vazão das bombas ou para testar se há algum componente defeituoso.

Figura 6 - Botões de comando para acionamento manual de válvulas solenoides e cinco mini-bombas.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

O segundo módulo do sistema é composto por compostas células lógicas, mostradas na figura 7, lidas de forma individual e sequencial. Dessa forma o usuário consegue automatizar análises químicas por meio de *scripts*. A escrita desses *scripts* se baseia em código binário, no qual “0” é utilizado para desligar e “1” é utilizado para ligar. A escrita desses *scripts* permite ao usuário determinar o exato momento que cada bomba ou válvula deve entrar em operação, fazendo com que substâncias reajam de forma controlada e estratégica. Ao fim do *script* devem-se utilizar caracteres como A, B ou X para finalizar a análise, determinar o número de repetições ou repetir a análise indefinidamente. O SisFIA também permite que o *script* escrito pelo usuário seja salvo para o reuso do mesmo.

Figura 7 – células lógicas para automação de análises químicas.

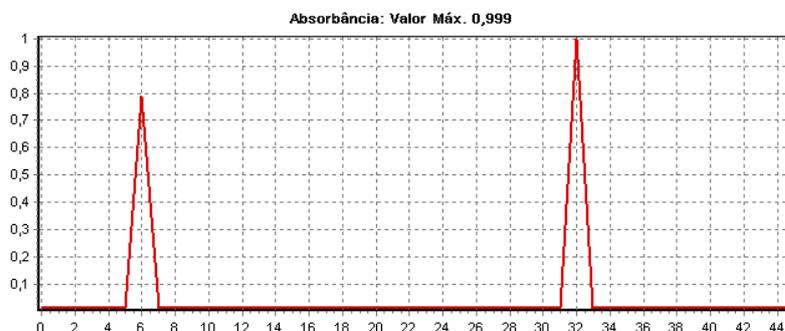
Válvulas								Bombas							
Ciclos	1	2	3	4	5	6	7	Ciclos	1	2	3	4	5	6	7
Válvula 1	0	0	1	1	0	0	a	Bomba 1	1						
Válvula 2	1	1	0	0	1	1		Bomba 2	1						
Válvula 3								Bomba 3							
Válvula 4								Bomba 4							
Válvula 5								Bomba 5							

Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

O terceiro módulo é responsável por se comunicar com o espectrofotometro do laboratório e coletar dados relacionados ao sinal de absorbância e transmitância. O espectrofotometro é dotado de uma interface de comunicação serial, o qual envia, através dela, os dados relacionadas à reação

analisada. Esses dados são codificados conforme o padrão RS-232. Após uma análise do protocolo de comunicação do aparelho foram desenvolvidas rotinas de permitir ao SisFIA processar os dados ler o sinal de absorvância e transmitância, registrar o pico do sinal e gerar um gráfico que mostre, em tempo real, o sinal da reação. Além de permitir que o usuário salve o gráfico gerado durante a análise. A Figura 8 mostra um exemplo do gráfico gerado pelo programa.

Figura 8 - Gráfico gerado pelo programa.

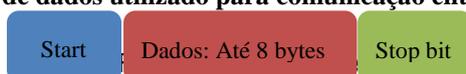


Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

O último módulo do programa tem a função de prover a comunicação entre a placa eletrônica e o SisFIA. A comunicação entre ambos se dá através da porta USB do computador e da interface de comunicação EUSART do microcontrolador, a qual é responsável pela comunicação serial por meio do protocolo RS232. Foi utilizado no sistema um cabo capaz de fazer a conversão entre os protocolos SERIAL e USB. Assim o cabo permite que o sistema desenvolvido seja compatível com qualquer computador moderno.

Uma vez conectados, a placa e o programa trocam informações por meio de pacotes de dados simples enviados conforme o modelo mostrado na Figura 9.

Figura 9 – Formato do pacote de dados utilizado para comunicação entre a placa e o software SisFIA.



Fonte: Elaborado pelo autor (2018)

Apesar de não ter sido detectado erros ou problemas graves no sistema, foi notado que o módulo de comunicação USB do SisFIA provoca pequenos travamentos da janela do programa quando a comunicação com a placa é aberta. Espera-se que esse bug seja corrigido nas próximas versões do programa.

4. Conclusão

Após as devidas alterações, o sistema funcionou como esperado, acionando cada minibomba e válvula de forma individual conforme a sequência escrita nas células lógicas do programa.

A aquisição do sinal analítico ocorreu como esperado. Desta forma, pode-se retirar muito mais informações das reações químicas em curso, o que favorece a tomada de decisão do analista/pesquisador quando da modificação de parâmetros físico e químicos no sistema de Análise por Injeção em Fluxo (FIA).

Referências

- DASGUPTA, P. K.; BERZOFSKY, R. N.; BONEN, M. R. Sistemas de análise de injeção sequencial automatizada para a Determinação de níveis de traços de Endotoxina. PI 0309703-0 A. 30 abr. 2003. 74p.
- IDOETA, I. V.; CAPUANO, F. G. **Elementos de Eletrônica Digital**. 40 ed. Érica, 2009.
- OLIVEIRA, F. S.; SOBRAL, J. A. S.; MELO, M. G.; SILVA, R. G.; BORGES, S. S. Módulo de análise por injeção sequencial baseado em válvulas e minibombas solenoide para gerenciamento de soluções em análises químicas. BR 10 2012 018560-1 A2, 26 jul. 2012. 4p.
- REIS, B. F.; GINÉ, M. F.; KRONKA, E. A. M. A análise química por injeção em fluxo contínuo. **Quím. Nova**, v. 12, n. 1., 1989.
- SANTOS, A. C. V.; Masini, J. C. A análise por injeção sequencial (sia): vinte anos em uma perspectiva brasileira. **Quím. Nova**, v.33, n.9., 2010.
- SILVA, J. A. F; LAGO, C. L. Módulo Eletrônico De Controle Para Válvulas Solenóides. **Quím. Nova**, v. 25, n. 5, 2002.