



**INSTITUTO FEDERAL
DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA**
Ceará

CAMPUS FORTALEZA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
TELECOMUNICAÇÕES - PPGET

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO DE SENSOR ÓPTICO
PARA MEDIÇÃO DE PARÂMETROS DE ÓLEOS PARA
TRANSFORMADORES**

DAVID MARTINS LEITE

Fortaleza, dezembro de 2019

DAVID MARTINS LEITE

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO DE
SENSOR ÓPTICO PARA MEDIÇÃO DE
PARÂMETROS DE ÓLEOS PARA
TRANSFORMADORES**

Dissertação apresentada à coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Telecomunicações do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Campus Fortaleza, para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Telecomunicações.

Área de Concentração:

Sistemas de Telecomunicação

Orientador:

Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses

Fortaleza, dezembro de 2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Instituto Federal do Ceará - IFCE
Sistema de Bibliotecas - SIBI
Ficha catalográfica elaborada pelo SIBI/IFCE, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

M379d Martins Leite, David.

DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO DE SENSOR ÓPTICO PARA MEDIÇÃO DE
PARÂMETROS DE ÓLEOS PARA TRANSFORMADORES / David Martins Leite. - 2020.
94 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado) - Instituto Federal do Ceará, Mestrado em Engenharia de
Telecomunicações, Campus Fortaleza, 2020.

Orientação: Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses.

1. Fluorescência. 2. Óptica. 3. Espectro de onda. 4. PLS. 5. Óleo mineral. I. Título.

CDD 621.382



**INSTITUTO FEDERAL
DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA**
Ceará

CAMPUS FORTALEZA

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
TELECOMUNICAÇÕES - PPGET**

**DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO DE SENSOR ÓPTICO PARA MEDIÇÃO
DE PARÂMETROS DE ÓLEOS PARA TRANSFORMADORES**

DAVID MARTINS LEITE

Dissertação apresentada à coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Telecomunicações do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Campus Fortaleza, para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Telecomunicações.

Aprovado em 11 de dezembro de 2019.

Membros da Banca:

Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE

Prof. Dr. João Batista Rosa Silva

Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. Francisco José Alves de Aquino

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE

Prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE

**Fortaleza - CE
Dezembro /2019**

“Alguns homens vêem as coisas como são,
e dizem ‘Por quê?’ Eu sonho com as coisas
que nunca foram e digo ‘Por que não?’”

(Geroge Bernard Shaw)

AGRADECIMENTOS

A minha mãe, Maria Aldenora Martins Leite por sempre me motivar a seguir em frente por pior quer seja os desafios.

A minha irmã, Paula Martins Leite que sempre me ajuda em momentos difíceis.

A minha mulher, Maxwellma Bezerra Rodrigues que sempre está do meu lado.

Ao meu filho, Ben Rodrigues Martins meu pequeno mundinho.

A equipe do laboratório de fônica, que sempre está à disposição de qualquer desafio proposto.

Ao prof. Dr. José Wally Mendonça Meneses pela amizade e todo conhecimento que foi repassado.

Ao prof. Dr. Glendo de Freitas Guimarães pela oportunidade de ter feito parte da equipe no projeto SARA.

Aos amigos, Kilbert Amorim Maciel, e Carlos Eugênio Benício Duarte por colaborar com o projeto tornando possível a conclusão da dissertação

À EletroAcre pelo apoio financeiro ao projeto e pela doação dos óleos em diversas condições para a calibração do protótipo.

RESUMO

Esta dissertação consiste na construção de um protótipo de sensor óptico, para análise da qualidade físico-química do óleo utilizados em transformadores. Para tanto, utilizamos um leque de amostras de óleos, retiradas de diferentes transformadores, em diferentes condições, cujas informações foram armazenadas em um banco de dados que permitisse caracterizá-las de forma a criar um conjunto de amostras que retratam ao máximo as condições de contorno necessárias a possibilitar uma maior segurança no sensoriamento e utilização da optoeletrônica. Com o intuito de obter uma maior precisão, foram realizadas longas séries de medições, utilizando mais de 100 amostras de óleo mineral em pouco mais de 2.000 simulações, visando garantir ao protótipo o atendimento das métricas relacionadas à qualidade do óleo e maior acurácia ao estudo. A técnica óptica utilizada para o desenvolvimento do protótipo foi a fluorescência, varrendo as regiões UV, Visível e IR com o objetivo de encontrar o comprimento de luz ideal para uma medição precisa e que atendesse às normas técnicas e aos parâmetros já adotados e consolidados nesta indústria. Para efeito de análise dos resultados, foram empregadas as técnicas de FTIR, UV-VIS, fluorescência, métodos matemáticos como: coeficiente de determinação R^2 , regressão parcial de mínimos quadrados, mínimos múltiplos e Savitzky-Golay. A pesquisa comprovou, através de simulações, medidas diversas e prototipagem dos circuitos de hardware e software, a aplicabilidade viável desta proposta de implementação, apresentando um protótipo de sensor óptico para medição de parâmetros de óleos para transformadores.

Palavras-chave: Fluorescência, óptica, espectro de onda, PLS, óleo mineral, protótipo.

ABSTRACT

This dissertation consists in the construction of a prototype optical sensor, for analysis of the physicochemical quality of the oil used in transformers. For this, we use a range of oil samples, taken from different transformers, under different conditions, whose information was stored in a database that would allow them to be characterized in order to create a set of samples that characterize the required boundary conditions as much as possible. Enable greater security in the sensing and use of optoelectronics. In order to obtain greater precision, long series of measurements were performed, using more than 100 mineral oil samples in just over 2,000 simulations, aiming to ensure the prototype compliance with the well-related oil quality metrics and greater accuracy to the study. The optical technique used for the prototype development was the flowering, sweeping the UV, Visible, IR regions in order to find the ideal light length for accurate measurement and meeting the technical standards and parameters already adopted and consolidated in this industry. FTIR, UV-VIS, fluorescence, mathematical methods such as: coefficient of determination R^2 , partial least regression, multiple least and Savitzky-Golay were used to analyze the results. Miscellaneous measurements and prototyping of hardware and software circuits, the feasible applicability of this implementation proposal, presenting a prototype optical sensor for measurement of transformer oil parameters.

Keywords: Fluorescence, optics, wave spectrum, PLS, mineral oil, prototype.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Espectro eletromagnético.....	21
Figura 2: Faixa de frequência NIR, MIR e FIR	22
Figura 3: Processos de estado animado após a excitação de uma molécula	23
Figura 4: Representação dos níveis de energia e transições eletrônicas, bem como dos espectros de absorção e de emissão correspondentes	25
Figura 5: A passagem de luz através de uma solução de amostra é parcialmente absorvida pelos componentes.....	26
Figura 6: Princípio de medição em espectroscopia UV / VIS	27
Figura 7: Óleos utilizados durante os experimentos.....	29
Figura 8: <i>Evolution 60S UV-Visible</i>	37
Figura 9: <i>PerkinElmer Frontier IR / FIR</i>	38
Figura 10: Equipamento Cary Eclipse	40
Figura 11: Utilização do método <i>Savitzky-Golay</i>	42
Figura 12: Screenshot do programa The Unscrambler X em funcionamento.....	43
Figura 13: FTIR parâmetros de cor, absorção.....	47
Figura 14: FTIR parâmetros de cor, predição.....	48
Figura 15: FTIR parâmetros de densidade, absorção	49
Figura 16: FTIR parâmetros de densidade, predição	49
Figura 17: FTIR parâmetros de fator de perdas, absorção	50
Figura 18: FTIR parâmetros de fator de perdas, predição	50
Figura 19: FTIR parâmetros de rigidez dielétrica, absorção.....	51
Figura 20: FTIR parâmetros de rigidez dielétrica, predição.....	51
Figura 21: Absorção parâmetro de cor, absorção	53
Figura 22: UV/VIS parâmetro de cor, predição.....	53
Figura 23: UV/VIS parâmetro de cor, absorção, removido L1, L8, L9, L16	54
Figura 24: UV/VIS parâmetro de cor, predição, removido L1, L8, L9, L16	54
Figura 25: UV/VIS parâmetro de Tensão Interfacial, absorção, L01-L20	55
Figura 26: UV/VIS parâmetro de Tensão Interfacial, predição, L01-L20	55

Figura 27: UVVIS parâmetro de tensão interfacial, absorção, L01-L20, removido L1, L4, L12, L15	56
Figura 28: UVVIS parâmetro de tensão interfacial, predição, L01-L20, removido L1, L4, L12, L1	56
Figura 29: Análise PCA dos espectros de absorção, UVVIS	58
Figura 30: Espectros originais	60
Figura 31: Espectros filtrados - Método das médias móveis	61
Figura 32: Espectros filtrados - Método Savitzky-Golay	61
Figura 33: Parâmetro de Cor, absorção com espectros originais.....	62
Figura 34: parâmetro de cor, absorção utilizando Savitzky-Golay	63
Figura 35: Parâmetro Cor, predição original	63
Figura 36: Parâmetro Cor predição original utilizando Savitzky-Golay.....	64
Figura 37: Fatores do hidrogênio 390nm	66
Figura 38: Predição do hidrogênio 390nm com óleos selecionados para remoção ..	66
Figura 39: Predição do hidrogênio 390nm com óleos removidos.....	67
Figura 40: Densidade, absorção	68
Figura 41: Densidade, predição	69
Figura 42: Cor, absorção.....	69
Figura 43: Cor, predição.....	70
Figura 44: Tensão Interfacial, absorção	71
Figura 45: Tensão interfacial, predição	71
Figura 46: Monóxido de carbono, absorção	72
Figura 47: Monóxido de carbono, predição	72
Figura 48: Tela LCD com interface do programa	73
Figura 49: Case do Protótipo.....	74
Figura 50: Arduino Mega	75
Figura 51: Placa de seleção das LEDs	76
Figura 52: Detalhe do sensor óptico.....	77
Figura 53: Sensores expostos.....	77
Figura 54: Tela LCD touchscreen.....	78
Figura 55: Powerbank	78

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

HTML - *HyperText Markup Language*
PNG - *Portable Network Graphics*
IDE - *Integrated Development Environment*
DPs – Descargas Parciais
PLS – *Partial Least Squares*
IR - *Infrared*
NIR – *Near Infrared*
MIR – *Middle Infrared*
FIR – *Far Infrared*
UV – *Ultraviolet*
VIS – *Visible*
PPV – Para-Fenileno Vinilen
EL – Eletroluminescência
PL – Fotoluminescência
PLED - *Polymer Light Emitting Diodes*
pH – *Potencial Hidrogeniônico*
PRESS – *Residual Sum Of Predicted Squares*
FTIR - *Fourier Transform Infrared*
SUVF - *Synchronous Ultraviolet Fluorescence*
PAH - *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons*
PCA - *Principal Component Analysis*
iPLS - *Interval Partial Least Squares*
H2 - Hidrogênio
O2 - Oxigênio
N2 - Nitrogênio
CO – Monóxido de carbono
CH4 - Metano
CO2 - Dióxido de carbono
C2H4 - Etileno
C2H6 - Etano

C₂H₂ – Acetileno

SNV - *Standard Normal Variation*

LCD - *Liquid Crystal Display*

LED - *Light Emitting Diode*

NM – Nanômetro

RMSE - *Root-Mean-Square Error*

N/A - *Not Available*

R² - Coeficiente De Determinação

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	16
1.1 Introdução	16
1.2 Motivação	17
1.3 Objetivo Geral	18
1.4 Objetivos Específicos	18
1.5 Organização do Trabalho	18
FUNDAMENTAÇÃO	20
2.1 Considerações Iniciais.....	20
2.2 Espectro Eletromagnético	20
2.3 Fluorescência	22
2.4 Fotoluminescência	24
2.5 Espectrofotometria (UV-VIS)	26
2.6 Estudo Sobre Óleos	28
2.6.1 Sobre os gases presentes nas amostras de óleo.....	30
2.6.2 Características Físico-Químicas dos óleos	31
METODOLOGIA	32
3.1 Introdução	32
3.2 Métodos de Medição e Pesquisa	32
3.3 Obtenção das Amostras	34
3.4 UV-VIS	36
3.4.1 Preparação das Amostras UV-VIS	37
3.5 FTIR	38
3.5.1 Preparação de amostras FTIR	39
3.6 Fluorescência	40
3.6.1 Aplicações Químicas, Materiais e Amostras	41
3.7 Descrevendo PLS	42
3.8 Conclusão do Capítulo	44
RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	45

4.1 Considerações Iniciais.....	45
4.2 Dificuldades de Construção.....	45
4.3 Coleta de Resultados Iniciais	47
4.4 Segundo Lote de Óleos.....	57
4.5 Análise de Componentes Principais (PCA)	58
4.6 Filtragem de Espectros.....	60
4.7 Análise PLS Com Filtro Digital	62
4.8 Método de Validação do PLS	65
4.9 Melhores Resultados.....	68
4.10 O Protótipo	73
4.11 Conclusão do Capítulo	79
CONCLUSÕES	80
5.1 Projetos Futuros	81
REFERÊNCIAS.....	83
ANEXO	87

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

1.1 Introdução

Transformadores de potência são os componentes mais críticos e caros no sistema de transmissão de energia. Falhas catastróficas destes componentes podem ocorrer sem aviso prévio, tais como ruptura dielétrica e descargas parciais, resultando em sérios derramamentos de óleo, incêndios, danos extensos a equipamentos adjacentes e grande perturbação no sistema elétrico. Tais situações podem gerar prejuízos da ordem de milhões de reais (BECHARA, 2010).

A ruptura dielétrica é uma das principais causas de falhas de transformadores de energia e, muitas vezes, descargas parciais (DPs) estão envolvidas nessas avarias dielétricas, como também a degradação da propriedade de isolamento do óleo do transformador (ANTONELLO, 2006).

Caso não haja a devida manutenção na troca do óleo dentro dos transformadores de potência, é possível que ocorra mau funcionamento destes, o qual varia de pequenos aquecimentos a falha total, o que, conseqüentemente, pode causar explosões graves. Já a troca muito antecipada, além de submeter a empresa a um gasto de tempo e esforço desnecessários, gera gastos com manutenção e impede o funcionamento do equipamento durante a troca de óleo, de modo que, na

ausência de um equipamento reserva, a produção é comprometida (GODINHO, 2014).

O equipamento apresentado tem a capacidade de medir a qualidade de óleos minerais de transformadores de forma rápida e prática. Essa medição pode ser feita em campo, devido a mobilidade do equipamento, possuindo uma interface que permite a interpretação da qualidade do óleo medido em tempo real.

1.2 Motivação

Analisar diversos tipos de óleos minerais, que compõem os transformadores, com um intuito de desenvolver protótipo de sensor óptico para medição de parâmetros de óleos para transformadores, de maneira rápida e eficiente, quer em campo ou remotamente. Em se tratando de transformadores, existem diversos tipos de óleos que podem ser utilizados, sendo eles: óleo mineral e óleo vegetal. O óleo mineral está dividido em duas classes, naftênico e parafrênico. Neste estudo focaremos os óleos minerais por sua melhor e mais apropriada aplicação em transformadores de alta potência (ANTONELLO, 2006).

Utilizaremos uma análise espectral, observando as diferenças em cada faixa do espectro de onda, mapeando os óleos em diferentes estados de qualidade, criando um banco de dados que foi tratado de modo a permitir uma análise dos diversos parâmetros relacionados à qualidade do óleo. Foi ainda utilizado o método *Partial Least Squares* (PLS), para tratar os dados, classificá-los e montar um sistema baseado em variação espectral, visando identificar, de forma simples, novas análises de óleos em campo e permitir identificar se o mesmo continua apto, ou não, a utilização nos transformadores (PALOU et al., 2017).

Com base nos estudos feitos por (ABBAS et al., 2006), (ABU-SIADA; LAI; ISLAM, 2012), (BENOUNIS et al., 2008), (BRUZZONITI et al., 2012), percebemos uma necessidade de criar um sistema de medição, o que nos motivou a definir e

propor um protótipo que viesse a contribuir para medição de parâmetros de óleos para transformadores.

1.3 Objetivo Geral

Desenvolver um protótipo capaz de identificar a qualidade de óleos de transformadores por meio de espectros específicos de luz.

1.4 Objetivos Específicos

Como forma de atingir a consecução do trabalho e o objetivo geral estipulado, tem-se os seguintes objetivos específicos:

- I. criação de um banco de dados capaz de ser utilizado em diversas aplicações relacionadas à solução proposta;
- II. Estudar e analisar os métodos FTIR (Fourier Transform Infrared), UV-VIS, fluorescência, PLS;
- III. Analisar curvas de excitação referente aos óleos que permitam a identificação de parâmetros relacionados ao protótipo;
- IV. Analisar os resultados utilizando o programa de análise estatística *The Unscrambler X 10.4* para ajustes e refinamentos nas medidas do protótipo;
- V. Desenvolver métodos para otimização do PLS(partial least square).

1.5 Organização do Trabalho

O restante deste trabalho está organizado em cinco capítulos. No capítulo 2, abordamos a fundamentação teórica da pesquisa. No capítulo 3, apresenta a metodologia da pesquisa, detalhando sua caracterização, as etapas, e como foram obtidas as amostras e as técnicas de medição utilizadas. No capítulo 4, os

resultados e discussões são apresentados. No capítulo 5, apresentamos as Conclusões e projetos futuros.

Capítulo 2

FUNDAMENTAÇÃO

2.1 Considerações Iniciais

Neste capítulo abordamos as principais definições teóricas e científicas relacionadas a luz, UV-VIS, fotoluminescência, fluorescência, IR, entre outros conceitos importantes para compreensão da proposta dessa dissertação. Partindo destes conhecimentos que fundamentam a pesquisa teórica, seguimos com o aparato experimental a fim de oferecer um protótipo para medições de óleos de transformadores em campo.

2.2 Espectro Eletromagnético

Pode-se definir espectro de luz como as séries de bandas de frequências dispersas e dispostas na ordem dos respectivos comprimentos de onda. O espectro de luz pode ser relacionado com a intensidade de qualquer radiação ou movimento exibido como uma função de frequência ou de comprimento de onda. Cada cor tem um comprimento de onda específico, por exemplo, a luz vermelha tem um comprimento de onda de 660 nm, enquanto que a luz verde tem um comprimento de onda de 520 nm. Assim, os diferentes componentes da luz são caracterizados por um comprimento de onda específico. A soma de todos os componentes, isto é, de todos os comprimentos de onda, é chamada espectro. Mais especificamente, um espectro representa uma distribuição de energia radiante. Por exemplo, o espectro eletromagnético da luz visível varia de aproximadamente 390 nm a aproximadamente 780 nm, como pode ser visto na Figura 1 (ROYCHOUDHURI; VANDERGRIFF, 2009).

De acordo com a faixa de frequência é possível trabalhar com espectro de luz visível ou não visível, com foco na melhor detecção dos espectros. Neste trabalho utilizaremos a luz visível, ultravioleta e infravermelho para realizar testes de medições e características específicas, os quais serão abordados no decorrer deste trabalho (STEDWELL; POLFER, 2013).

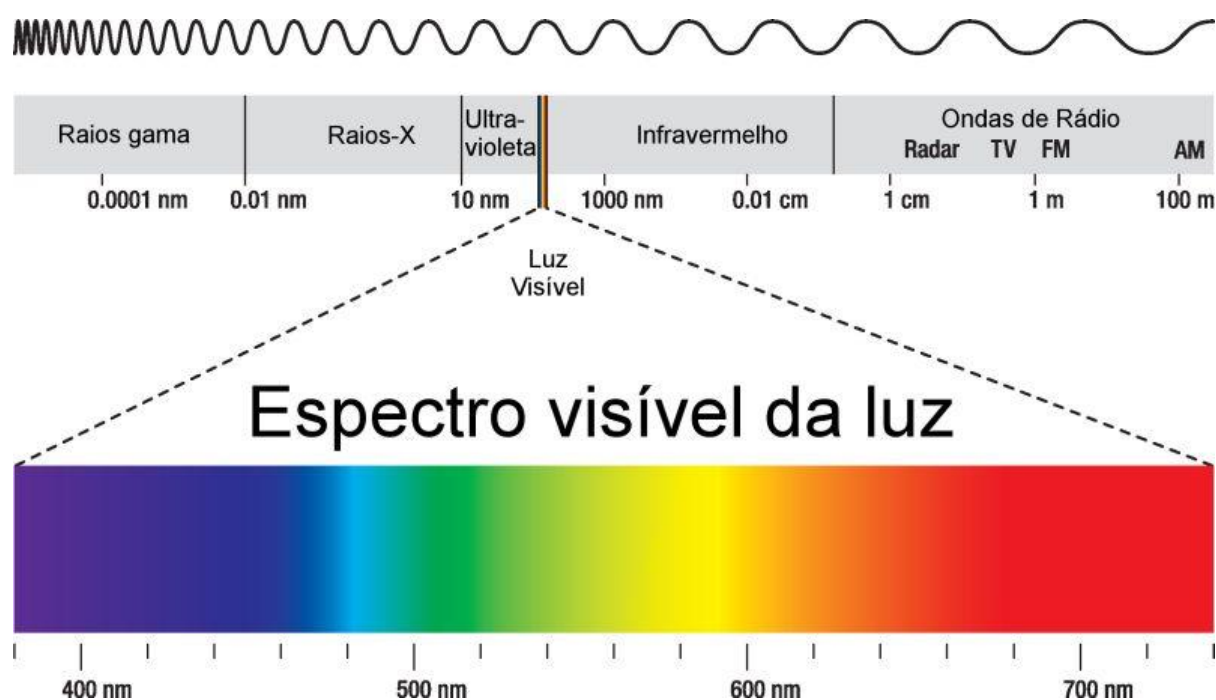


Figura 1: Espectro eletromagnético

Fonte: Peter Hermes Furian

A faixa do infravermelho ou IR (*InfraRed*) compreende comprimentos de 780 nm a 10.000 nm. No espectro IR, as bandas de absorção são caracterizadas por um número de onda, no qual ocorre a absorção (correspondente às ligações químicas) e a intensidade de absorção (proporcional à quantidade da substância da amostra), na Figura 1 são mostrados tipos de IR (NIR, MIR e FIR)(STEDWELL; POLFER, 2013).

Das faixas de frequência utilizadas, a região do infravermelho é dividida em três faixas(figura 2): o infravermelho próximo ou NIR (*Near Infrared*), que é a região mais próxima da região visível, que tem um alcance de 770nm a 2500 nm; o infravermelho médio ou MIR (*Middle Infrared*), que tem um alcance de 2500 a 25.000

nm, e o infravermelho distante ou FIR (*Far Infrared*), que tem um alcance de 25.000 a 1.000.000 nm (ROYCHOUDHURI; VANDERGRIF, 2009).

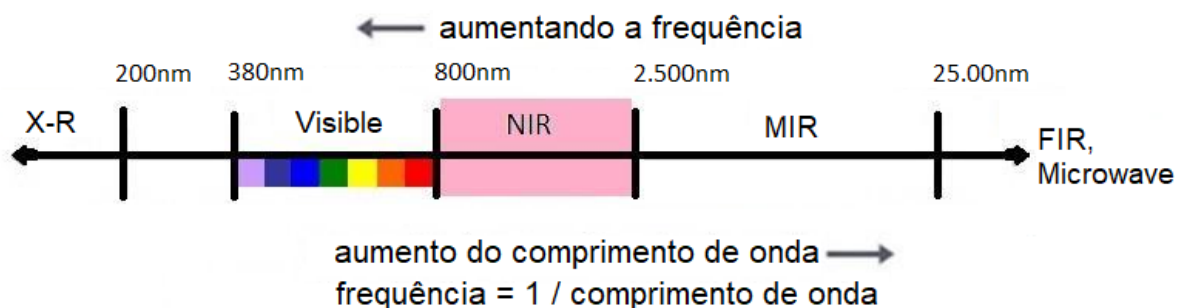


Figura 2: Faixa de frequência NIR, MIR e FIR

Fonte: Própria

A luz ultravioleta é uma luz com comprimento de onda menor que ± 400 nm, o limite inferior da faixa visível de comprimento de onda. Definições diferentes são usadas para distinguir diferentes regiões espectrais: A região espectral UV próximo varia de 400 nm a 300 nm. A região UV média varia de 300 a 200 nm, e comprimentos de onda mais curtos, de 200 nm a 10 nm, pertencem à região UV distante. Comprimentos de onda ainda mais curtos pertencem ao UV extremo (EUV)(CHEN et al., 2016).

A luz UV encontra uma ampla gama de aplicações, incluindo desinfecção UV de água e ferramentas, cura UV de adesivos, controle de qualidade para muitos materiais e fluorescência interessante para fins analíticos(CHEN et al., 2016; TRAN et al., 2016).

2.3 Fluorescência

A fluorescência molecular é amplamente utilizada nas ciências físicas, químicas, dos materiais, biológicas e médicas como uma ferramenta de detecção, análise, visualização, investigação de propriedades locais, diagnósticos e assim por diante. De fato, os compostos fluorescentes podem ser usados não apenas para mera visualização, mas também como sondas, indicadores, sensores e traçadores

para fornecer informações sobre parâmetros físicos ou químicos locais: pressão, temperatura, viscosidade, polaridade, pH, concentrações de espécies iônicas ou neutras (CHEN et al., 2015).

Uma vez que uma molécula é excitada pela absorção de um fóton, ela pode retornar ao estado fundamental através de várias vias, conforme se pode observar na Figura 3. A via radioativa, isto é, emissão de fótons com retenção de multiplicidade de *spin*, é chamada de fluorescência. Outra via radiativa é a fosforescência. Esta é a principal distinção a ser feita entre a fluorescência e a fosforescência, e não apenas o fato de que o decaimento da intensidade de fluorescência após a excitação do pulso de luz é geralmente muito mais rápido do que o da fosforescência. O caminho não-irradiante da desexcitação, chamado conversão interna, é o retorno direto ao estado fundamental sem emissão de fóton. No estado excitado, a molécula pode sofrer processos intramoleculares: transferência de carga, mudança conformacional e assim por diante (VALEUR, 2009).

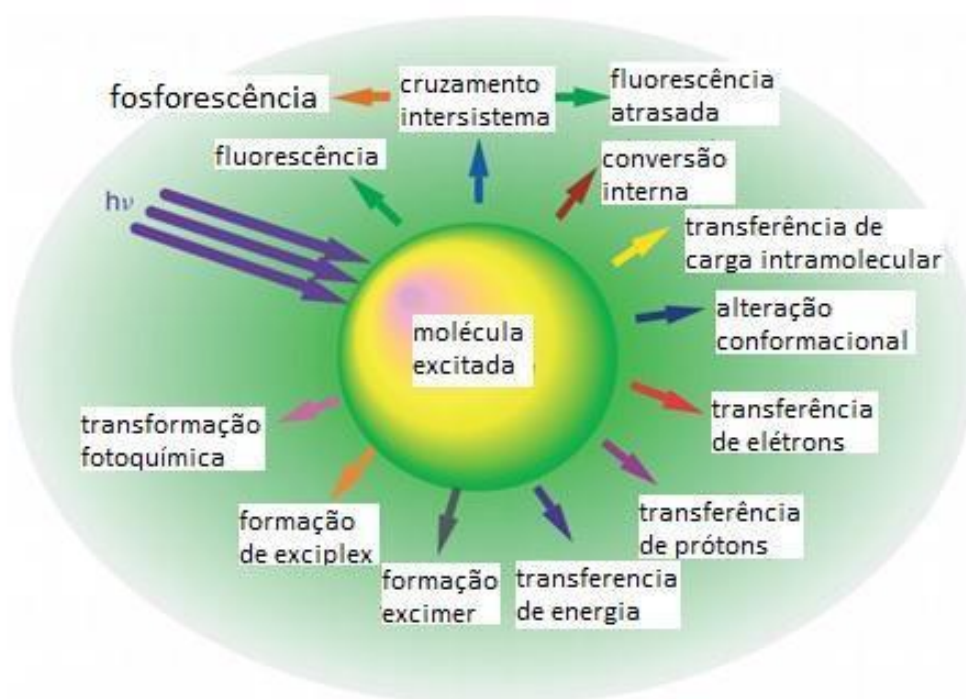


Figura 3: Processos de estado animado após a excitação de uma molécula

Fonte: imagem adaptada de(VALEUR, 2009)

2.4 Fotoluminescência

Um processo de emissão radiativa (fóton) em uma determinada substância é chamado luminescência e essa substância é chamada de material luminescente. A luminescência difere da reflexão, refração e dispersão da luz, pois ocorre através de uma variedade de processos de excitação eletrônica, incluindo transições eletrônicas intrínsecas entre bandas de energia (BANCROFT; MOORE; FRAZIER, 1976).

Entre os vários processos radiativos, a fotoluminescência é causada pela absorção óptica (fóton), ou seja, a fotoexcitação. Embora o termo fotoluminescência seja preferencialmente usado na ciência dos materiais e na física e tecnologia de estado sólido, fluorescência e fosforescência, que são tipos de fotoluminescência, são termos mais usados nos óleos da química, biociência e ciência médica, onde o material luminescente é frequentemente chamado material fluorescente. Além disso, a incorporação intencional de impurezas, como metais de transição, por exemplo, em materiais hospedeiros isolantes ou semi-isolantes os tornam centros de luminescência. Tais materiais são chamados de fósforos (AN et al., 2015; LI; YAN; ZHAO, 2016).

Uma forma de entender os fenômenos de fotoluminescência e eletroluminescência é definir que a energia que cada molécula possui, é distribuída em uma série de níveis discretos. Assim, a absorção ocorre quando a luz incidente tem energia suficiente para ocasionar transições entre os diferentes níveis.

Na figura 4: tem-se um diagrama (de caráter ilustrativo) no qual são representadas as transições do estado fundamental para o estado excitado e o retorno do estado excitado ao fundamental. Os espectros de absorção e de emissão correspondentes a essas transições também podem ser observados (HOFMANN, 2010).

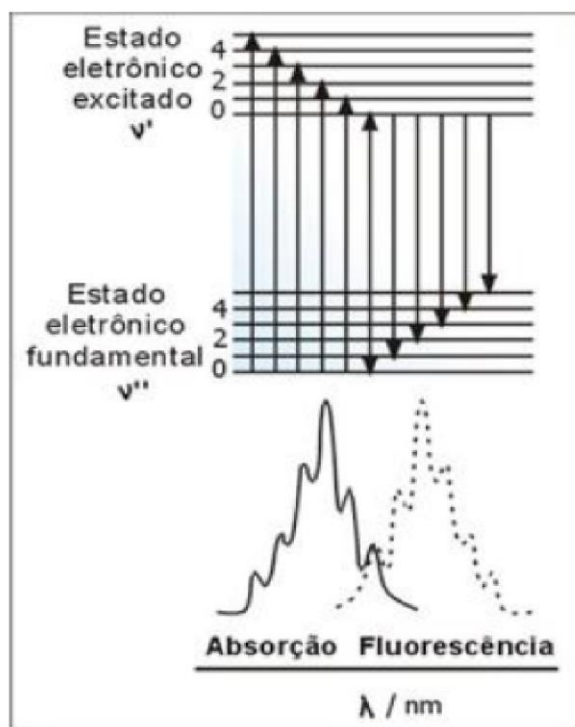


Figura 4: Representação dos níveis de energia e transições eletrônicas, bem como dos espectros de absorção e de emissão correspondentes

Fonte: (BASSI, 2018)

Na figura 4 é possível observar ainda o fenômeno conhecido como deslocamento Stokes (*Stokes shift*), que é o deslocamento do máximo do espectro de emissão em relação ao máximo do espectro de absorção. Esse deslocamento é consequência de perdas não-radiativas envolvidas no processo de luminescência. Assim, os fótons absorvidos são geralmente **mais altos em energia** do que os fótons emitidos; essa energia é chamada de mudança de Stokes (HOFMANN, 2010).

2.5 Espectrofotometria (UV-VIS)

A espectrofotometria é um método utilizado para medir o quanto uma substância química absorve a luz, medindo a intensidade quando um feixe de luz passa através da solução da amostra. O princípio básico é que cada composto absorve ou transmite luz em uma certa amplitude de comprimento de onda. Assim, a medida também pode ser usada para medir a quantidade de uma substância química conhecida. A espectrofotometria é muito utilizada nas áreas de biologia, físico-química, indústria e em diversos laboratórios, incluindo de análises clínicas (VIÑAS et al., 1992).

O conhecimento da absorção de luz pela matéria é a forma mais usual de determinar a concentração de compostos presentes em solução. Todo composto químico absorve, transmite ou reflete luz (radiação eletromagnética) em uma certa amplitude de comprimento de onda (ABU-SIADA; LAI; ISLAM, 2012).

Como a energia absorvida é quantizada, o espectro de uma única transição eletrônica deveria corresponder a uma linha discreta. Esta previsão não se confirma, uma vez que a absorção eletrônica se sobrepõe a sub níveis rotacionais e vibracionais. Assim, um espectro de UV-VIS tem o aspecto de uma banda larga. Na Figura 5, a seguir, podemos observar a passagem de luz através de uma solução de amostra (DE CARO, 2015).

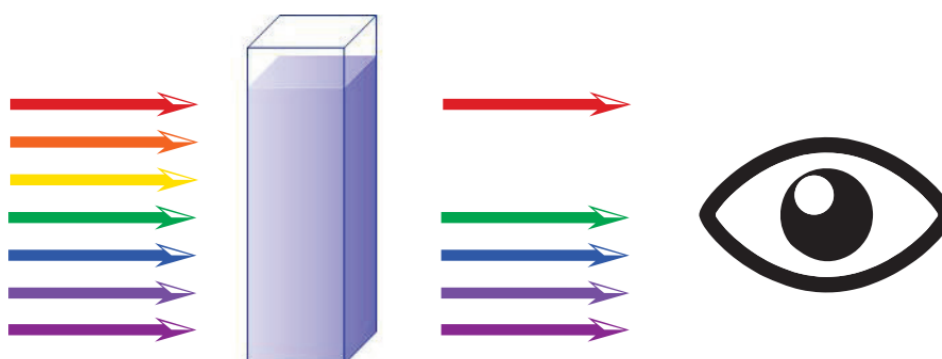


Figura 5: A passagem de luz através de uma solução de amostra é parcialmente absorvida pelos componentes

Fonte: (DE CARO, 2015)

A absorção de luz pode ser usada em química analítica para caracterização e determinação quantitativa de substâncias. Podemos definir a espectroscopia UV / VIS como sendo uma técnica baseada na absorção de luz por uma substância desconhecida ou por uma amostra desconhecida. Na Figura 5 observamos que a amostra é iluminada com raios eletromagnéticos de vários comprimentos de onda no visível (VIS, ou seja, as diferentes cores) e faixas adjacentes, ou seja, ultravioleta (UV) e parte da região inferior do infravermelho (próximo IR) do espectro (GODINHO, 2014).

Dependendo da substância, a luz é parcialmente absorvida. A luz restante, isto é, a luz transmitida, é registrada como uma função do comprimento de onda por um detector adequado, proporcionando o espectro UV / VIS da amostra. Como resultado, cada substância absorve a luz de maneira diferente, de modo que existe uma relação única e específica entre a substância e seu espectro UV / VIS. O espectro pode então ser usado para identificar ou quantificar uma substância. A Figura 6, se refere ao princípio de medição em espectroscopia UV/VIS.



Figura 6: Princípio de medição em espectroscopia UV / VIS

Fonte: (DE CARO, 2015)

As essenciais propriedades de uma banda de absorção são a sua posição e sua intensidade. O ponto central da absorção corresponde ao comprimento de onda da radiação cuja energia é equivalente à necessária para que haja a transição eletrônica. E a intensidade necessita principalmente, da relação entre a energia incidente e o sistema eletrônico.

O processo de absorção se inicia quando a luz passa através da amostra. A quantidade de luz absorvida é a diferença entre a intensidade da radiação incidente

I_0 e a radiação transmitida I . A quantidade de luz transmitida é expressa tanto em transmitância como absorbância (STEDWELL; POLFER, 2013). A transmitância é definida conforme a equação 1:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (1)$$

E a absorbância relaciona-se com a transmitância da conforme a equação 2:

$$A = \log \frac{1}{T} = -\log T \quad (2)$$

Uma expressão mais conveniente para a intensidade da luz, neste caso, é obtida através da lei de *Lambert-Beer*, que diz que a fração de luz absorvida por cada camada da amostra é a mesma. Ou seja, estabelece que absorbância é diretamente proporcional ao caminho (b) que a luz percorre na amostra, à concentração (c) e à absortividade (ϵ), conforme a equação 3:

$$A = \epsilon cb = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (3)$$

2.6 Estudo Sobre Óleos

Nesta dissertação realizamos um estudo fazendo uso da fotoluminescência combinada com diversos tipos de óleo para nossos experimentos. Para o melhor entendimento dos experimentos, bem como dos resultados obtidos, se faz necessário o conhecimento básico sobre tipos de óleos e suas aplicações.

Na Figura 7, observam-se diversos tipos de óleos utilizados para o experimento, fornecidos pela LIQUITEC e retirados de três tipos de transformadores: em funcionamento, em manutenção e em estoque para instalação futura. Os óleos se apresentavam em diversos estados (novos, em uso e deteriorados) os quais

passam por processo de análise distintas com o foco de calibração e alinhamento dos sensores do protótipo.



Figura 7: Óleos utilizados durante os experimentos

Fonte: Própria

O óleo mineral isolante é um óleo à base de petróleo que foi refinado especificamente para atender os requisitos funcionais para ambos fluidos de isolamento elétrico e de transferência de calor. É usado principalmente em transformadores de alta tensão, que devem operar de forma confiável por até 40 anos (GODINHO, 2014).

Os óleos minerais têm uma forte estabilidade química e térmica. Tudo isso, junto com suas excelentes propriedades isolantes, permitem o uso como lubrificantes em diversos equipamentos elétricos. Antes de serem utilizados, são

óleos parafínicos com polarização muito baixa. No entanto, como consequência de seu uso, ocorre um envelhecimento do óleo devido a processos químicos e ao efeito de impurezas que entram no ambiente circundante. A oxidação do óleo e a quebra de suas cadeias macromoleculares são os principais motivos de sua retrogradação. Durante o envelhecimento do óleo, suas constantes ópticas são alteradas; em particular, a constante dielétrica será aumentada devido a um aumento da polaridade como consequência da quebra das cadeias macromoleculares (SILVA, 2009).

Dessa forma, se dissolvermos uma molécula orgânica apropriada em um óleo de desgaste e iluminarmos com a luz do comprimento de onda correspondente às suas bandas de absorção, os perfis dos espectros de fluorescência mostraram alterações após o ambiente de polaridade e, portanto, obteremos uma medida indireta da qualidade do óleo (BARBOSA, 2008).

Óleos isolantes são compostos de hidrocarbonetos compostos tais como parafinas, naftenos e outros da série aromática. No entanto, a estabilidade oxidativa e outras características são influenciadas pelo enxofre, nitrogênio e oxigênio, compostos naturalmente presentes em quantidades extremamente pequenas.

A fim de garantir que um óleo específico seja aceitável para uso em um determinado transformador, os parâmetros de qualidade são definidos por uma especificação padrão, tais como: físico-químicos (cor, índice de neutralização, rigidez dielétrica, tensão interfacial, teor de água, fator de perdas, densidade) e gases presentes nas amostras (hidrogênio, oxigênio, nitrogênio, monóxido de carbono, metano dióxido de carbono, etileno, etano, acetileno), que são medidos e comparados com o padrão. Para atestar a qualidade dos óleos, são feitos ensaios com amostras dos mesmos, conforme constam na norma NBR-10576- Óleo mineral isolante de equipamentos elétricos (OSSIA et al., 2008).

2.6.1 Sobre os gases presentes nas amostras de óleo

A detecção de gases gerados em um transformador de óleo em serviço, muitas vezes é a primeira indicação disponível de um mau funcionamento que pode

levar à falha. As descargas de arco e corona são alguns dos possíveis mecanismos que podem resultar na decomposição de materiais isolantes e na formação de vários gases combustíveis e não combustíveis. Os gases de evolução aumentam o fator de perda dielétrica e diminuem a resistência dielétrica.

A detecção de gases gerados por uso em um transformador a óleo, normalmente é uma indicação inicial em análise, de óleo com desgaste que eventualmente podem levar a falha do transformador. A criação dos gases ocorre por arcos internos e corona que também podem criar gases combustíveis e não combustíveis, conforme o aumento dos gases o fator de perda dielétrica aumenta, que também diminui a resistência dielétrica interna do transformador.

As características de gases que mais modificadas ou criadas na degradação do óleo são: hidrogênio, oxigênio, nitrogênio, monóxido de carbono, metano, dióxido de Carbono, etileno, etano e acetileno.

2.6.2 Características Físico-Químicas dos óleos

A caracterização do óleo utilizado em transformadores não é feita pela composição da mistura, mas pelos seus parâmetros físico-químicos, esses parâmetros têm o objetivo de diferenciar a qualidade do óleo nos transformadores e criar uma uniformidade para os mesmos. A análise das características físico-químicas indicam com detalhes a situação do desgaste de um transformador, tudo isso é padronizado pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), *American Society For Testing And Materials* (ASTM) e *International Electrotechnical Commission* (IEC).

As características físico-químicas mudam de forma expressiva ao longo do tempo gerando uma análise e padronização bem detalhadas (LOPEZ et al., 2018). As características mais evidentes de mudança são: índice de neutralização, rigidez dielétrica, tensão interfacial, teor de água, fator de perdas, cor e densidade máxima. Qualquer alteração fora dos padrões da NBR 5356 (ABNT NBR 5356-1, 2007), deve ser feita a troca do óleo.

Capítulo 3

METODOLOGIA

3.1 Introdução

O objetivo deste capítulo consiste em descrever métodos utilizados para simulações, medições e equipamentos necessários. Descrevemos as funções essenciais, marcas, tecnologia e demais características. Contudo, não é nosso intuito fazer desta dissertação um tutorial. Logo, focamos nas características dos equipamentos pertinentes aos experimentos realizados. É feita a descrição dos respectivos métodos e equipamentos, *Evolution 60S UV-Visible*, *PerkinElmer Frontier IR / FIR*, *Cary Eclipse* da *Agilent*.

3.2 Métodos de Medição e Pesquisa

A maioria dos estudos sobre óleos está relacionada na caracterização de óleos para resolver problemas como a continuidade vertical e lateral de reservatórios. Recentemente, técnicas alternativas, como a espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e fluorescência no ultravioleta têm sido usadas para aperfeiçoar avaliação das continuidades de um reservatório e caracterizar evolução geoquímica de óleos de reservatórios individuais.

Métodos baseados em fluorescência oferecem uma rota conveniente para alcançar esse objetivo com alta sensibilidade e uma instrumentação relativamente simples. A fluorescência dos óleos brutos deriva da presença de uma ampla gama de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAH), formado por combinações de um ou mais anéis de benzeno altamente fluorescentes.

Em paralelo a este método clássico, requerendo bandas de integração, optamos por usar como método para classificar nossa amostragem de óleos com quimiometria, algoritmos baseados em semelhanças espectrais e diferenças de região espectral completa. São utilizadas no decorrer dos testes nessa pesquisa as análises de componentes principais (PCA) para classificar os óleos mapeando cada espectro, em um espaço de dados de menor número de variabilidade máxima nos dados.

Com a utilização desse método procuramos um intervalo espectral que é particularmente informativo com respeito ao parâmetro sob investigação e, muitas vezes, leva à melhoria na capacidade preditiva sobre modelos de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS – *Partial Least Squares*) ou de espectro completo padrão. Vale ressaltar que, tanto o PLS quanto o iPLS (*Interval Partial Least Squares*), empregam variáveis latentes ao invés de variáveis reais fornecendo modelos complexos.

O termo “mínimos quadrados parciais” significa especificamente o cálculo dos mínimos quadrados ótimos ajustados a parte de uma matriz de correlação ou covariância (MCINTOSH; CHAU; PROTZNER, 2004). A parte da matriz de correlação ou covariância na qual os mínimos quadrados se encaixam é a correlação “bloco cruzado” entre as variáveis exógenas ou X e as medidas dependentes ou variáveis Y. Os mínimos quadrados parciais medem a covariância entre dois ou mais blocos de variáveis e criam um novo conjunto de variáveis que é otimizado para covariância máxima (não correlação máxima) usando o menor número de dimensões (MCINTOSH et al., 1996).

Os dados coletados permitem a montagem de um modelo de previsão suficientemente aplicável para a definição das frequências adotadas no protótipo. O

modelo de previsão usando o PLS não requer de tantos dados para um bom funcionamento mais de parâmetros que possam seguir definir um ponto em comum. Além disso, os mínimos quadrados parciais são uma melhoria no PCA, uma vez que a solução derivada dos mínimos quadrados parciais é restrita à parte da matriz de covariância diretamente relacionada à manipulação experimental ou relacionada ao comportamento (MCINTOSH; CHAU; PROTZNER, 2004).

3.3 Obtenção das Amostras

Para a criação de um modelo matemático eficiente é necessário um número elevado de amostras de óleo, pois quanto mais amostras, maior a previsão obtida. Logo será necessário um grande número de óleos. Para a obtenção das amostras, os laboratórios são indispensáveis, já que esse tipo de óleo usado não pode ser dispensado em locais inadequados. Assim, apenas empresas especializadas possuem acesso aos óleos usados.

Quando removido o óleo usado em transformadores, os testes com os mesmos devem ocorrer de forma rápida para manter a concentração dos gases, a fim de entender a relação de desgaste com os óleos e o crescimento dos gases, no trabalho feito as amostras foram analisadas no melhor tempo possível e todas as amostras foram devidamente bem armazenadas em recipientes totalmente isolados do meio externo. A inserção dessas amostras também foi feita de forma cautelosa com uso de seringas para a menor exposição com o ar possível.

Em cada óleo é feita uma análise detalhada dos parâmetros físico-químicos e gases dissolvidos. A empresa que forneceu os laudos detalhados dos óleos utilizados foi a LIQUITEC, especializada em coletar amostras de óleo de transformadores de potência e equipamentos elétricos, oferece soluções laboratoriais para análises de fluidos isolantes.

Estas amostras possuem um tempo limitado para a criação de um laudo. Logo, todos os exames são feitos de forma rápida, evitando à alteração de algumas

características. A validade é de aproximadamente 3 meses e é indispensável armazenar o material de forma segura e climatizada, a fim de evitar quaisquer tipos de acidentes ou de uma alteração repentina de alguma característica. Os parâmetros físico-químicos e gases dissolvidos possuem várias características, todas são inseridas no laudo de forma simples e técnica. As principais análises estão na Tabela 1.

Parâmetros Físico-Químicos	Cor
	Densidade a 20/4 °C
	Tensão Interfacial
	Teor de Água - Medido
	Teor de Água Corrigido a 20°C
	Índice de Neutralização
	Rigidez Dielétrica (Calota)
	Fator de Potência a 90 °C
	Fator de Potência a 100 °C
Gases Dissolvidos	H ₂ (hidrogênio)
	O ₂ (oxigênio)
	N ₂ (nitrogênio)
	CO (monóxido de carbono)
	CH ₄ (metano)
	CO ₂ (dióxido de carbono)
	C ₂ H ₄ (etileno)
	C ₂ H ₆ (etano)
	C ₂ H ₂ (acetileno)

Tabela 1: Tabela de parâmetros dos óleos

Fonte: Própria

Estes parâmetros estão de acordo com a LIQUITEC. Cada parâmetro possui suas devidas distinções, por sua vez podem ser muito diferentes ou muito parecidos para cada amostra. Logo, alguns parâmetros poderão se destacar mais na construção do modelo matemático, facilitando a distinção de cada tipo de óleo. O anexo 1 mostra como é recebido o laudo de óleos coletados em subestações de energia.

Um ponto importante a ser mencionado é a ausência de algum parâmetro do óleo, caso isso ocorra o mesmo deve ser removido do banco de dados, devido à ausência de informação poder interferir nos resultados a serem encontrados. Cada óleo deve ter todos os parâmetros e devem ser feitos pelo mesmo equipamento em que foi utilizado todas as amostras, isso se deve, por conta da calibração de cada equipamento e essas pequenas mudanças na calibração podem ocasionar em um resultado incompatível.

Para este experimento foram obtidas mais de 100 amostras de óleo, criando um banco de dados rico em informações, mas grande parte das amostras não pôde ser utilizada simultaneamente em decorrência dos aspectos já mencionados. Logo, informamos que a obtenção das amostras deve ocorrer de forma criteriosa, focalizando a análise dos laudos e tendo em mãos informações completas tanto no que diz respeito aos gases dissolvidos, quanto aos parâmetros físico-químicos.

3.4 UV-VIS

Para a execução do método foi utilizado o equipamento *Evolution 60S UV-Visible*, o qual possui uma lâmpada de xenônio de alta intensidade e geometria óptica de feixe duplo que permite ao equipamento fornecer resultados precisos, em toda a faixa UV/VIS, disparando pulsos de luz somente quando o instrumento está realizando uma medição, isso melhora a vida útil do equipamento. A varredura do espectro ocorre de 190 a 1100nm para detectar a absorbância dos materiais, a varredura ocorre de forma rápida e pode ser feita até 5 análises na mesma sequência de testes, o teste ocorre de forma singular, mas o equipamento trata de posicionar a nova amostra de forma automática garantindo melhor tempo de operação, em análises mais numerosas, como exemplo do caso de 50 análises consecutivas, tornando a operação mais prática.

A luz da lâmpada de xenônio é muito intensa, logo um divisor de feixe pode ser usado para extrair uma pequena porção de luz para um detector de referência

interno sem perda de desempenho. Possibilitando assim a medição simultânea da amostra com correção de feixe de referência em tempo real para cada flash da lâmpada. A configuração óptica de feixe duplo garante:

- cada medição é tão precisa quanto possível - correção do feixe de referência em cada ponto de dados.
- precisão fotométrica superior em longas medições - sem deriva.
- os picos não mudam à medida que a velocidade da varredura é alterada.



- 1- Lâmpada de flash de xenônio
- 2- Monocromador.
- 3- Detector de Referência.
- 4- Trocador Integrado de 6 Células.
- 5- Detector de Amostra.

Figura 8: *Evolution 60S UV-Visible*

Fonte: Folheto do fabricante

3.4.1 Preparação das Amostras UV-VIS

Todas as amostras devem estar ainda em data válida para não terem alteração dos seus resultados. Com as devidas amostras de óleo preparadas, a cubeta de quartzo deve estar totalmente limpa, para isso deve ser utilizado álcool isopropílico. Para retirar todo o fluido de limpeza, basta utilizar uma pequena porção da amostra que será utilizada na cubeta, limpando-a no mínimo uma vez. A cubeta estará totalmente pura com a amostra de óleo desejada, este método se repete em todos os tipos de teste que utiliza óleo em cubeta.

A aplicação deste teste pode ser feita com várias amostras simultaneamente, isso agiliza quando há um número elevado de amostras a serem feitas. Os arquivos são transferidos para o computador e quantificados em uma tabela, facilitando a leitura e possível aplicação.

3.5 FTIR

O método de FTIR é utilizado pelo equipamento *PerkinElmer Frontier IR / FIR* (Figura 9) é um espectrômetro FT-IR combinado, cobrindo as faixas espectrais do infravermelho médio e do infravermelho distante. O sistema combina um ótimo desempenho nas regiões Média-Infravermelha e *Far-IR*, com versatilidade de amostragem em um único instrumento. A troca controlada por *software* entre as configurações espectrais Média e Distante-IR, combinada com a operação de purga rápida, permite a troca rápida entre as faixas.

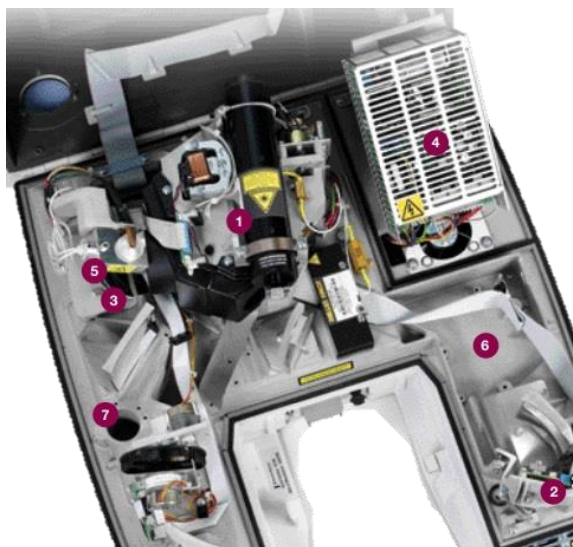


Figura 9: *PerkinElmer Frontier IR / FIR*

Fonte: Folheto do fabricante

- 1 - Interferômetro
- 2 - Detector de temperatura
- 3 - Espelho de duplicação da fonte
- 4 – Fonte de alimentação
- 5 - Fonte substituível eletronicamente pelo usuário

6 - Capacidade de expansão do detector

7 - Recursos de microscopia e imagem

Excelente desempenho na região de 700-30 cm^{-1} devido ao interferômetro de alto desempenho com divisor de feixes FIR de multicamadas. Tempo de estabilização de purga minimizado, já que sistemas de purga independentes e altamente eficientes, são utilizados no interferômetro e na área de amostragem.

Troca rápida e fácil da operação de infravermelho médio e distante como resultado de um sistema totalmente motorizado de divisor de feixes e troca de detectores.

3.5.1 Preparação de amostras FTIR

A preparação da limpeza de cubetas é exatamente igual a anterior, já que se trata do mesmo tipo de material a ser trabalhado. O equipamento que faz a coleta dos dados é mais sensível que os outros, logo as amostras devem ter o máximo de cuidado com contaminações no equipamento evitando resultados indesejados.

Antes de ser colocada a amostra, é necessária uma referência para background, um outro material padrão é usado, depois que é coletado, pode ser colocado o material e ser coletada as informações que será absorvido no IR e, com os dados quantificados, chegar aos resultado.

Toda a análise é bastante rápida evitando qualquer tipo de espera para a conclusão da amostra. Para facilitar a conclusão geral de mais amostras é recomendado mais cubetas para alternar entre leitura dos parâmetros dos óleos e limpeza das cubetas. Como o resultado mostra, todo o espectro facilita a montagem dos PLSs por conta que são menos arquivos a serem tratados.

3.6 Fluorescência

O espectrofotômetro de fluorescência *Cary Eclipse* da *Agilent* (Figura 10) foi projetado para fornecer um sistema de análise completo para medições de fluorescência, fosforescência e quimiluminescência. Abrangendo FTIR, UV-Vis-NIR e fluorescência, o equipamento oferece uma ampla gama de soluções de espectroscopia molecular. Vale ressaltar que o equipamento Espectrofotômetro de Fluorescência tem como característica ser: sensível, preciso e flexível. O mesmo possui controle de temperatura preciso, sem foto-branqueamento de amostra e uma gama de opções de medição. Foi utilizada a varredura de fluorescência que varreu as faixas de 300nm a 850nm da excitação do óleo, varrendo de 10nm em 10nm, buscando-se analisar a fluorescência em cada região excitada.



Figura 10: Equipamento Cary Eclipse

Fonte: Própria

O equipamento permite a medição de amostras com a tampa aberta, fechada ou usando fibras ópticas, portanto, não há limite de tamanho / forma para uma amostra que possa ser analisada. As capacidades de fibras ópticas ampliam a utilidade do sistema para a medição simplificada de amostras sólidas fora do compartimento de amostras ou para a medição direta de amostras frias, quentes ou potencialmente perigosas, até volumes muito baixos.

3.6.1 Aplicações Químicas, Materiais e Amostras

Dentro das características do equipamento para medição de fluorescência é possível realizar: determinação das propriedades fluorescentes dos produtos de limpeza; a investigação das propriedades fluorescentes de componentes ópticos; a análise de contaminação de superfície por compostos orgânicos fluorescentes em processos de fabricação; as medidas de polarização para entender o ambiente molecular durante a pesquisa de polímeros. Todos esses pontos estão correlacionados com as propriedades químicas de matéria e amostras utilizados (TSUTAE, 2016).

Durante os testes observamos que a leitura da fluorescência é a mais demorada por conta de o equipamento fazer a varredura por todos os espectros de forma individual, isso reflete em dias inteiros para efetuar os testes. Cada amostra leva um pouco mais de 20 minutos para ser totalmente concluída e se acrescentar a limpeza da cubeta o tempo total chega aos 30 minutos.

Foi observado que o manuseio do equipamento é simples, podendo apenas ser feito uma análise por vez. Foram obtidas extensas informações de fluorescência, gerando uma variedade de PLSs, porque em cada frequência os parâmetros devem ser separados e aplicados no PLS individualmente. Para a conclusão das análises foram feitas centenas de PLS de fluorescência a fim de localizar os parâmetros ideais.

3.7 Descrevendo PLS

Os espectros são geralmente submetidos a algum pré-tratamento antes da construção de modelos de calibração baseados neles. Pré-tratamentos espectrais são destinados a suprimir contribuições indesejadas devido a vários fatores, incluindo propriedades físicas da amostra, pequenas diferenças nas condições de gravação ou, simplesmente, ruído instrumental, a fim de melhorar a relação sinal-ruído e facilitar o desenvolvimento de modelos de calibração mais simples e robustos.

Neste trabalho avaliamos vários pré-tratamentos e escolhemos a segunda derivada espectral com suavização, usando uma janela de 11 pontos e o algoritmo de *Savitzky-Golay* (Figura 11)(ACHARYA et al., 2016; SCHETTINO; DUQUE; SILVEIRA, 2016). Esse procedimento remove o efeito de linha de base e melhora a resolução entre as bandas NIR geralmente amplas e sobrepostas sem aumentar significativamente o ruído espectral. O critério para selecionar diferentes pré-tratamentos e obter a melhor capacidade preditiva, o que equivale à maior robustez do método analítico dentro do domínio experimental.

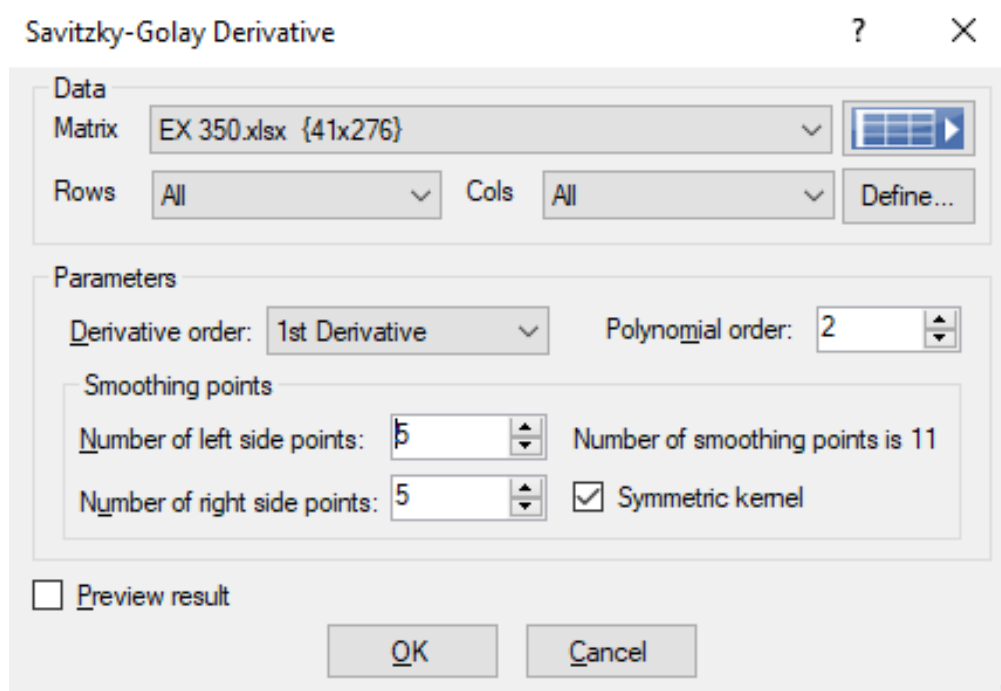


Figura 11: Utilização do método *Savitzky-Golay*

Fonte: Própria

Também vale a pena mencionar que alguns parâmetros foram modelados aplicando-se posteriormente a variação normal padrão (SNV), um algoritmo que escala automaticamente (isto é, centros em uma intensidade média zero e desvio padrão da unidade) cada espectro individual. Dessa forma, a SNV corrige intensidades e desvios da linha de base devido à dispersão de luz possivelmente gerada por micro gotas de líquidos não miscíveis, bolhas ou flutuações de densidade nas amostras. Os pré-tratamentos anteriores foram todos aplicados aos espectros de absorção, utilizando o *software The Unscrambler v. 10.4* da CAMO.

Os parâmetros alvo foram quantificados usando modelos de regressão PLS. Esses modelos foram construídos por validação cruzada. O número ideal de fatores a serem utilizados foi selecionado em termos do resíduo médio das previsões, RMSE e valor t de *Student* para os resíduos (ou o valor F de *Haaland* e Thomas em caso de incerteza). O teste F de *Haaland* e Thomas permite que o modelo com a menor soma residual de quadrados prevista (PRESS - *predicted residual error sum of squares*) seja substituído por outro contendo menos fatores. Se a diferença entre os valores da PRESS for significativa, o modelo inicial (ou seja, com a menor PRESS) será retido; caso contrário, o modelo alternativo é selecionado, uma vez que é basicamente projetado apenas para aplicá-los e fornecer resultados. Portanto, todos os modelos foram construídos, otimizados e validados utilizando o *software The Unscrambler v. 10.4*, que é mais adequado e versátil para a construção de modelos (PALOU et al., 2017).

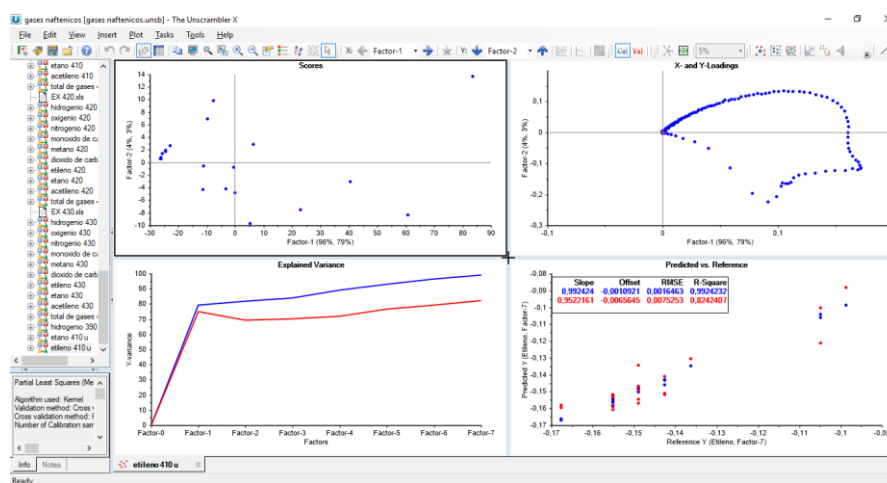


Figura 12: Screenshot do programa The Unscrambler X em funcionamento

Fonte: Própria

3.8 Conclusão do Capítulo

Como podemos observar os equipamentos descritos no decorrer deste capítulo forneceram o entendimento necessário para o estudo do aparato experimental e análise de resultados. Ciente dos equipamentos e dos métodos relatados no Capítulo 3, é possível nos ater a construção do protótipo de análise de óleos bem como a análise de resultados obtidos no Capítulo 4. A seguir abordaremos o comparativo dos resultados com as demais técnicas de medição de óleos.

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Considerações Iniciais

A necessidade de desenvolver um protótipo capaz de verificar a qualidade de óleos de transformadores foi o fato motivador para esta dissertação. Uma série de equipamentos que realizam estas análises existem, porém o diferencial desta proposta está na aplicação da técnica de sensoriamento óptico. Ao longo do capítulo apresentaremos os resultados da pesquisa bem como as técnicas utilizadas para fabricação do protótipo.

4.2 Dificuldades de Construção

Um dos principais desafios na criação do protótipo, em meio as diferentes amostras utilizadas, foi a escolha dos espectros para os leds. Para identificarmos estes espectros, utilizou-se um programa matemático: The Unscrambler X 10.4.

O primeiro fator limitante é que determinados resultados não puderam ser agrupados no mesmo conjunto de dados, já que as amostras foram coletadas e processadas em laboratórios diferentes. Isto ficava evidente sempre que dados de conjuntos diferentes eram inseridos no Unscrambler, pois a predição apresentava uma queda significativa, dificultando a identificação do um melhor resultado.

Um segundo limitante que impossibilitava o cruzamento de todas as análises feitas foi o fornecimento de laudos incompletos pela LIQUITEC. Em alguns laudos haviam apenas informações dos gases dissolvidos e em outros apenas os parâmetros físico-químicos. A falta dessas informações em qualquer laudo pode prejudicar todo o grupo de amostras a ser trabalhada.

Conhecidas estas limitações, o desenvolvimento de um novo método de melhoria na calibração e validação dos óleos foi fundamental para aperfeiçoar o PLS, eliminando a retirada de óleos de forma aleatória.

Com relação a construção do protótipo, seguem abaixo alguns cuidados importantes para seu bom funcionamento, a saber:

- cabeamento: recomendamos que todos ou grande parte da fiação seja soldada, a fim de evitar mal contato e gerar resultados falsos nas medições;
- transporte: deve ser feito de forma cuidadosa para evitar a ruptura de conexões internas.

O projeto segue em desenvolvimento e apresentando resultados, com grande potencial de mercado, mostrando que com estudo e dedicação se consegue obter resultados relevantes e confiáveis.

4.3 Coleta de Resultados Iniciais

Inicialmente foram produzidos os espectros de absorção no infravermelho próximo (NIR) e médio (MIR), nas faixas 600nm a 4000nm, dos 20 óleos comprados da LIQUITEC. Na Figura 13 são mostradas as análises PLS realizadas com os espectros NIR e MIR dos óleos 20 óleos. As figuras listados a seguir possuem um complemento, a figura de *absorção* sempre irá vir acompanhado da figura de predição e referência, isso ocorre para a validação da Figura de absorção tornando tal figura pouco relevante.

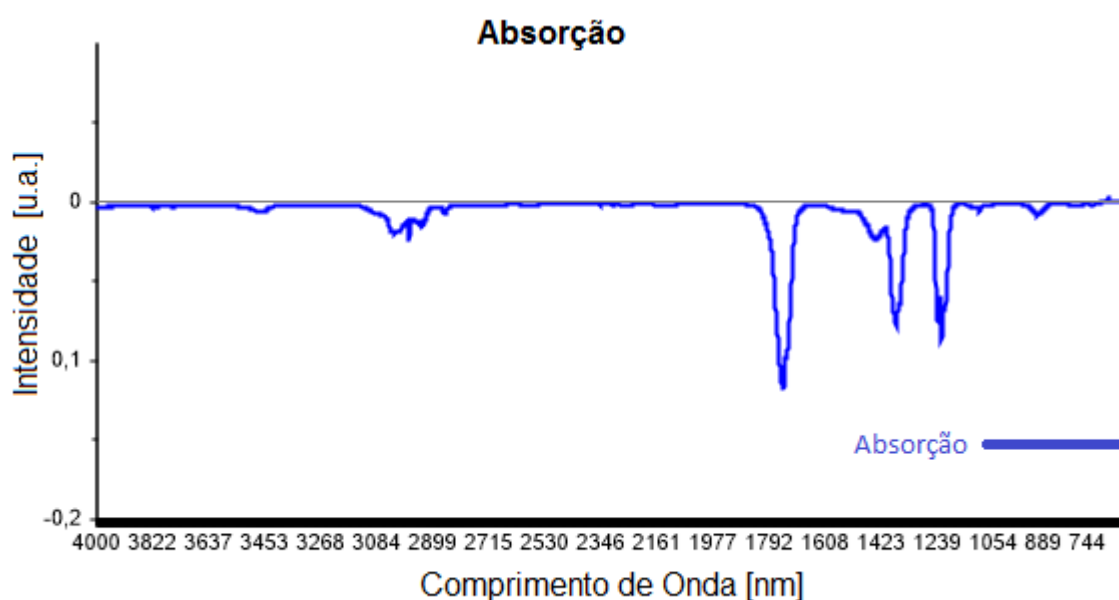


Figura 13: FTIR parâmetros de cor, absorção

Fonte: Própria

Em todas as figuras de predição vamos encontrar o *R-Square*, ele é o R^2 , essa variável representa a aproximação que o PLS conseguiu chegar mais próximo de um resultado ideal dos testes que foram realizados, no caso pela LIQUITEC, então essa aproximação se refere a aproximação dos teste feitos em laboratório.

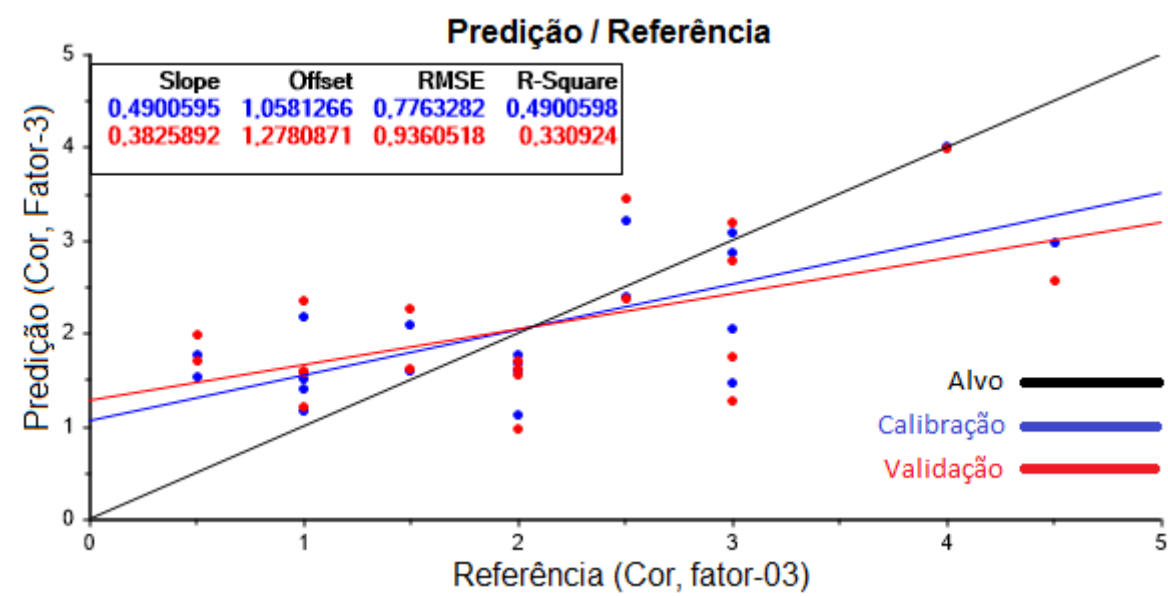


Figura 14: FTIR parâmetros de cor, predição
Fonte: Própria

Na Figura da predição (Figura 14) podemos observar os pontos de calibração (em azul) e validação (em vermelho). Os pontos em vermelho tem uma relevância importante para o teste, validando a indicação de qual comprimento de onda deve ser aplicado em determinado parâmetro. Resumindo, é a excitação de onda ideal comum a todos os óleos.

A Figura 15 mostra a absorção do infravermelho com transformada de Fourier, tendo 3 picos de absorção aproximadamente em 1.795nm, 1.430nm e 1.245nm. Caso possua uma validação relevante (*R-Square* próximo a um), conforme vemos no Figura 16, são feitos novos testes focados nestes 3 picos para localizar o melhor espectro a fim de ser utilizado para o protótipo.

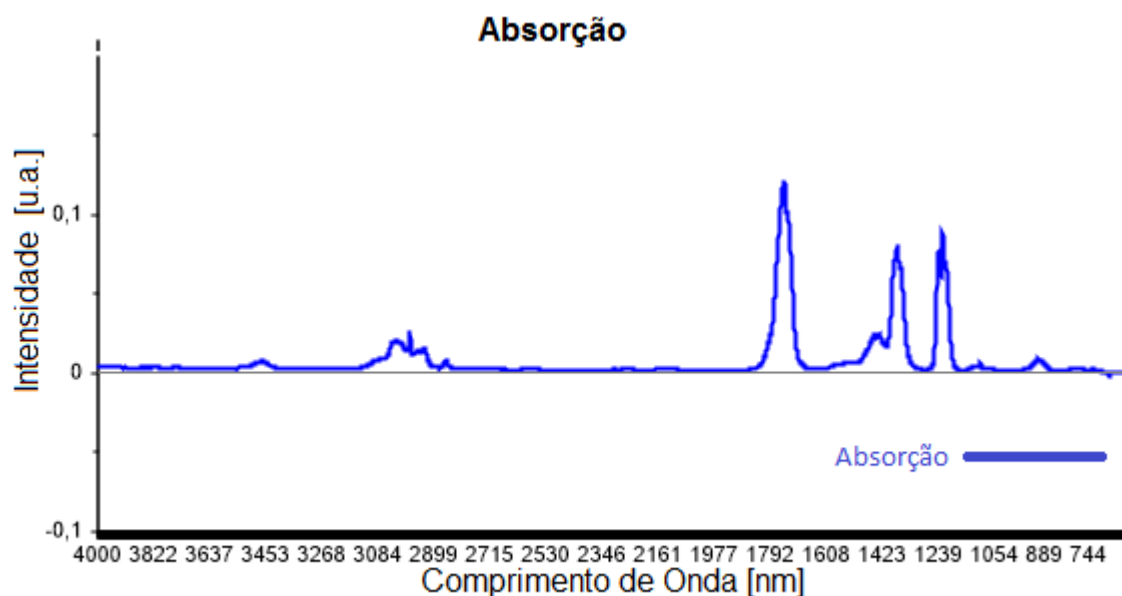


Figura 15: FTIR parâmetros de densidade, absorção

Fonte: Própria

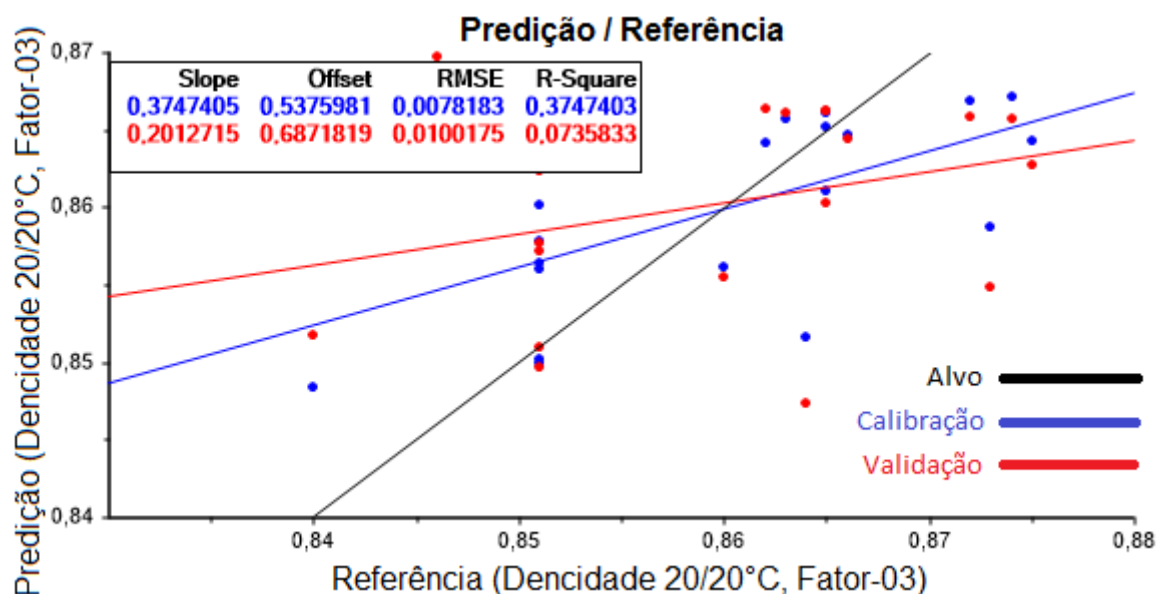


Figura 16: FTIR parâmetros de densidade, predição

Fonte: Própria

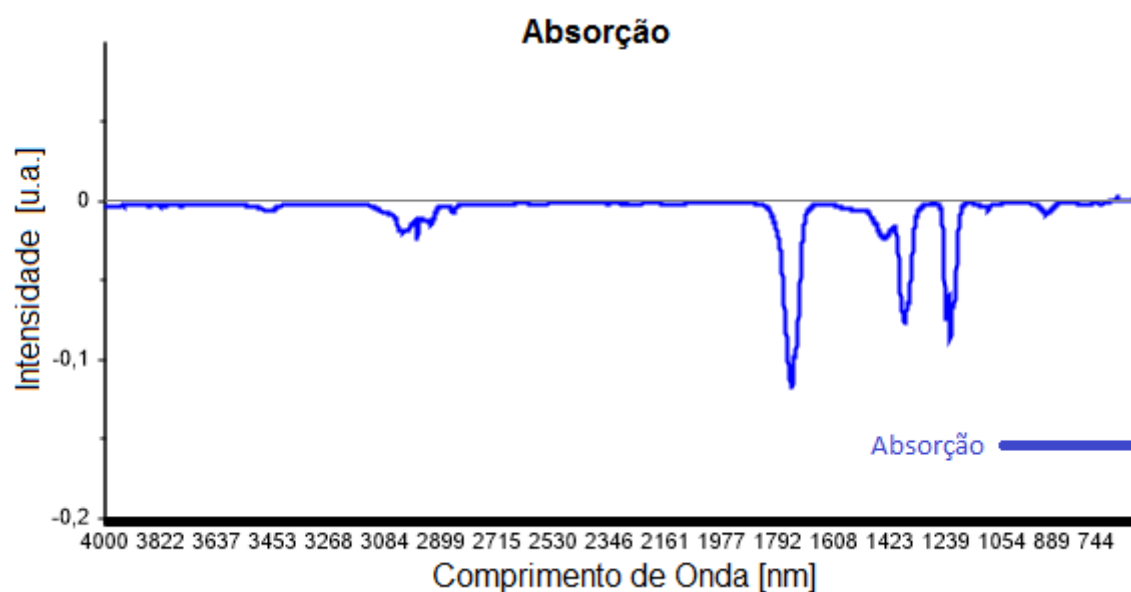


Figura 17: FTIR parâmetros de fator de perdas, absorção

Fonte: Própria

O fator de perdas (Figura 17) já mostra uma melhoria considerável, mas com um adendo, o RMSE (*root-mean-square error*) pois, desvio da raiz quadrada média tem que possuir um valor baixo, esse valor deve ser abaixo de um, quanto maior for o valor mais afastado da linha do alvo (Figura 18) os pontos vão estar.

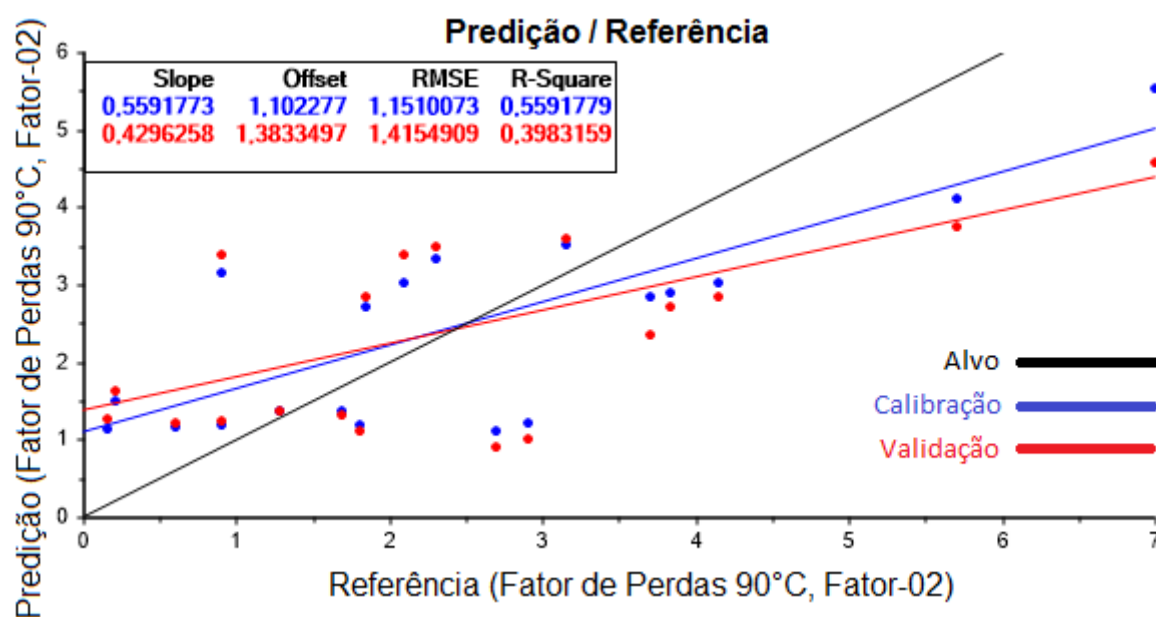


Figura 18: FTIR parâmetros de fator de perdas, predição

Fonte: Própria

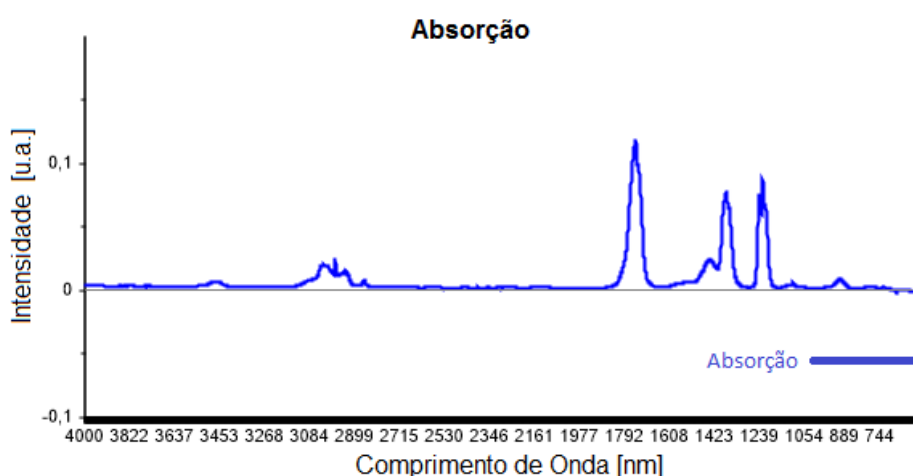


Figura 19: FTIR parâmetros de rigidez dielétrica, absorção

Fonte: Própria

No Figura 20 observa-se um exemplo de predição bastante ineficiente sua validação está representada como N/A, percebe-se que os pontos que são as amostras estão totalmente espalhados, não representando uma lógica para o PLS e para completar o RMSE está muito acima de 1, assim representando uma análise falha. Este resultado foi mostrado para referenciar uma análise negativa, portanto resultados com N/A não serão exibidos novamente na dissertação.

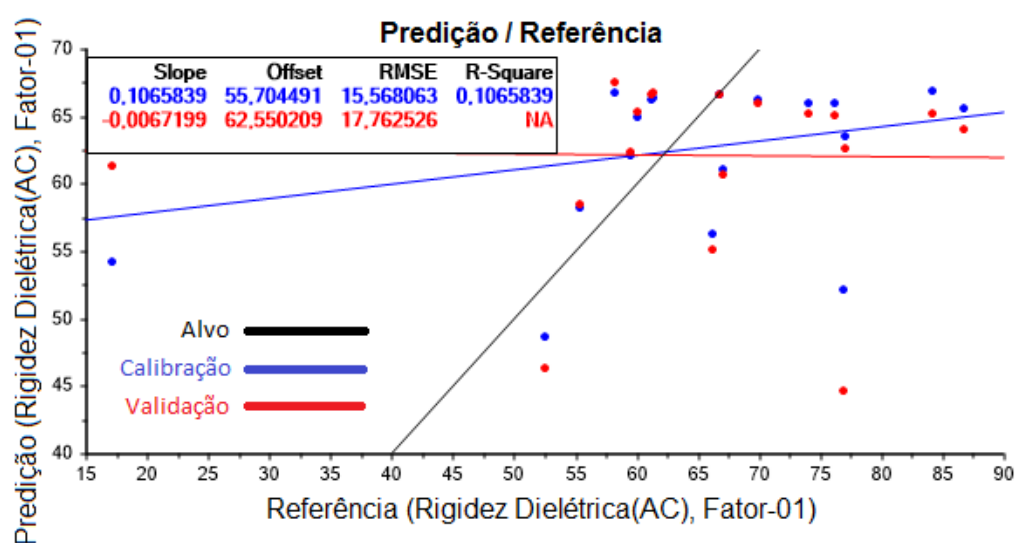


Figura 20: FTIR parâmetros de rigidez dielétrica, predição

Fonte: Própria

Uma informação relevante quanto a melhoria da validação é o alinhamento das amostras. Portanto, é possível perceber que se a linha azul (calibração) estiver próxima da linha vermelha (validação), e ambas as linhas devem estar o mais próximo da linha preta, essa linha é o melhor padrão possível para a calibração e validação, levando o valor do *R-Square* para próximo de um.

As figuras apresentam as relações entre os espectros de absorção das amostras e os parâmetros físico-químicos discriminados pelos laudos fornecidos pela LIQUITEC. Os parâmetros analisados foram: cor, densidade, fator de potência; índice de neutralização, rigidez dielétrica, tensão interfacial, teor de água.

Nas figuras até o momento analisadas é possível observar nos parâmetros curvas de predição e a validação para relações encontradas entre os espectros e os valores dos laudos. Com a análise dos resultados do PLS foi possível verificar resultados relevantes para os seguintes parâmetros, conforme Tabela 2.

Parâmetro	Coeficiente de determinação (R^2)	
	Calibração	Validação
Cor	0,49	0,33
Tensão Interfacial	0,52	0,42
Fator de perdas	0,55	0,39

Tabela 2: Resultado do R^2 de parâmetros

Fonte: Própria

Foram analisados os espectros de absorção dos vinte óleos no NIR e MIR. Com os resultados obtidos foi possível concluir que os óleos absorvem em diferentes faixas de comprimento de onda no infravermelho. A avaliação da faixa do infravermelho pode servir como ferramenta complementar às atividades já desempenhadas. Uma análise complementar, adicionando os espectros dos novos óleos está sendo realizada para melhoria do modelo matemático.

Nos Figuras listados abaixo se observa os resultados das análises de PLS realizadas com os espectros UV/VIS. Para tanto, foi utilizada uma técnica de remoção de amostras para melhorar a curva de treinamento do PLS. Esta remoção é feita para retirar amostras que não possuem uma qualidade bem definida (óleo bom ou óleo ruim), aumentando a precisão do PLS.

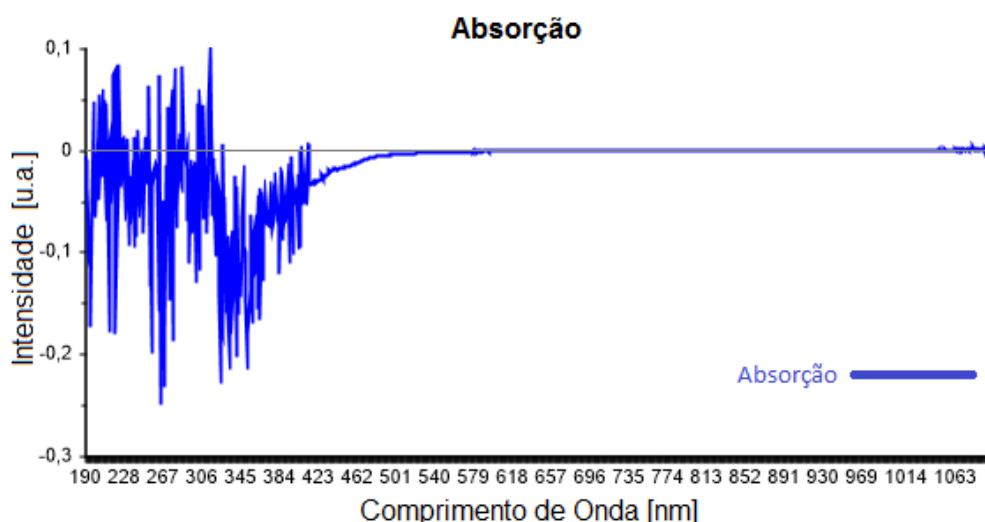


Figura 21: Absorção parâmetro de cor, absorção

Fonte: Própria

A retirada das amostras representa uma melhoria na validação no R^2 , como mostrado na figura 22. As amostras que foram retiradas atrapalham a validação por conta de seus valores que são parcialmente fora da média.

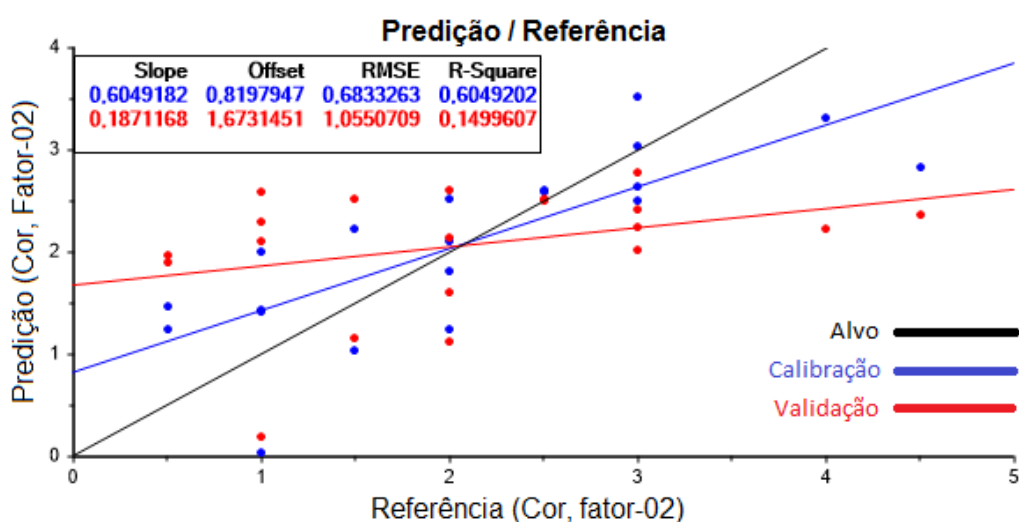


Figura 22: UV/VIS parâmetro de cor, predição

Fonte: Própria

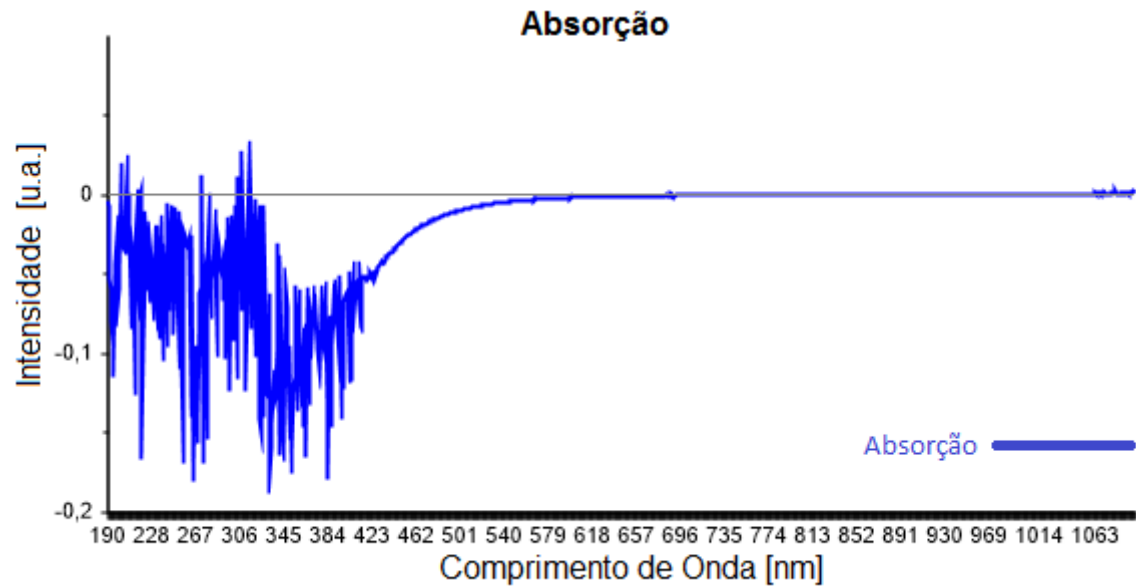


Figura 23: UV/VIS parâmetro de cor, absorção, removido L1, L8, L9, L16
Fonte: Própria

Na análise da figura 24, quatro amostras as “L1, L8, L9, L16” foram retiradas e encontra-se diferença nos resultados. Caso o número de amostras for aumentado, gerando um maior número de amostras para o sistema, o RMSE vai diminuir, isso se traduz a uma validação mais próxima da realidade.

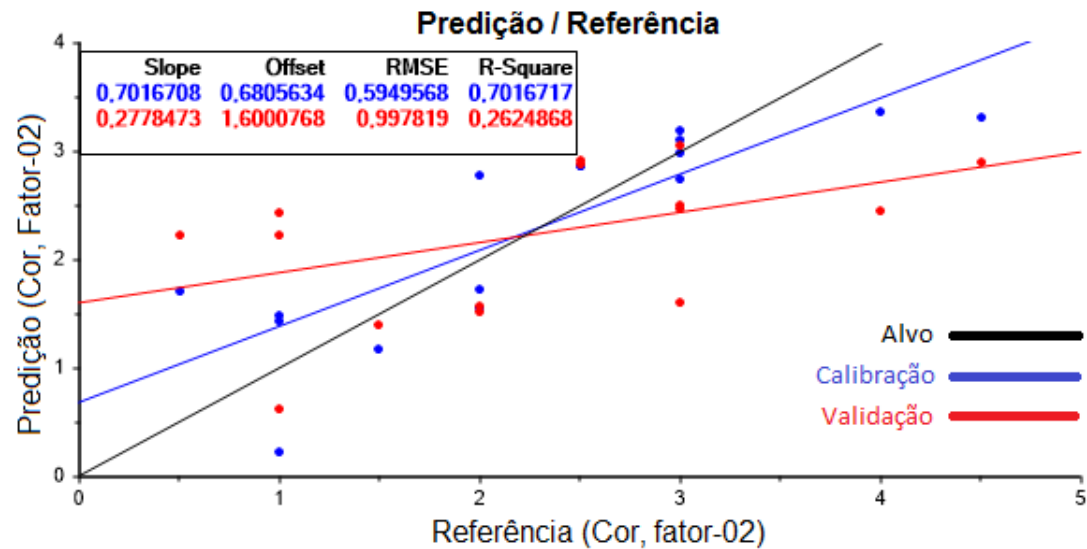


Figura 24: UV/VIS parâmetro de cor, predição, removido L1, L8, L9, L16
Fonte: Própria

Um parâmetro potencialmente eficiente para a aplicação por conta do R^2 inicial foi o de tensão interfacial mostrado nas figuras 25 e 26 mostrando a absorção e a predição respectivamente apresentados.

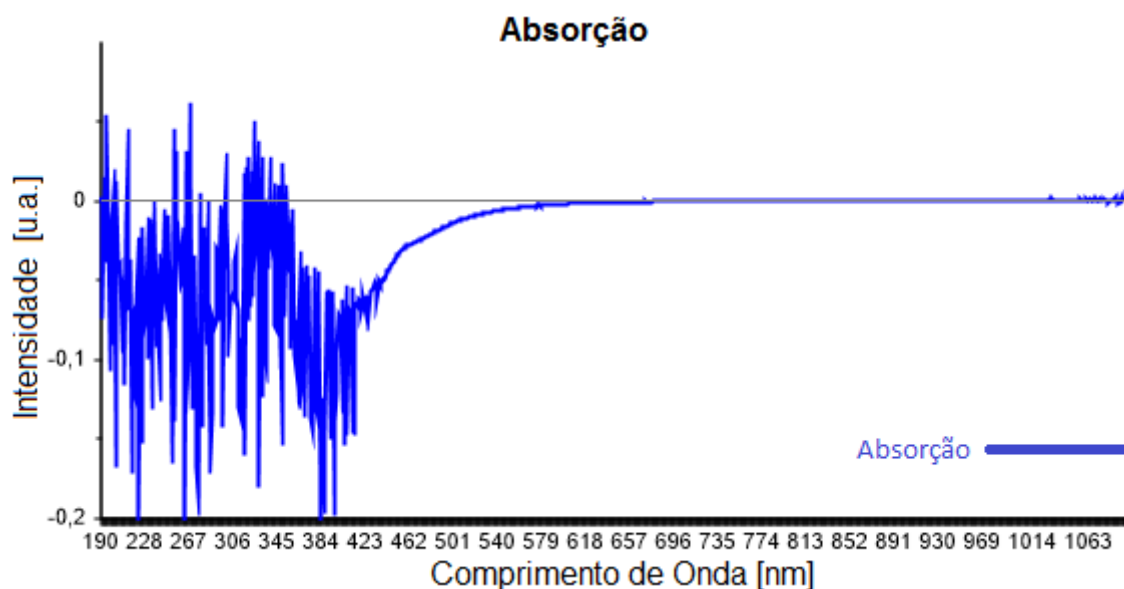


Figura 25: UV/VIS parâmetro de Tensão Interfacial, absorção, L01-L20

Fonte: Própria

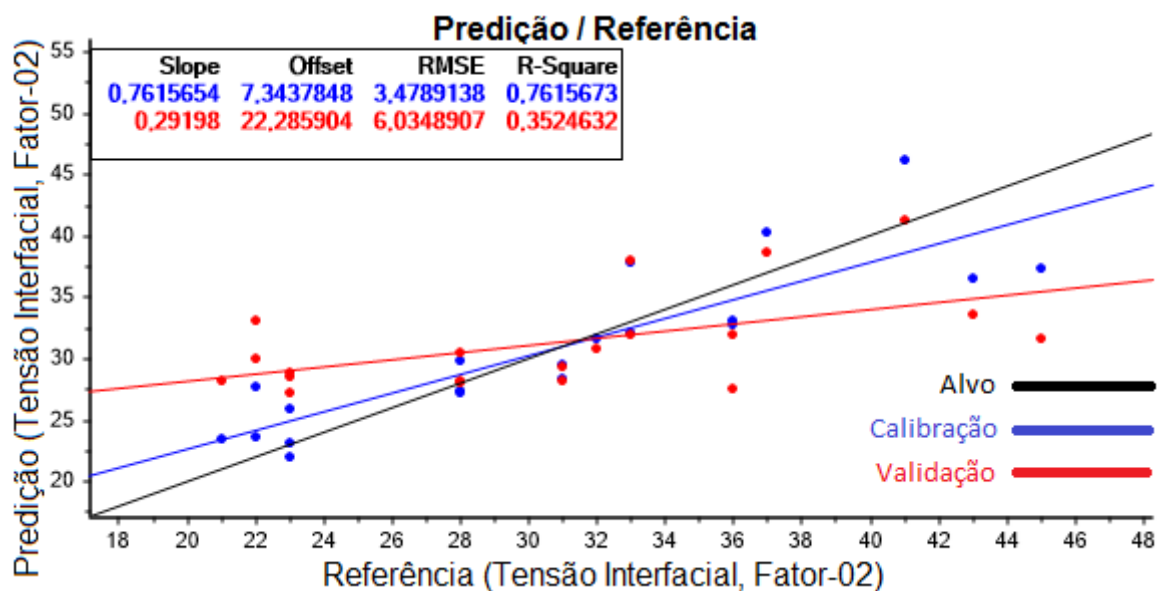


Figura 26: UV/VIS parâmetro de Tensão Interfacial, predição, L01-L20

Fonte: Própria

Com a remoção de alguns óleos como L1, L4, L12, L15 (figuras 27 e 28) foi obtido um R^2 de 0,75 que por sua vez fica bem próximo do alvo, que é 1, quanto mais próximo do alvo mais ideal fica a medição.

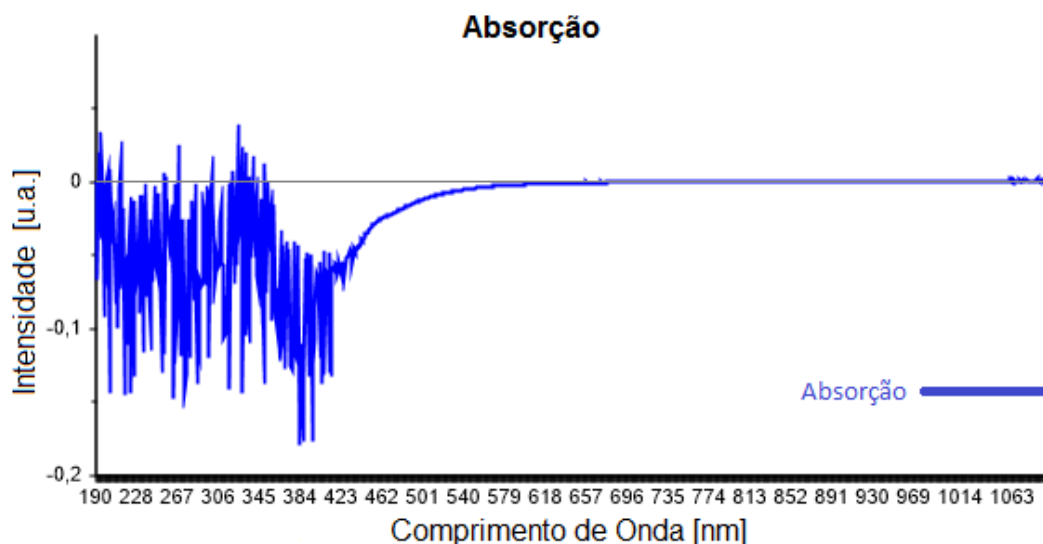


Figura 27: UVVIS parâmetro de tensão interfacial, absorção, L01-L20, removido L1, L4, L12, L15

Fonte: Própria

A distância dos pontos a linha de alvo nas figuras de predição gera um maior RMSE, essa distância se caracteriza como um sistema pouco preciso.

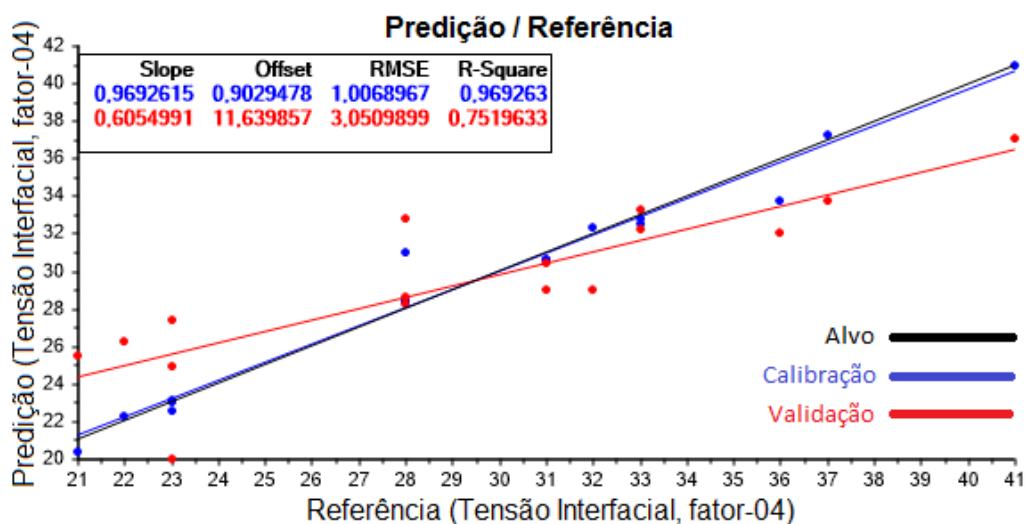


Figura 28: UVVIS parâmetro de tensão interfacial, predição, L01-L20, removido L1, L4, L12, L15

Fonte: Própria

Até o momento foram apresentados 20 óleos que apresentam as relações entre os espectros de absorção das amostras e os parâmetros físico-químico discriminados pelos laudos fornecidos pela LIQUITEC.

Os parâmetros analisados foram: Cor, densidade, índice de neutralização, rigidez dielétrica. Neste ponto vinte amostras de óleo não são suficientes para um resultado, conforme o número de amostras é elevado o PLS montado pode apresentar um resultado mais positivo.

Observamos uma melhoria considerável na calibração e validação das amostras, tanto pelo cuidado de escolher com mais critério os parâmetros, quanto por ter mais amostras melhorando o PLS. É fácil notar que com a retirada de determinadas amostras o coeficiente de determinação aumenta consideravelmente.

4.4 Segundo Lote de Óleos

O segundo lote de amostras são 50 novos óleos, um ponto importante a ser destacado é a análises de absorção e fluorescência destes óleos:

- Foram concluídas a obtenção de todos os espectros de fluorescência das 50 amostras com faixa de excitação entre 300 e 600 nm.
- Para metade das amostras, foram realizados os espectros de UV VIS.

Foram analisados os espectros de absorção do primeiro conjunto de óleos recebidos - 1º e 2º lote de óleos da Eletroacre e 1º lote de óleos da LIQUITEC. Foi verificada melhoria nos resultados das análises, maior aproximação com os dados obtidos na literatura e definida a nova estratégia para possível aplicação no protótipo.

Ao utilizar o PCA como método para identificar óleos fora do padrão e encontrar as relações entre os parâmetros e os comportamentos espectral das

amostras, foi possível obter predições mais assertivas sobre os óleos no modelo de classificação sendo desenvolvido.

A próxima etapa a ser desenvolvida, consistiu na reavaliação de todos os espectros já obtidos - Absorção, FTIR e fluorescência - aplicando a metodologia revisada, seguida da concatenação com as análises dos novos 50 óleos.

A análise PCA foi utilizado para produzir uma melhor visualização e compreensão do conjunto de dados. O método pode ser usado para verificar a influência de uma determinada variável na descrição de um espectro obtido.

4.5 Análise de Componentes Principais (PCA)

A análise PCA (figura 29) foi utilizada para produzir uma melhor visualização e compreensão do conjunto de dados. O método pode ser usado para verificar a influência de uma determinada variável na descrição de um espectro obtido. Dessa forma, é possível identificar as variáveis que mais contribuem para a descrição de cada conjunto de dados presentes nos espectros.

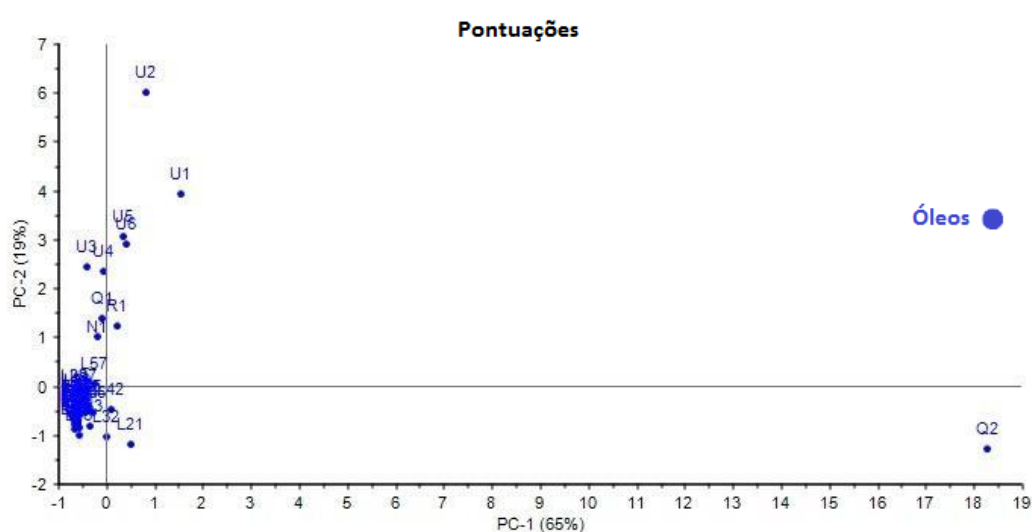


Figura 29: Análise PCA dos espectros de absorção, UVVIS

Fonte: Própria

Em primeira análise foi possível verificar quais óleos estão fora de padrão. Pudemos concluir que os óleos do primeiro lote da LIQUITEC possuem características similares quanto seus parâmetros físico-químicos e que os primeiros lotes, fornecidos pela Eletroacre são os que apresentam maior diferenciação quanto aos valores apresentados nos laudos.

É possível notar que o óleo Q2, é o que mais se distancia dos grupos de óleos, sendo assim os dos que mais pode afetar o modelo de predição durante as análises. Ao verificar o bom desempenho do PCA e a qualidade de informações que o mesmo pode fornecer, foi planejada a aplicação dos métodos em todos os espectros já obtidos.

4.6 Filtragem de Espectros

As técnicas espectroscópicas para obtenção de espectros geram uma grande quantidade de informação, que são os dados utilizados para a criação do PLS, a Figura 30 mostra o conjunto dos cinquenta óleos do segundo lote. Parte desses dados é suscetível à incidência de ruídos intrínsecos do método de obtenção do espectro e da concentração de impurezas nas amostras, o que pode ocasionar distorções ao modelo a ser desenvolvido. Para minimizar a influência desses problemas, são utilizados métodos de pós-processamento dos dados espectrais como o alisamento por médias móveis e pelo algoritmo de *Savitzky-Golay* (JAHANI et al., 2018).

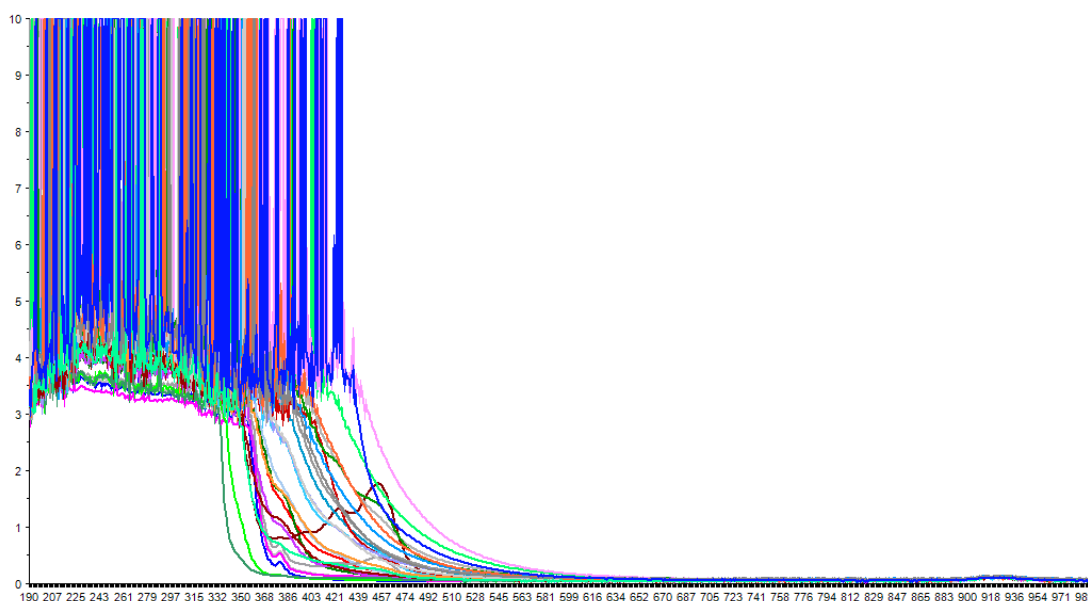


Figura 30: Espectros originais

Fonte: Própria

Desta forma os resultados são mostrados com valores indeterminados devido a saturação do gráfico, impedindo a interpretação visual e de uma possível inserção no sistema por fornecer valores que não representam seus respectivos resultados.

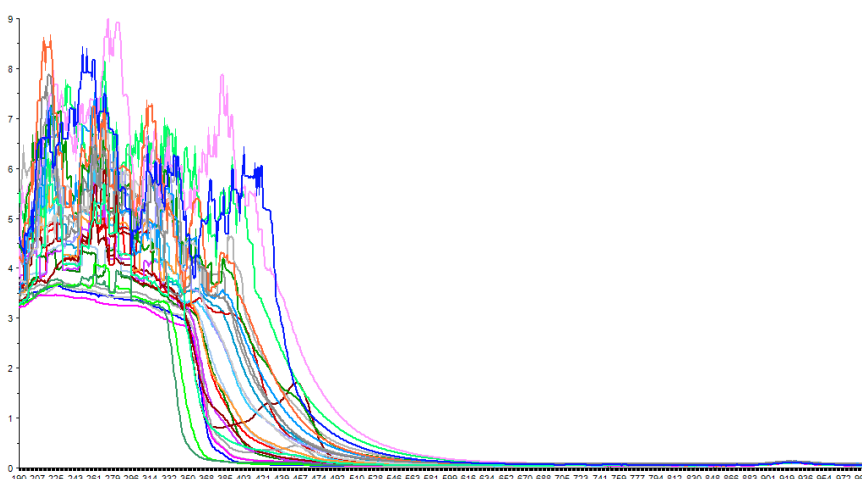


Figura 31: Espectros filtrados - Método das médias móveis

Fonte: Própria

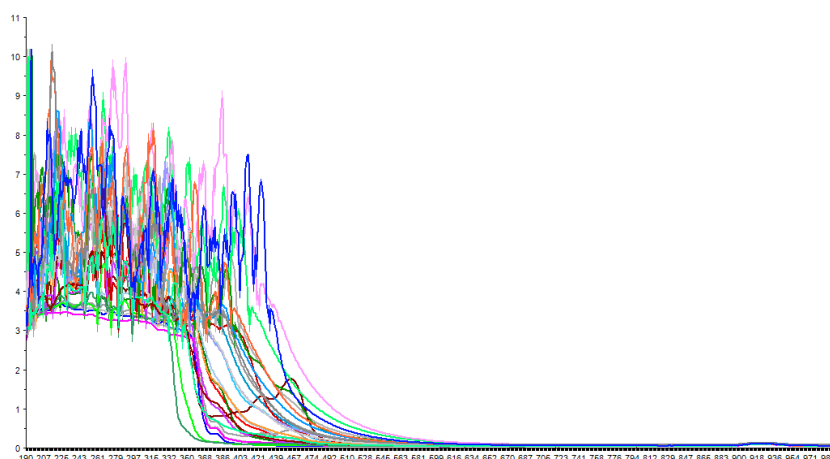


Figura 32: Espectros filtrados - Método Savitzky-Golay

Fonte: Própria

Já com o método *Savitzky-Golay* (Figura 32) vemos que o gráfico que não satura, como também uma variação mais suave, e isso reflete em uma validação no PLS um pouco mais eficiente.

Na filtragem dos espectros é possível verificar a suavização que os espectros receberam ao serem filtrados pelos métodos de alisamento. Estes espectros foram utilizados para realização das novas análises PLS e influenciaram positivamente nos resultados obtidos.

4.7 Análise PLS Com Filtro Digital

Com a nova metodologia em mãos, foram iniciadas as análises PLS dos parâmetros físico-químicos dos primeiros conjuntos de óleos recebidos pelo grupo - 1º e 2º lote de óleos da Eletroacre e 1º lote de óleos da LIQUITEC. As próximas quatro Figuras (Figuras 33, 34, 35 e 36) irão comparar os parâmetros de cor.

Na Figura 33 podemos observar o ruído que vem se repetindo em todos os Figuras de absorção, ele por sua vez dificulta a interpretação dos pontos de pico que vão ser utilizados posteriormente para a escolha dos LEDs utilizados.

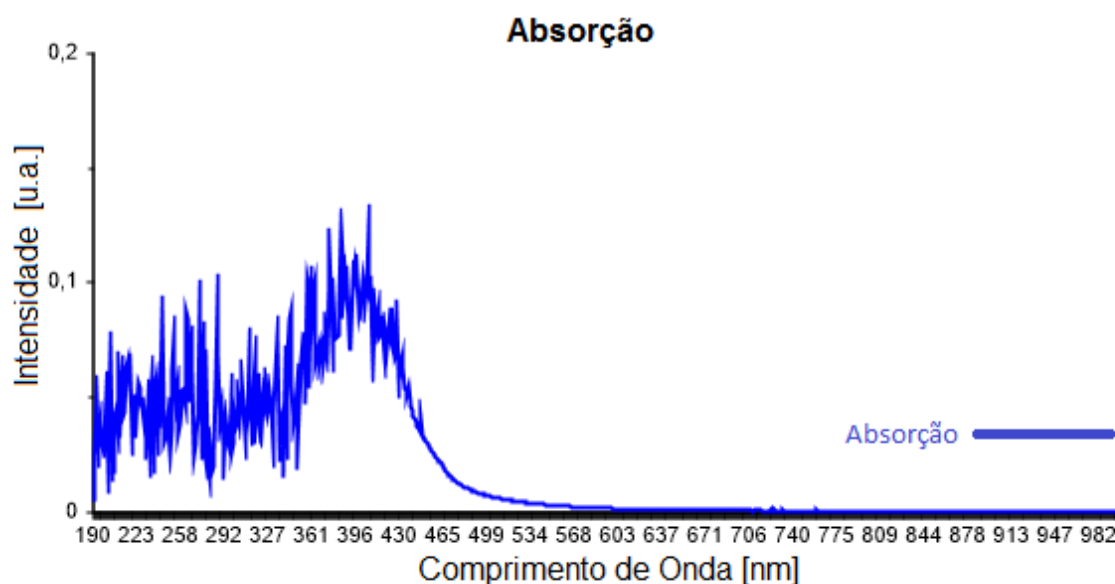


Figura 33: Parâmetro de Cor, absorção com espectros originais

Fonte: Própria

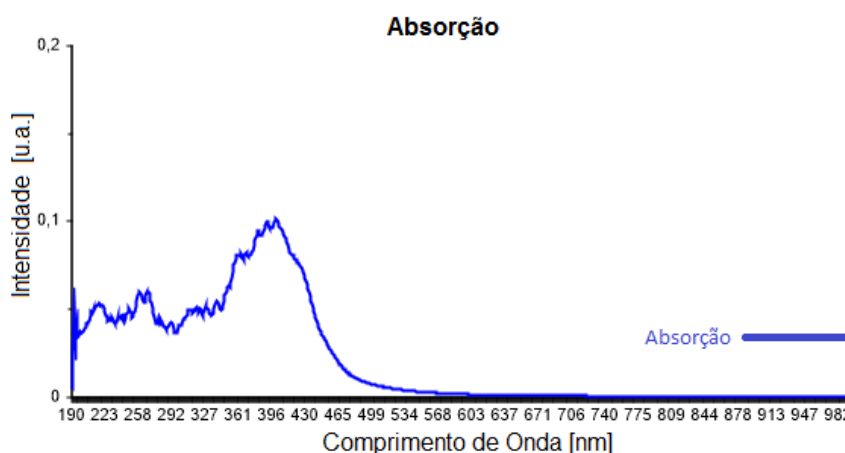


Figura 34: parâmetro de cor, absorção utilizando Savitzky-Golay

Fonte: Própria

As mudanças na Figura de absorção são totalmente visíveis comparado com a Figura acima (Figura 34) a suavização melhora na interpretação do Figura, logo é possível interpretar onde se localiza o maior pico de excitação que neste caso fica próximo dos 400nm, algo que fica impreciso caso tenha de fazer a mesma interpretação visual no Figura 34.

Na Figura 35, pode-se observar um R^2 elevado de 0,83. Nessa Figura não foi retirado nem um óleo, mas a validação está alinhada por conta do já bem posicionamento dos pontos para o PLS, podendo ter melhor resultado caso seja retirado alguns óleos que possam estar atrapalhando a montagem do R^2 mais próximo a um.

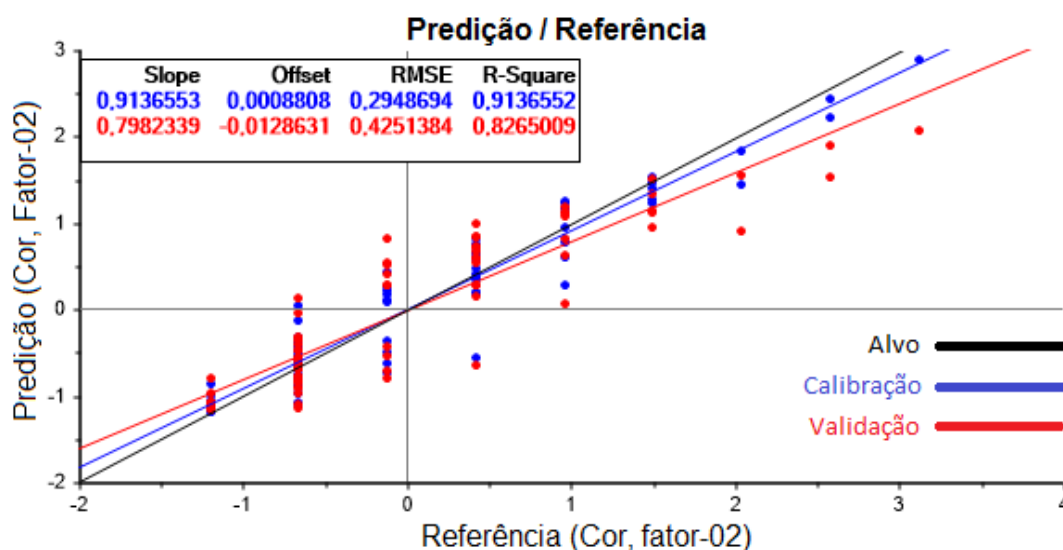


Figura 35: Parâmetro Cor, predição original

Fonte: Própria

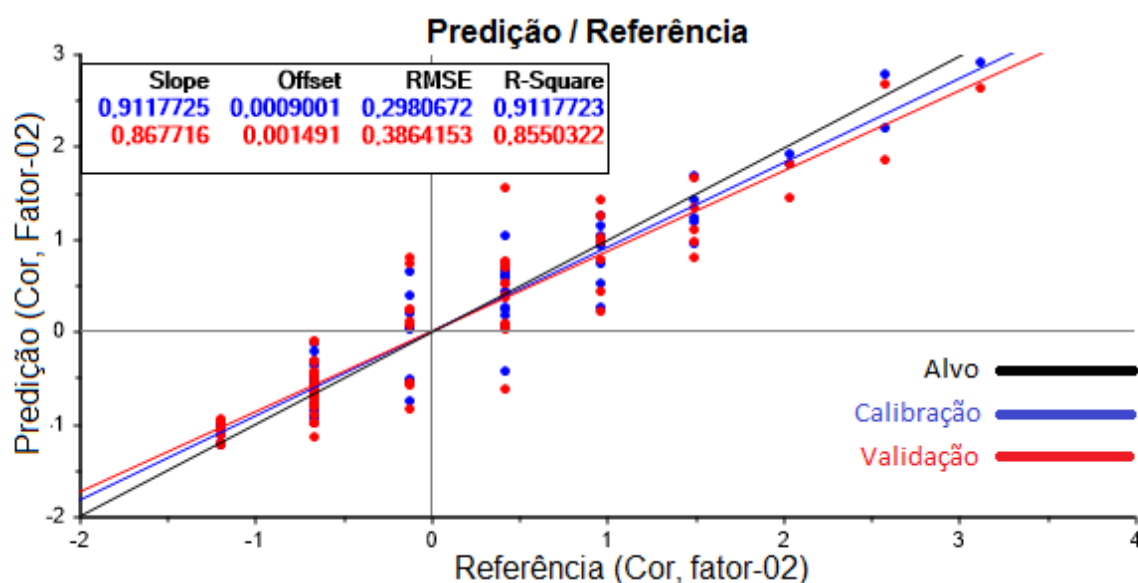


Figura 36: Parâmetro Cor predição original utilizando Savitzky-Golay

Fonte: Própria

Utilizando o filtro digital de *Savitzky-Golay* podemos notar uma melhora no R^2 e no RMSE, essa melhora está relacionada ao novo posicionamento dos pontos na predição do parâmetro cor, essa melhora geralmente é encontrada, podendo ter casos de piorar os resultados de predição.

Nas figuras referidas no Capítulo 4.7 é possível verificar a melhoria das curvas de calibração e validação do modelo em relação aos espectros originais e os espectros analisados. Porém não foi possível identificar diferenças relevantes entre os algoritmos de alisamento espectral. Tais melhorias foram encontradas nas análises de todos os parâmetros físico-químicos.

Nas duas anteriores (Figuras 35 e 36) foi possível verificar a suavização que os espectros receberam ao serem filtrados pelos métodos de alisamento. Estes espectros foram utilizados para realização das novas análises PLS e influenciaram positivamente nos resultados obtidos.

4.8 Método de Validação do PLS

Gerar uma repetibilidade na exclusão de determinados óleos referentes ao PLS sempre foi um problema na elaboração da pesquisa, isso ocorre por não ter um método definitivo de remoção de óleos, isso evita a repetibilidade de determinados resultados.

Com base na necessidade de repetibilidade de resultados, foi criado um método capaz de sempre apontar os óleos a serem removidos, e sempre gerar um resultado mais próximo do ideal para aplicação. Esse método tem como base análise visual das Figuras de validação e predição gerados na construção do PLS.

A seguir são apresentados o resultado de do experimento, onde a técnica de remoção dos óleos foi aplicada. O experimento é esboçado com duas figuras que se referem respectivamente a: predição versus referência; predição versus referência retificados (MALEGORI et al., 2017).

O método trata-se da remoção correta dos óleos que prejudicam a validação do PLS. Para efetuar a remoção basta inicialmente ver o melhor dos sete fatores que são gerados ao construir o modelo original, conforme o Figura 37.

O fator três é o que possui melhor resultado, portanto deve ser baseado nele que as remoções dos óleos devem ser feitas, a cada fator que se escolhe a posição dos óleos também muda por conta das variáveis matemáticas que são aplicadas para cada fator apresentado na análise. O próximo passo é descartar os óleos que estão interferindo em melhores resultados (Figura 38)(PONTES et al., 2011).

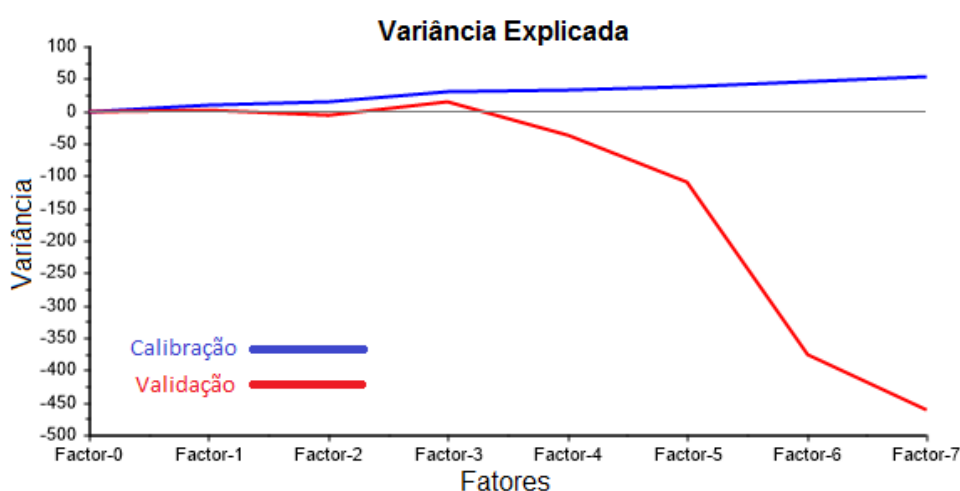


Figura 37: Fatores do hidrogênio 390nm

Fonte: Própria

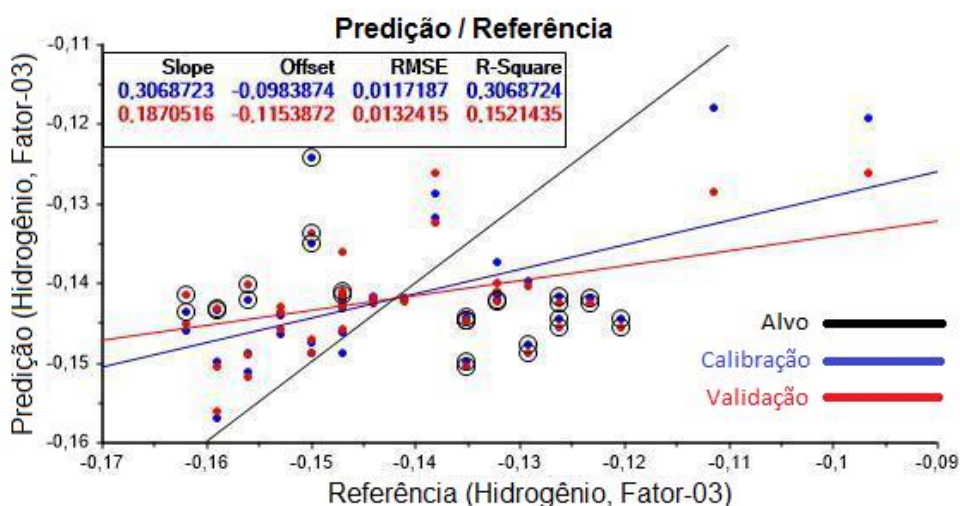


Figura 38: Predição do hidrogênio 390nm com óleos selecionados para remoção

Fonte: Própria

Todos os óleos que estão circulados serão retirados, note que a linha preta é a linha de referência, quanto mais próxima as linhas de validação e calibração estiverem próximas, melhor serão os resultados.

Todos os pontos presentes na Figura 39 possuem uma espécie de “atração” por as respectivas linhas, eliminando estas amostras elas serão “atraídas” pelos outros pontos que estão mais próximos da linha preta que representa a validação e calibração perfeitas para esta amostra. Agora observe (na Figura 39) o que acontece quando retirados os devidos óleos selecionados desta análise.

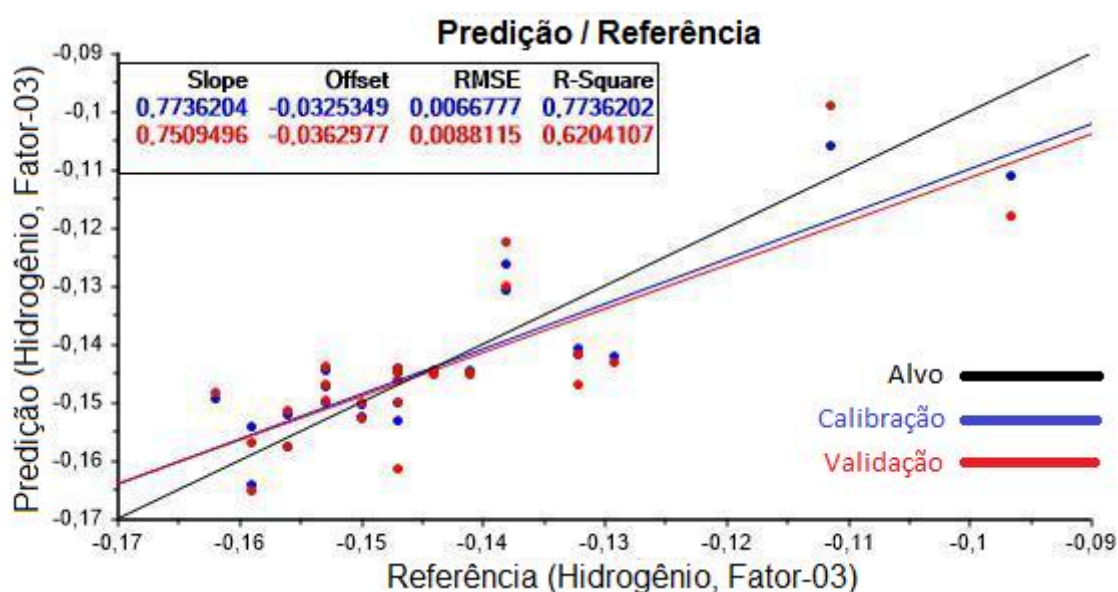


Figura 39: Predição do hidrogênio 390nm com óleos removidos

Fonte: Própria

Perceba como os números de validação e calibrações elevaram-se em uma amostra e as linhas também se aproximaram mais da linha preta como mostra a Figura 39, quando temos uma amostra definitivamente boa, podemos ter algo muito parecido com uma única linha logo o valor de calibração e validação estaria próximo de um.

Esse método pode ser aplicado em qualquer amostra facilitando o aproveitamento dos resultados que realmente fazem sentido para o sistema montado, outro aspecto interessante é o fato de poder repetir o processo algumas vezes, tendo atenção com a quantidade de amostras ainda restantes e com o RMSE que deve possuir valor sempre próximo de zero.

4.9 Melhores Resultados

Para a elaboração do projeto foi feito mais de 500 PLS. Seria impossível descrever todos eles, além de desnecessário. Os PLS de maior relevância são os que podem ser realmente aplicados na prática, cada PLS possui suas características de acerto, quanto melhor os valores que já foram comentados, mais próximo do real ficam a aplicação.

Escolher os parâmetros corretos dessa forma é algo preciso por conta de todos os resultados que já foram coletados até o momento, esses melhores resultados serão aplicados no protótipo que já foi apresentado.

A Figura 40, de absorção, mostra apenas o pico da absorção. Isso foi possível graças ao método de alisamento *Savitzky-Golay*, que facilitou a interpretação dos picos evitando os ruídos e podendo ter falsas interpretações dos pontos mais elevados do Figura. Essa faixa de excitação é onde escolhemos o primeiro LED para acoplar no protótipo.

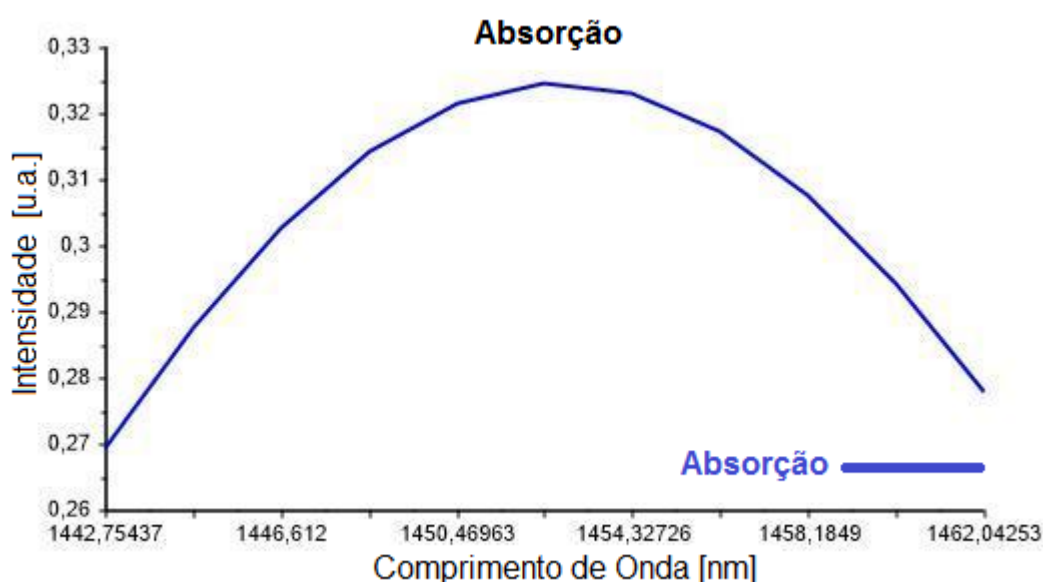


Figura 40: Densidade, absorção

Fonte: Própria

Na Figura 41 pode ser observada uma aplicação próxima da realidade tendo um RMSE de 0,22 e um R^2 de 0,93, a excitação dos óleos se encontra como uma boa solução de identificar os padrões de qualidade dos óleos.

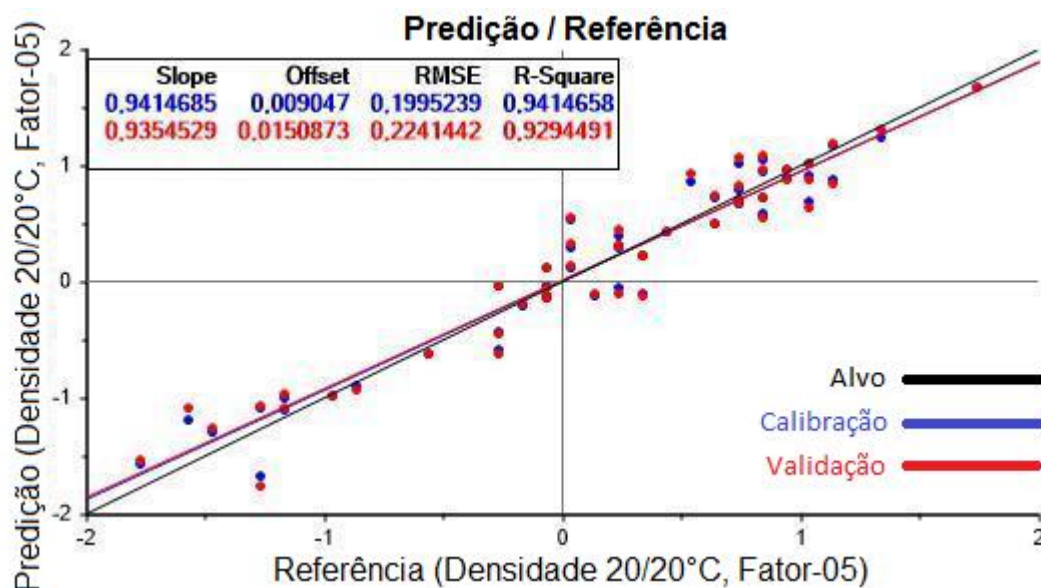


Figura 41: Densidade, predição

Fonte: Própria

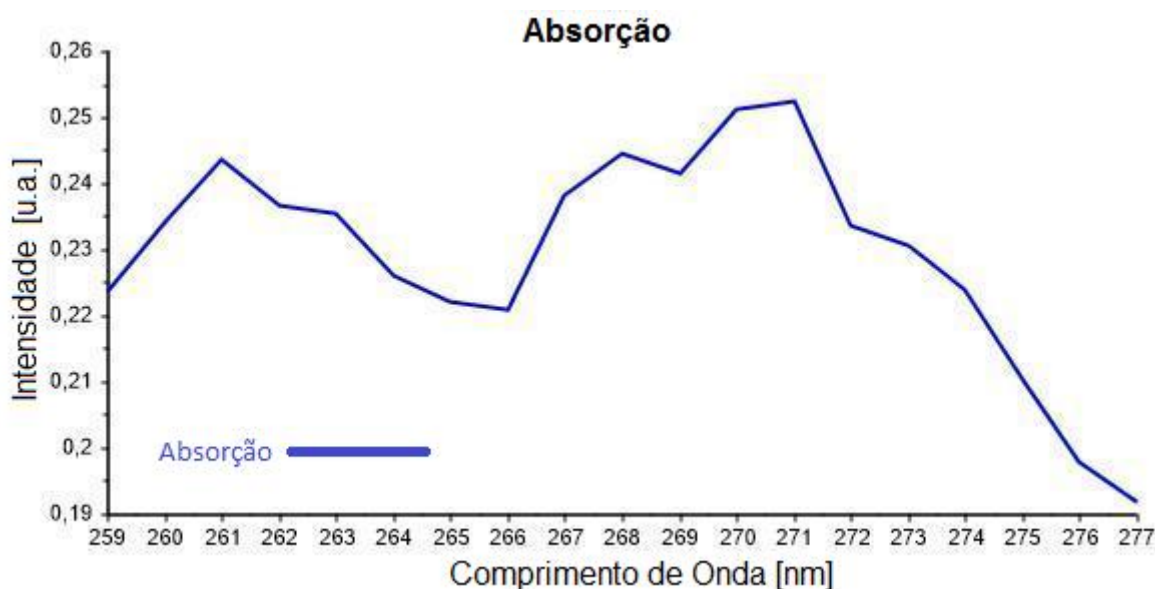


Figura 42: Cor, absorção

Fonte: Própria

A Figura 42 representa uma parte específica de uma análise de absorção, tal comprimento de onda é selecionado apenas mediante à análises detalhadas em todo espectro, sendo focado principalmente nos picos.

Nem sempre o maior pico é o melhor, a escolha de uma determinada parte do gráfico depende diretamente da predição, ao escolher cada ponto os resultados mudam conforme a região é selecionada. Essa faixa foi escolhida para ser o segundo LED do sistema, na Figura 43 podemos observar que o comprimento de onda selecionado foi bem próximo do real.

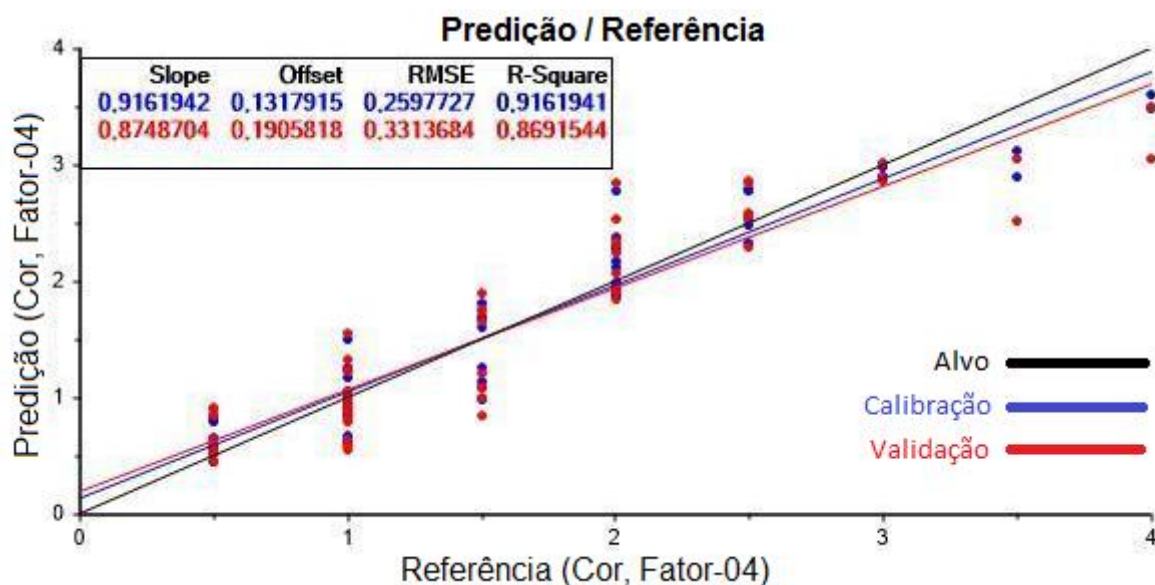


Figura 43: Cor, predição

Fonte: Própria

A tensão interfacial apresentou um resultado satisfatório em um comprimento de onda baixo, e bem próximo da cor, podendo ser utilizado o mesmo LED, já que essas LEDs podem possuir uma pequena variação na emissão de luz.

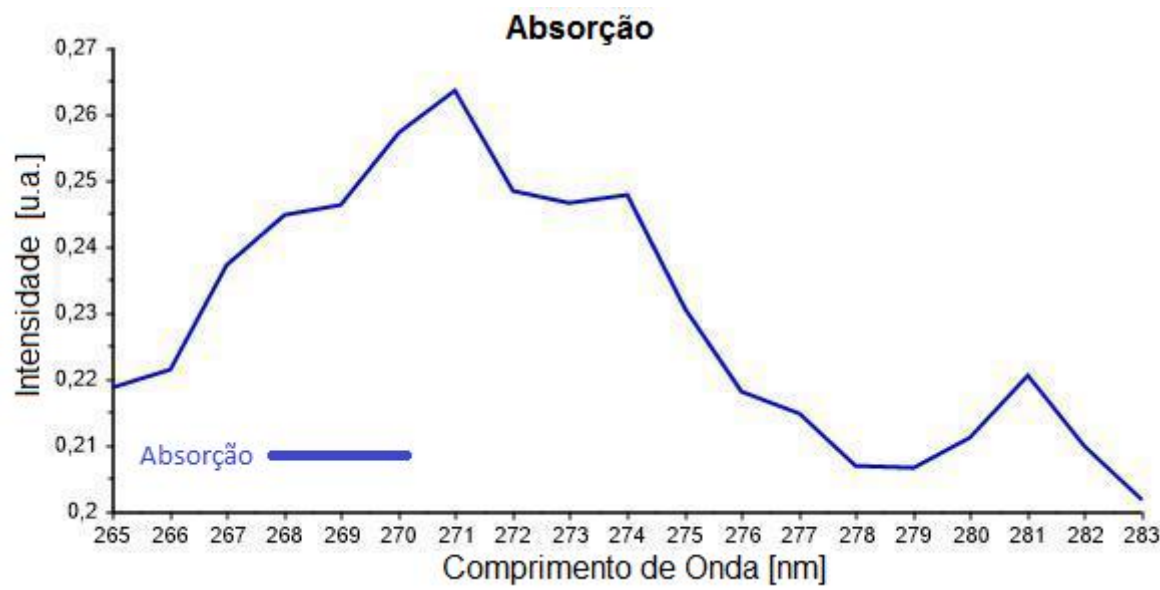


Figura 44: Tensão Interfacial, absorção
Fonte: Própria

Na Figura 45 pode ser visto que ele não está totalmente ajustado por conta do RMSE muito elevado, logo podemos perceber os pontos muito afastados do alvo que é representado pela linha de alvo.

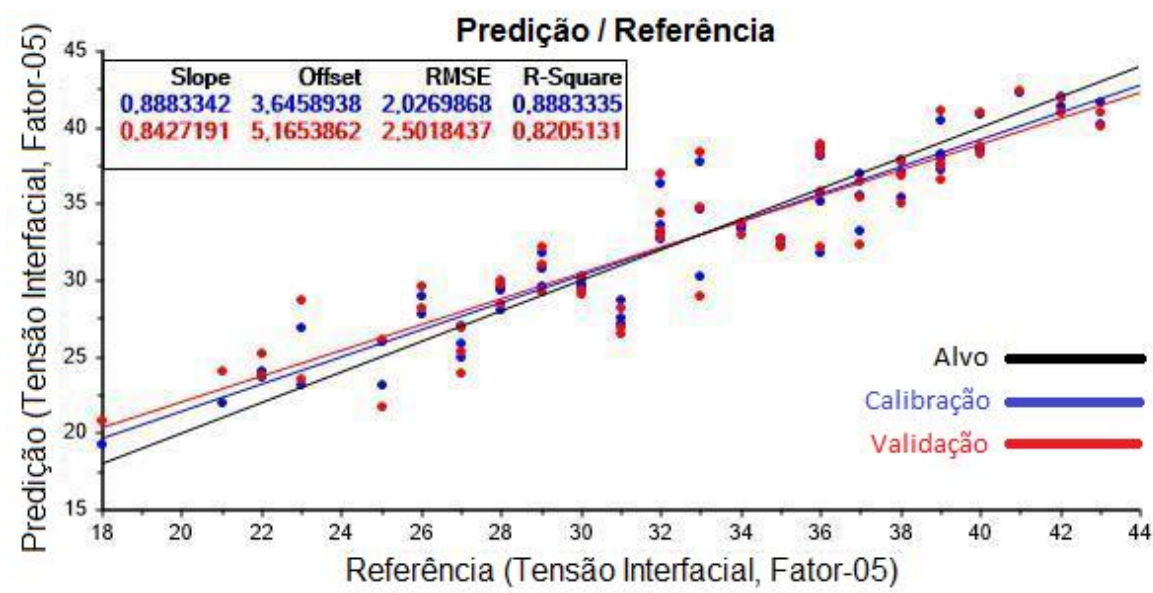


Figura 45: Tensão interfacial, predição
Fonte: Própria

A Figura 46 representa o único gás que foi possível fazer um PLS mediante os resultados obtidos nesta dissertação, os gases foram no geral bastante dispersos evitando uma melhor calibração do PLS, a faixa do gás (Figura 47) também é algo diferente das outras Figuras, sendo uma faixa espectral mais elevada.

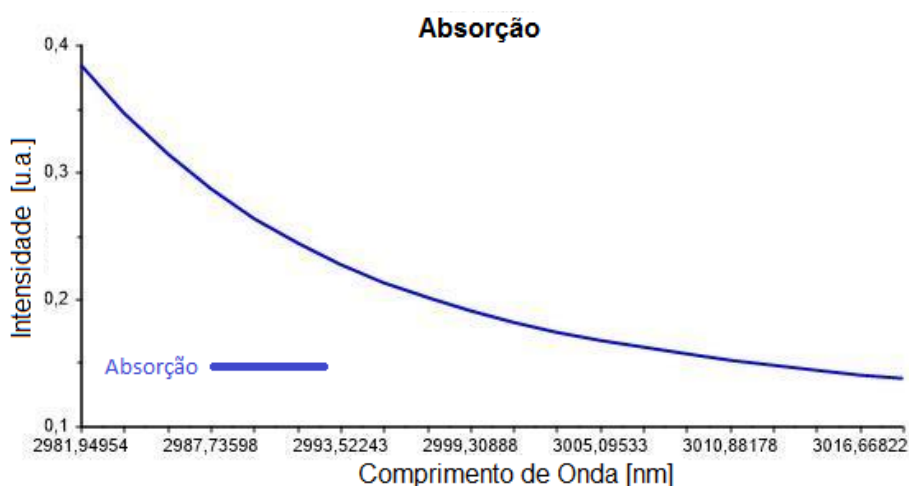


Figura 46: Monóxido de carbono, absorção

Fonte: Própria

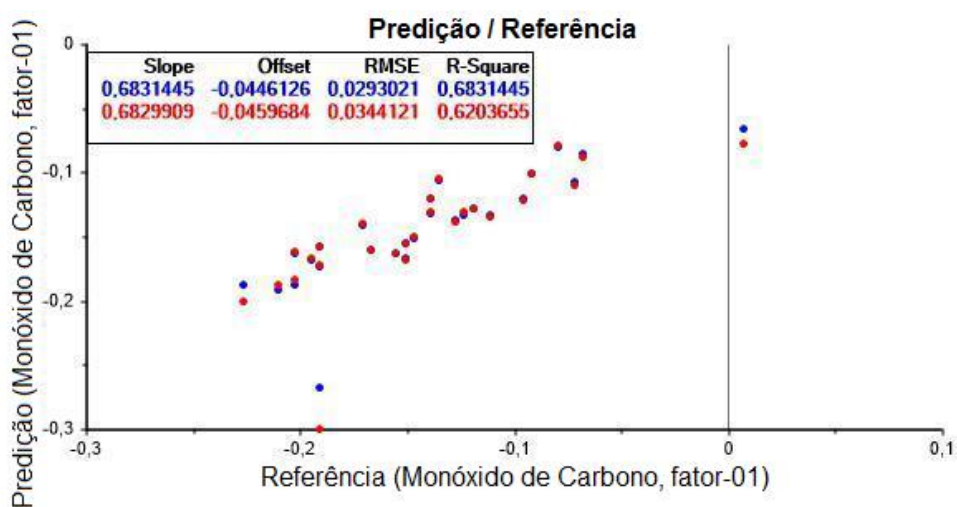


Figura 47: Monóxido de carbono, predição

Fonte: Própria

Como visto na Figura 47, o monóxido de carbono não teve um resultado muito elevado no seu R^2 mais foi importante ser colocado no equipamento por conta da faixa espectral atribuída ao LED, gerando maior diversidade de medição no protótipo.

4.10 O Protótipo

A proposta do protótipo é de fazer os testes da forma simplificada, logo a construção do mesmo foi feita com vários componentes já existentes no mercado, tendo em vista que o funcionamento básico seria o mais importante nesse ponto, já que o equipamento ainda pode passar por diversas mudanças até chegar ao seu estado final. O protótipo foi projetado para ser de fácil operação, com a amostra em mãos basta inserir a cubeta de quartzo que os resultados já são mostrados imediatamente, ganhando tempo para uma possível troca do óleo caso seja necessário.

Sendo construído com componentes eletrônicos fáceis de serem encontrados, como Arduino, tela LCD (conforme Figura 48) e a criação simples de uma placa eletrônica para gerenciar os sensores, que por sua vez, é o item de maior dificuldade para adquirir por conta de sua especificidade, ainda nessas circunstâncias um equipamento relativamente simples, comparado com os já existentes em laboratórios de análise, seu diferencial está na sua pré-calibragem, que permite os resultados imediatos.



Figura 48: Tela LCD com interface do programa

Fonte: Própria

Como podemos observar na Figura 49 o protótipo já está construído e operacional, precisando de pequenos ajustes para evitar problemas futuros, tal como mal contato de alguns fios, isso é levando em consideração que estamos descrevendo um protótipo. Mas o principal ponto ainda a ser trabalhado são os ajustes dos LEDs para medição, de modo que pequenos ajustes possam melhorar ainda mais a qualidade de precisão das análises feitas.



Figura 49: Case do Protótipo

Fonte: Própria

Com a proposta nesta dissertação, foram analisados diversos espectros de absorção do primeiro conjunto de óleos recebidos que foram os 1° e 2° lotes de óleos da *Eletroacre* e 1° lote de óleos da LIQUITEC. Foi verificada melhoria nos resultados das análises, maior aproximação com os dados obtidos na literatura e definida a nova estratégia para discussão dos resultados.

Logo após encontrar os determinados parâmetros e seus respectivos espectros de onda, a seleção dos LEDs e fotodiodos a serem utilizadas pode ser feita, juntamente com o *hardware* e criação de *software*.

No *hardware*, foi utilizado um Arduino MEGA (Figura 50) para gerenciar as informações obtidas pelos fotodiodos e mostrar a qualidade dos testes em uma tela LCD *touchscreen*, todo o sistema é alimentado por bateria que possibilita a mobilidade do protótipo, e todo o equipamento é protegido por uma case de material plástico que também possui a função de bloquear os raios solares para o teste ser feito sem influência de luz externa alguma.

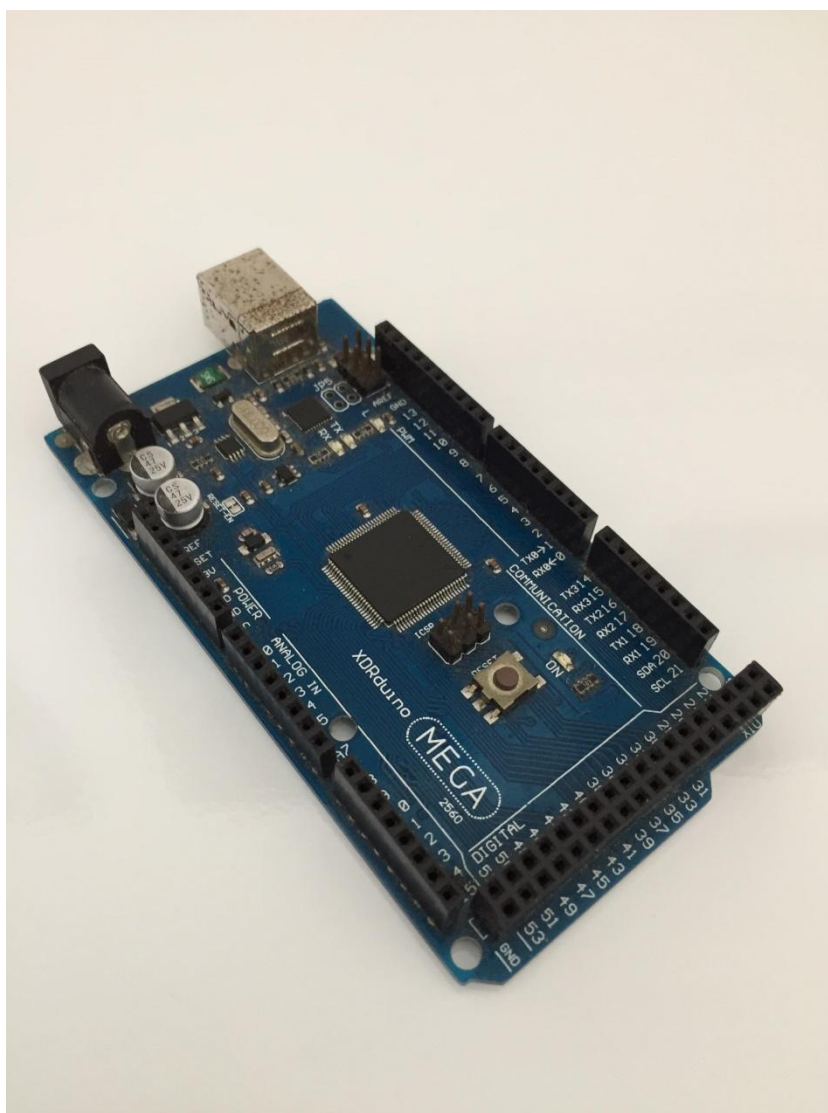


Figura 50: Arduino Mega

Fonte: Própria

Foi criada uma placa para o chaveamento das luzes aplicadas nos óleos, por conta que o equipamento faz uma sequência de testes com diferentes espectros de

onda, a placa foi confeccionada do zero para comunicação com o Arduino, LEDs e fotodiodos, a Figura 51 mostra a placa de chaveamento.

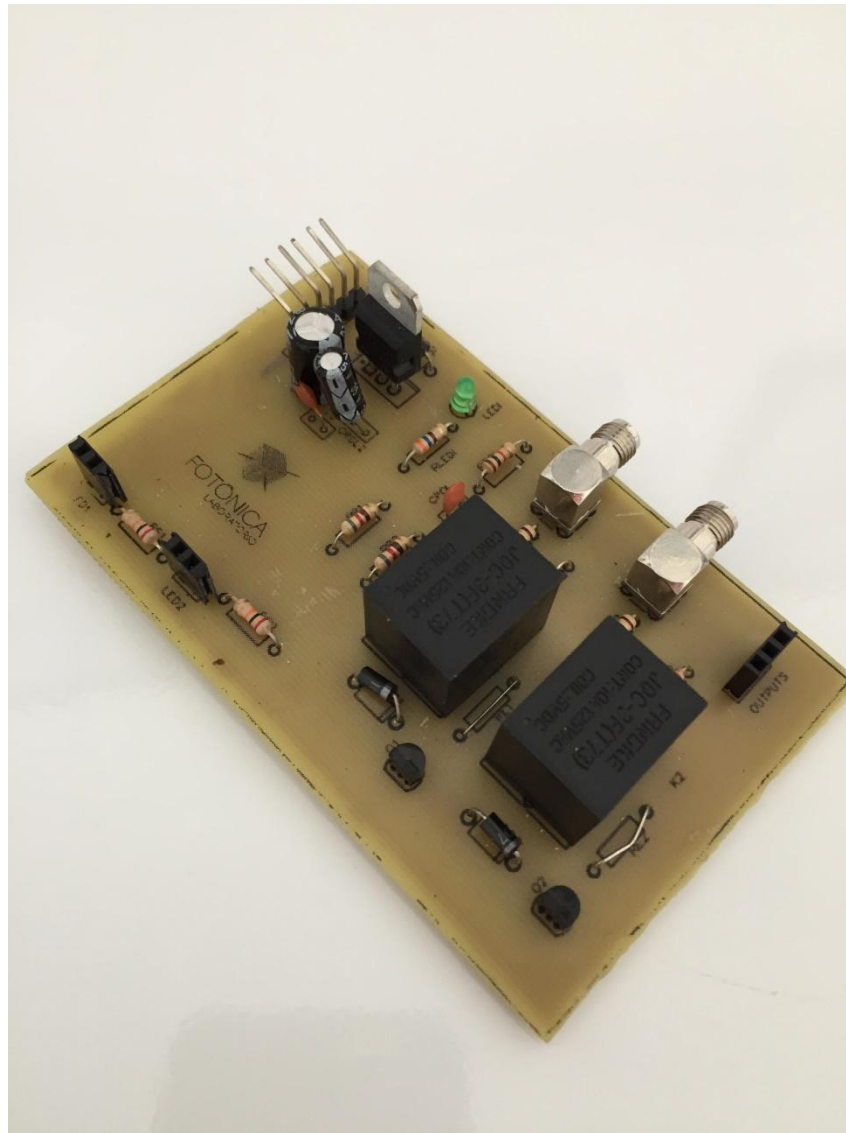


Figura 51: Placa de seleção das LEDs

Fonte: Própria

Para que o sistema óptico também possa funcionar da maneira mais eficiente possível foi desenvolvido, em uma impressora 3D, o suporte para os sensores e o suporte da cubeta de quartzo, que por sua vez precisa ter as quatro faces polidas a fim de não ter alteração alguma na transição do sinal de luz.

As Figuras 52 e 53 mostram como ficou o resultado da montagem dos sensores no suporte de cubeta.

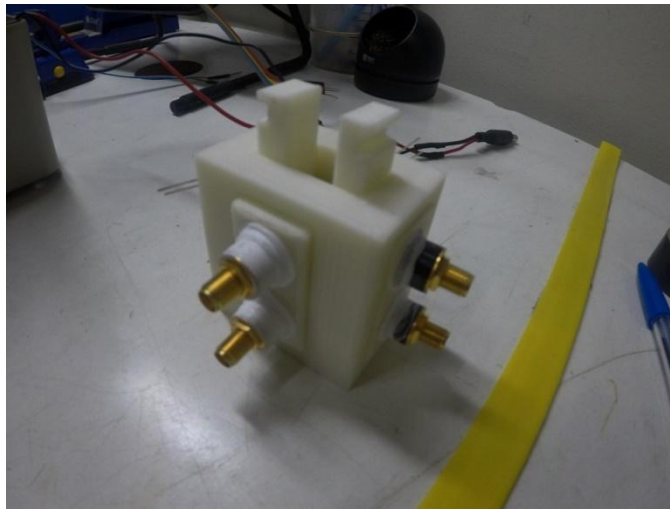


Figura 52: Detalhe do sensor óptico

Fonte: Própria

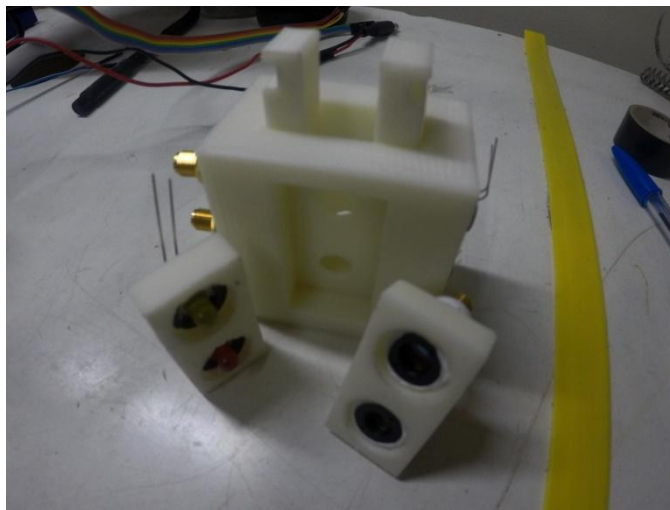


Figura 53: Sensores expostos

Fonte: Própria

Um dos maiores cuidados que tivemos foi com a seleção dos LED com NM bem específicos, a fim de ter uma leitura dos parâmetros específicos validando o equipamento para uso prático.

O *software* é bastante específico totalmente estruturado em linguagem C para compatibilidade do Arduino, também foram utilizadas bibliotecas de programa para utilizar de forma amigável a LCD e o sistema *touchscreen* (Figura 54).

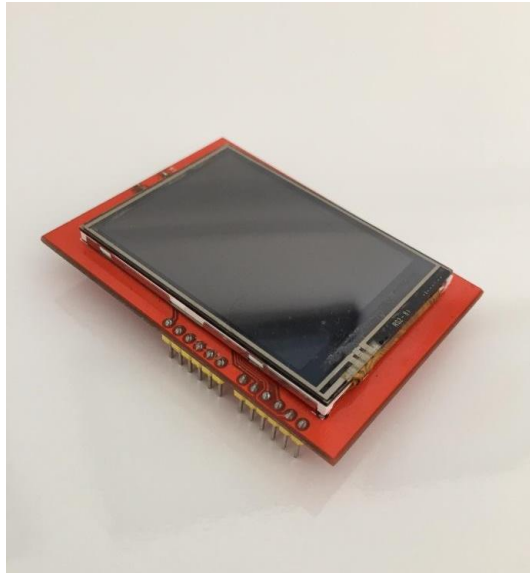


Figura 54: Tela LCD touchscreen

Fonte: Própria

O protótipo possui um sistema de bateria bastante eficiente não necessitando de recarga por dias de uso, a alimentação é fornecida por um *powerbank* (figura 55) que foi adaptado para funcionar com os componentes eletrônicos.



Figura 55: Powerbank

Fonte: Própria

4.11 Conclusão do Capítulo

Com todos os resultados obtidos foi selecionado quatro parâmetros em espectros específicos, as LEDs foram colocadas no protótipo dando o resultado aproximado ao resultado real feito pela LIQUITEC, logo o método teve sua confirmação prática de forma positiva com relação às medições, e o método para otimização do R^2 teve sua comprovação de funcionamento por conta dos resultados, tornando o mesmo futuramente aplicável para novos testes de óleos de forma a garantir alguma melhoria.

Capítulo 5

CONCLUSÕES

Nesta dissertação podemos concluir que, realizado de acordo com objetivo geral e objetivos específicos propostos, tanto a análise do que venha a ser o PLS, como a definição de método de calibragem para medição de óleos em transformadores, foi bem-sucedida.

O protótipo apresentado está sujeito a melhorias. Contudo, como visto no Capítulo 4, ficou comprovado vantagens em sua utilização. Sua funcionalidade apresentou um ganho real no que se refere a medições de óleos, por fazer análises específicas nos pontos que são sensíveis a variação dos materiais que se encontram nas amostras analisadas, essas análises específicas foram obtidas com as amostras de óleos que já foram caracterizadas, podendo montar um sistema preciso nos pontos mais sensíveis.

Foi possível concluir que o protótipo é um equipamento muito prático de ser utilizado, o operador não tem dificuldades ao manusear o equipamento como já explicado durante os capítulos anteriores, o protótipo é barato tendo sua estrutura baseada em um micro controlador (Arduino Mega) de baixo custo, e o restante dos componentes também são baratos tendo apenas a dificuldade de encontrar as LEDs que produzem o espectro específico.

Dentro das dificuldades encontradas na realização dessa dissertação podemos destacar que, realizar a definição de qual LED é o ideal para o funcionamento do protótipo. Como foi visto essa situação criou a necessidade de se

utilizar o *The Unscrambler*, programa para criação de sistemas matemáticos e por meio deste foi possível saber os LEDs que mais se aproximam das ideais para detecção de mudanças.

Durante o período de pesquisa e montagem desta dissertação o tratamento dos dados foi feito com todos os óleos sendo mais de 2000 simulações matemáticas, para os quatro resultados de LED encontrados. Devido o grande fluxo de dados gerados optamos por realizar durante esse trabalho apenas quatro simulações como foi visto.

O método de otimização para a melhoria das análises foi implementado através de um procedimento encontrado no decorrer do estudo, que melhorou o R^2 , sem prejudicar a aproximação real do espectro. Podemos concluir que nossa proposta apresentada efetivamente funciona bem como redução de custos e aplicações em campo.

5.1 Projetos Futuros

Apresentamos a seguir propostas de trabalhos futuros vinculados à linha de pesquisa desta dissertação. Tendo em vista que o sistema apresentado ainda pode evoluir e dar origem a melhores equipamentos de medição. No decorrer desses estudos podemos dar origem a novas linhas de pesquisa, artigos, e dissertações, baseadas em novas formas de simulação ou mesmo a utilização de diferentes tipos de óleos.

Os pontos que precisam de mais atenção são novos LEDs para medição, isso pode melhorar a precisão do equipamento. A expansão de mais leituras, ter mais parâmetros a serem analisados tornar o equipamento aplicável até para outras áreas, e para a leitura dos óleos uma informação definitiva, gerando confiabilidade no laudo, e o estudo futuro da mudança do óleo analisado para aplicações futuras.

O sistema utilizado no equipamento também poderia passar por melhorias, tendo em vista o armazenamento dos dados e transferidos para um *pendrive* facilitando comparações com outros dados também coletados, e podendo ser criado tabelas para comparações ainda mais amplas.

REFERÊNCIAS

ABBAS, O. et al. Application of chemometric methods to synchronous UV fluorescence spectra of petroleum oils. **Fuel**, v. 85, n. 17–18, p. 2653–2661, 2006.

ABNT NBR 5356-1, A. B. D. N. T. **NBR ABNT 5356: Transformadores de potência Parte 1: Generalidades**, 2007.

ABU-SIADA, A.; LAI, S. P.; ISLAM, S. M. A Novel Fuzzy-Logic Approach for Furan Estimation in Transformer Oil. **IEEE Transactions on Power Delivery**, v. 27, n. 2, p. 469–474, abr. 2012.

ACHARYA, D. et al. Application of adaptive Savitzky–Golay filter for EEG signal processing. **Perspectives in Science**, v. 8, p. 677–679, set. 2016.

AN, Z. et al. Stabilizing triplet excited states for ultralong organic phosphorescence. **Nature Materials**, v. 14, n. 7, p. 685–690, 6 jul. 2015.

ANTONELLO, I. **Determinação De Ascarel Em Óleo Mineral Isolante De Transformador**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA, 2006.

BANCROFT, H. R.; MOORE, C. A.; FRAZIER, J. L. Development of a biochemical profile for mass-reared boll weevils (coleoptera: Curculionidae). **Comparative Biochemistry and Physiology Part C: Comparative Pharmacology**, v. 53, n. 1, p. 9–12, jan. 1976.

BARBOSA, F. R. **Monitoramento on-line e diagnóstico inteligente da qualidade dielétrica do isolamento líquido de transformadores de potência**. Dissertação (Mestrado) [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ, 2008.

BASSI, A. B. M. S. Conceitos fundamentais em espectroscopia. **Revista Chemkeys**, n. 9, p. 1–14, 2018.

BECHARA, R. **Análise de falhas de transformadores de potência**. Dissertação (Mestrado) [s.l.] ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, 2010.

BENOUNIS, M. et al. NIR and optical fiber sensor for gases detection produced by transformation oil degradation. **Sensors and Actuators, A: Physical**, v. 141, n. 1, p. 76–83, 2008.

BRUZZONITI, M. C. et al. Determination of copper in liquid and solid insulation for large electrical equipment by ICP-OES. Application to copper contamination assessment in power transformers. **Talanta**, v. 99, p. 703–711, 2012.

CHEN, H. et al. New concept ultraviolet photodetectors. **Materials Today**, v. 18, n. 9, p. 493–502, 2015.

CHEN, H. et al. Nanostructured Photodetectors: From Ultraviolet to Terahertz. **Advanced Materials**, v. 28, n. 3, p. 403–433, 2016.

DE CARO, C. UV / VIS Spectrophotometry. **Mettler-Toledo International**, n. September 2015, p. 4–14, 2015.

GODINHO, M. D. S. **Avaliação da Degradação de Óleos Isolantes usando Análise de Imagens e Técnicas Espectroscópicas Combinadas com Métodos de Calibração Multivariada e Resolução de Curvas**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS, 2014.

HOFMANN, A. **I Spectrophotometric techniques**. 7th Editio ed. New York: Cambridge University, 2010.

JAHANI, S. et al. Motion artifact detection and correction in functional near-infrared spectroscopy: a new hybrid method based on spline interpolation method and Savitzky–Golay filtering. **Neurophotonics**, v. 5, n. 01, p. 1, 8 fev. 2018.

LI, X.; YAN, H.; ZHAO, Q. Carboranes as a Tool to Tune Phosphorescence.

Chemistry - A European Journal, v. 22, n. 6, p. 1888–1898, 5 fev. 2016.

LOPEZ, P. et al. Low cost photonic sensor for in-line oil quality monitoring: Methodological development process towards uncertainty mitigation. **Sensors (Switzerland)**, v. 18, n. 7, 2018.

MALEGORI, C. et al. Comparing the analytical performances of Micro-NIR and FT-NIR spectrometers in the evaluation of acerola fruit quality, using PLS and SVM regression algorithms. **Talanta**, v. 165, n. December 2016, p. 112–116, 2017.

MCINTOSH, A. R. et al. Spatial Pattern Analysis of Functional Brain Images Using Partial Least Squares. **NeuroImage**, v. 3, n. 3, p. 143–157, jun. 1996.

MCINTOSH, A. R.; CHAU, W. K.; PROTZNER, A. B. Spatiotemporal analysis of event-related fMRI data using partial least squares. **NeuroImage**, v. 23, n. 2, p. 764–775, out. 2004.

OSSIA, C. V. et al. On the use of intrinsic fluorescence emission ratio in the characterization of hydraulic oil degradation. **Tribology International**, v. 41, n. 2, p. 103–110, 2008.

PALOU, A. et al. Calibration sets selection strategy for the construction of robust PLS models for prediction of biodiesel/diesel blends physico-chemical properties using NIR spectroscopy. **Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 180, p. 119–126, 2017.

PONTES, M. J. C. et al. Determining the quality of insulating oils using near infrared spectroscopy and wavelength selection. **Microchemical Journal**, v. 98, n. 2, p. 254–259, 2011.

ROYCHOUDHURI, C.; VANDERGRIFF, L. Nature and Properties of Light. **Fundamentals of Photonics**, p. 1–38, 2009.

SCHETTINO, B. M.; DUQUE, C. A.; SILVEIRA, P. M. Current-Transformer

Saturation Detection Using Savitzky-Golay Filter. **IEEE Transactions on Power Delivery**, v. 31, n. 3, p. 1400–1401, jun. 2016.

SILVA, C. R. DA. **PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E DIELÉTRICAS DE ÓLEOS VEGETAIS PARA USO COMO ISOLANTE EM TRANSFORMADORES**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE, 2009.

STEDWELL, C. N.; POLFER, N. C. **Laser Photodissociation and Spectroscopy of Mass-separated Biomolecular Ions**. Cham: Springer International Publishing, 2013. v. 83

TRAN, T. T. et al. Deep Ultraviolet Nonlinear Optical Materials. **Chemistry of Materials**, v. 28, n. 15, p. 5238–5258, 2016.

TSUTAE, F. M. **Espectroscopia de correlação de fluorescência aplicada em estudos de sistemas moleculares, biológicos e celulares**. Tese (Doutorado) [s.l.] INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS, 2016.

VALEUR, B. Molecular Fluorescence. In: **digital Encyclopedia of Applied Physics**. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2009. p. 477–531.

VIÑAS, M. H. et al. Spectroscopic Sensor as a Mineral Oil Indicator. **Laser Chemistry**, v. 12, n. 1–2, p. 65–73, 1992.

Anexo

LAUDO LIQUITEC

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 170
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Físico-Química

Código Interno:	5340/4907						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Análises	Unid.	Método Ensaio	Históricos dos Ensaios					ABNT NBR 10576:2017
Aspecto Visual	-	VISUAL	Límpido					NÃO ESPECIFICADO
Cor	-	ABNT NBR 14483	0,5					NÃO ESPECIFICADO
Densidade a 20/4 °C	g/cm³	ABNT NBR 7148	0,8780					NÃO ESPECIFICADO
Tensão Interfacial	mN/m	ABNT NBR 6234	42,0					20,0 Mín.
Teor de Água - Medido	ppm	ABNT NBR 10710	7,1					40,0 Máx.
Teor de Água Corrigido a 20°C	ppm	ABNT NBR 10710	-					-
Índice de Neutralização	mgKOH/g	ABNT NBR 14248	0,010					0,200 Máx.
Rigidez Dielétrica (Calota)	kV	ABNT NBR IEC 60156	82,5					40,0 Mín.
Fator de Potência a 90 °C	%	ABNT NBR 12133	-					15,00 % Máx.
Fator de Potência a 100 °C	%	ABNT NBR 12133	0,22					20,00 % Máx.

Conclusões e recomendações de acordo com a norma técnica ABNT NBR 10576:2017

Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Óleo mineral isolante naftênico.
- Características de envelhecimento (oxidação e deterioração) do óleo isolante em condições normais.
- Propriedades dielétricas do óleo isolante em condições normais.

- Os resultados das análises indicam condições satisfatórias para a operação do equipamento.

Próxima Amostragem: 12 MESES


PAULO H. XAVIER DE OLIVEIRA
CRQ 04165647 IV REGIAO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP
Fone: (16) 3397-8333 - E-mail: LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - WWW.LIQUITEC.COM.BR

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 151
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Cromatográfica

Código Interno:	5321/4712						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Gases dissolvidos (ppm)	Histórico dos Ensaios						Taxa de Crescimento (% ao Mês)
H2 (hidrogênio)	120						
O2 (oxigênio)	38771						
N2 (nitrogênio)	75455						
CO (monóxido de carbono)	187						
CH4 (metano)	73						
CO2 (dióxido de carbono)	952						
C2H4 (etileno)	213						
C2H6 (etano)	35						
C2H2 (acetileno)	300						
Total de Gases	116106						
Total de Gases Combustíveis	928						

ND (Não Detectado)

Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Método de ensaio e diagnósticos, baseados nas normas ABNT NBR 7070 e ABNT NBR 7274.
- Resultados como se apresentam sugerem a ocorrência de:
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Resultados indicam a ocorrência de descargas de baixa concentração de energia.
- Sugerimos uma reamostragem após 1 mês para avaliação da taxa de crescimento dos gases combustíveis.

Próxima Amostragem: 01 MÊS



 PAULO H. XAVIER DE OLIVEIRA
 CRQ 04165647 IV REGIAO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP
Fone: (16) 3397-8333 - **E-mail:** LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - **WWW.LIQUITEC.COM.BR**

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 156
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Físico-Química

Código Interno:	5326/4893						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Análises	Unid.	Método Ensaio	Históricos dos Ensaios					ABNT NBR 10576:2017
Aspecto Visual	-	VISUAL	Límpido					NÃO ESPECIFICADO
Cor	-	ABNT NBR 14483	1,5					NÃO ESPECIFICADO
Densidade a 20/4 °C	g/cm³	ABNT NBR 7148	0,8670					NÃO ESPECIFICADO
Tensão Interfacial	mN/m	ABNT NBR 6234	32,0					20,0 Mín.
Teor de Água - Medido	ppm	ABNT NBR 10710	13,9					40,0 Máx.
Teor de Água Corrigido a 20°C	ppm	ABNT NBR 10710	-					-
Índice de Neutralização	mgKOH/g	ABNT NBR 14248	0,025					0,200 Máx.
Rigidez Dielétrica (Calota)	kV	ABNT NBR IEC 60156	77,7					40,0 Mín.
Fator de Potência a 90 °C	%	ABNT NBR 12133	-					15,00 % Máx.
Fator de Potência a 100 °C	%	ABNT NBR 12133	1,38					20,00 % Máx.

Conclusões e recomendações de acordo com a norma técnica ABNT NBR 10576:2017
Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Óleo mineral isolante naftênico.
- Características de envelhecimento (oxidação e deterioração) do óleo isolante em condições normais.
- Propriedades dielétricas do óleo isolante em condições normais.
- Os resultados das análises indicam condições satisfatórias para a operação do equipamento.

Próxima Amostragem: 12 MESES


 PAULO H. XAVIER DE OLIVEIRA
 CRO 04165647 IV REGIÃO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP
Fone: (16) 3397-8333 - **E-mail:** LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - WWW.LIQUITEC.COM.BR

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 159
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Cromatográfica

Código Interno:	5329/4719						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Gases dissolvidos (ppm)	Histórico dos Ensaios						Taxa de Crescimento (% ao Mês)
H2 (hidrogênio)	ND						
O2 (oxigênio)	17167						
N2 (nitrogênio)	71513						
CO (monóxido de carbono)	188						
CH4 (metano)	ND						
CO2 (dióxido de carbono)	2487						
C2H4 (etileno)	ND						
C2H6 (etano)	ND						
C2H2 (acetileno)	ND						
Total de Gases	91355						
Total de Gases Combustíveis	188						

ND (Não Detectado)

Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Método de ensaio e diagnósticos, baseados nas normas ABNT NBR 7070 e ABNT NBR 7274.
- Resultados como se apresentam sugerem a ocorrência de:
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Condições normais de operação.

Próxima Amostragem: 12 MESES


 PAULO H XAVIER DE OLIVEIRA
 CRC 04165647 IV REGIAO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
 Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP
 Fone: (16) 3397-8333 - E-mail: LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - WWW.LIQUITEC.COM.BR

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 160
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Físico-Química

Código Interno:	5330/4897						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Análises	Unid.	Método Ensaio	Históricos dos Ensaios					ABNT NBR 10576:2017
Aspecto Visual	-	VISUAL	Límpido					NÃO ESPECIFICADO
Cor	-	ABNT NBR 14483	1,5					NÃO ESPECIFICADO
Densidade a 20/4 °C	g/cm³	ABNT NBR 7148	0,8720					NÃO ESPECIFICADO
Tensão Interfacial	mN/m	ABNT NBR 6234	35,0					20,0 Mín.
Teor de Água - Medido	ppm	ABNT NBR 10710	8,8					40,0 Máx.
Teor de Água Corrigido a 20°C	ppm	ABNT NBR 10710	-					-
Índice de Neutralização	mgKOH/g	ABNT NBR 14248	0,032					0,200 Máx.
Rigidez Dielétrica (Calota)	kV	ABNT NBR IEC 60156	80,3					40,0 Mín.
Fator de Potência a 90 °C	%	ABNT NBR 12133	-					15,00 % Máx.
Fator de Potência a 100 °C	%	ABNT NBR 12133	1,29					20,00 % Máx.

Conclusões e recomendações de acordo com a norma técnica ABNT NBR 10576:2017
Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Óleo mineral isolante naftênico.
- Características de envelhecimento (oxidação e deterioração) do óleo isolante em condições normais.
- Propriedades dielétricas do óleo isolante em condições normais.
- Os resultados das análises indicam condições satisfatórias para a operação do equipamento.

Próxima Amostragem: 12 MESES


 PAULO H. XAVIER DE OLIVEIRA
 CRQ 04165647 IV REGIAO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP
Fone: (16) 3397-8333 - **E-mail:** LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - **WWW.LIQUITEC.COM.BR**

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 153
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Físico-Química

Código Interno:	5323/4890						
Data Coleta da Amostra	07/11/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/11/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Análises	Unid.	Método Ensaio	Históricos dos Ensaios					ABNT NBR 10576:2017
Aspecto Visual	-	VISUAL	Límpido					NÃO ESPECIFICADO
Cor	-	ABNT NBR 14483	5,0					NÃO ESPECIFICADO
Densidade a 20/4 °C	g/cm³	ABNT NBR 7148	0,8680					NÃO ESPECIFICADO
Tensão Interfacial	mN/m	ABNT NBR 6234	24,0					20,0 Mín.
Teor de Água - Medido	ppm	ABNT NBR 10710	44,0					40,0 Máx.
Teor de Água Corrigido a 20°C	ppm	ABNT NBR 10710	-					-
Índice de Neutralização	mgKOH/g	ABNT NBR 14248	0,231					0,200 Máx.
Rigidez Dielétrica (Calota)	kV	ABNT NBR IEC 60156	17,2					40,0 Mín.
Fator de Potência a 90 °C	%	ABNT NBR 12133	-					15,00 % Máx.
Fator de Potência a 100 °C	%	ABNT NBR 12133	4,87					20,00 % Máx.

Conclusões e recomendações de acordo com a norma técnica ABNT NBR 10576:2017
Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Equipamento desenergizado.
- Reamostrar após a energização.
- Óleo mineral isolante naftênico.
- Características de envelhecimento (oxidação e deterioração) do óleo isolante em condições normais.
- Propriedades isolantes do óleo prejudicadas pela presença de partículas e/ou umidade, podendo acelerar a deterioração do isolamento sólido.
- Sugerimos que o óleo seja submetido a tratamento termo-vácuo para eliminar umidade, gases e partículas em suspensão.

Próxima Amostragem: APÓS TRATAMENTO TERMO-VÁCUO


 PAULO H. XAVIER DE OLIVEIRA
 CRC 04165647 IV REGIÃO

LIQUITEC SOLUÇÕES E ANÁLISES TÉCNICAS LTDA
Endereço: AVENIDA FEIJÓ, 677 - CENTRO - Cep: 14801-140 - ARARAQUARA-SP

Fone: (16) 3397-8333 - **E-mail:** LIQUITEC@LIQUITEC.COM.BR - WWW.LIQUITEC.COM.BR

Contratante: FUNDAÇÃO CEARENSE DE PESQUISA E CULTURA - FCPC **Cliente:**
Equipamento: TRANSFORMADOR **Nº Série:** 166
Fabricante: **Identificação:**
Tensão: **Ano Fabricação:**
Potência: kVA **Motivo:** PESQUISA
Classe: <= 36,2 kV **Volume:** 0 L

Análise Cromatográfica

Código Interno:	5336/4726						
Data Coleta da Amostra	07/02/2019						
Data Recebimento da Amostra	07/02/2019						
Temperatura da Amostra (°C):							
Temp. Termômetro do Óleo (°C):							
Temp. Ambiente (°C):							
Umid. Relativa do Ar (%):							
Ponto de Amostragem:							
Operando:	Não						

Gases dissolvidos (ppm)	Histórico dos Ensaios						Taxa de Crescimento (% ao Mês)
H2 (hidrogênio)	28						
O2 (oxigênio)	17833						
N2 (nitrogênio)	79444						
CO (monóxido de carbono)	122						
CH4 (metano)	3						
CO2 (dióxido de carbono)	1404						
C2H4 (etileno)	1						
C2H6 (etano)	2						
C2H2 (acetileno)	ND						
Total de Gases	98837						
Total de Gases Combustíveis	156						

ND (Não Detectado)

Diagnósticos:

- Dados iniciais de controle.
- Método de ensaio e diagnósticos, baseados nas normas ABNT NBR 7070 e ABNT NBR 7274.
- Resultados como se apresentam sugerem a ocorrência de:
 - Equipamento desenergizado.
 - Reamostrar após a energização.
- Condições normais de operação.

Próxima Amostragem: 12 MESES


PAULO H XAVIER DE OLIVEIRA
CRQ 04165647 IV REGIAO