

Politecnico di Torino

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Meccanica A.a. 2020/2021 Sessione di Laurea dicembre 2021

Studio di fattibilità sensore qualità AdBlue con TOF 3D

Relatori:

Prof. Stefano Mauro Dott. Mario Troise Dott. Osvaldo Salvatore Candidato:

Luigi Michael Catalano

·...νῦν χρῆ μεθύσθην...'

(framm. 332, Alceo)

Sommario

Introduz	zione
Inquinar	mento da ossidi di azoto e sistema SCR7
1.1	Normativa EURO
1.2	Gli ossidi di azoto
1.3	Motori a combustione interna
1.3.	1 Motori a ciclo Otto
1.3.	2 Motori a ciclo Diesel
1.3.	.3 Differenze tra motore a ciclo Diesel e Otto
1.4	Sistema di Riduzione Selettiva Catalitica17
1.5	Urea Quality Sensor
AdBlue	e metodi di misurazione della concentrazione
2.1	AdBlue
2.2	Definizione di concentrazione e metodi di misura
2.3	Temperatura di solidificazione
2.4	Calore specifico
2.5	Velocità del suono
2.6	Indice di rifrazione
2.7	Indice di rifrazione in funzione della concentrazione
2.8	Legge di Snell
Sensori	TOF per la rilevazione della distanza
3.1	Sensori TOF
3.2	Sensore a pixel attivi CMOS
3.3	Metodo di misura della distanza
3.4	TOF Frame epc611 e comunicazione seriale
3.5	Funzioni MATLAB
3.6	Test misure delle distanze
3.6.	1 Setup sperimentale
3.6.	2 Risultati
Utilizzo	del sensore TOF per la rilevazione dell'indice di rifrazione
4.1	Utilizzo delle fibre ottiche
4.2	Percorso fluido
4.3	Prototipi utilizzati

4.4	Metodo sperimentale usato per le acquisizioni	. 62
4.5	Programma di acquisizione dati	. 63
4.6	Risultati dei test sperimentali	. 64
4.6.	1 Prototipo 1	. 64
4.6.	2 Prototipo 2	. 67
4.7	Discussione dei risultati ottenuti	. 70
Conclus	ione	. 72
Append	ice A	. 74
A.1	Calcolo del CRC	. 74
A.2	Inizializzazione porta seriale	. 75
A.3	Invio stringa di comando	. 75
A.4	Accensione e spegnimento del dispositivo	. 75
A.5	Impostazione del tempo di esposizione	. 76
A.6	Algoritmo di ordinamento dati	. 76
A.7	Acquisizione dati distanza e ampiezza	. 77
A.8	Esposizione multipla	. 77
A.9	Media della matrice	. 77
A.10	Acquisizione temperatura	. 78
A.11	Algoritmo di ricerca tempo di esposizione ottimale	. 78
A.12	Script acquisizione distanza ed ampiezza in aria	. 79
A.13	Funzione di controllo temperatura del chip	. 80
A.14	Funzione ricerca tempi di esposizione per interpolazione della retta	. 81
A.15	Funzione di interpolazione su tre punti	. 82
A.16	Algoritmo di acquisizione dati in soluzioni acquose	. 82
Append	ice B	. 83
B.1	Disegno prototipo 1	. 83
B.2	Disegno prototipo 2	. 84
Bibliog	afia e sitografia	. 85
Ringraz	iamenti	. 87

Introduzione

Il tema dell'inquinamento ambientale negli ultimi decenni è sempre più spesso al centro del dibattito pubblico. Parole come *green economy*, ecosostenibilità, abbattimento delle emissioni inquinanti dominano i mass media e i *social network*, sensibilizzando le persone a questi concetti. Nelle grandi città ormai è diventata una prassi monitorare le emissioni di monossido di carbonio, ossidi di azoto, particolato e idrocarburi, sostanze dannose per l'ambiente e soprattutto per l'essere umano.

Da ricerche condotte in questo ambito è emerso che una delle cause principali è rappresentata dal settore del trasporto stradale. Nonostante le normative introdotte riguardo ai limiti massimi di emissioni per i veicoli stradali, il problema non sembra risolto, anzi necessità di sforzi maggiori. Negli anni le case automobilistiche hanno introdotto nei loro veicoli tecnologie sempre più raffinate, riducendo sprechi e limitando le emissioni inquinanti. I mezzi a cui sono ricorsi vanno dall'efficientamento energetico dei cicli di combustione del motore, al post trattamento dei gas di scarico. Tra i vari metodi utilizzati nel trattamento dei prodotti di combustione quello su cui si vuole focalizzare l'attenzione è il Sistema di Riduzione Catalitica Selettiva (SCR). Esso viene utilizzato nei mezzi Diesel conformi alla normativa EURO VI e sfrutta le iterazioni tra una soluzione liquida, definita commercialmente come AdBlue, e gli ossidi di azoto presenti nei gas di scarico per scomporre questi ultimi in azoto biatomico e acqua.

Uno dei limiti del sistema SCR è imposto dal fatto che per lavorare nel modo corretto il liquido utilizzato deve essere l'AdBlue, soluzione di acqua ed urea al 32.5 % in peso. Nel caso in cui la concentrazione sia diversa o sia inserito un liquido diverso all'interno dell'apposito serbatoio potrebbero insorgere cause di un possibile malfunzionamento del sistema, fino all'avvelenamento del catalizzatore stesso. In quest'ottica ci si è posti il problema della rilevazione della qualità di AdBlue all'interno del serbatoio.

L'idea di un sensore di qualità di AdBlue, capace di misurare la concentrazione di urea all'interno della soluzione, è stata concepita dal dott. Osvaldo Salvatore ed è stata sviluppata durante il lavoro di realizzazione del presente elaborato, sfruttando i mezzi messi a disposizione dalla 'ECOMEC Impianti S.R.L.', finanziatore del progetto. Lo studio effettuato si è incentrato sull'analisi delle proprietà fisiche dell'AdBlue e su come sfruttarle per ricavarne informazioni della concentrazione. L'idea sviluppata si fonda sulla linearità riscontrata tra l'indice di rifrazione e la concentrazione di urea nella soluzione acquosa.

I metodi utilizzati per raggiungere tale scopo comprendono l'utilizzo delle proprietà ottiche della luce. Dall'applicazione di alcune relazioni derivanti dalla legge di Snell, che regola il fenomeno di riflessione e rifrazione della luce nell'interfaccia tra due mezzi, sono stati ricavati due diversi prototipi da laboratorio. Il sistema realizzato comprende l'utilizzo di un sensore a tempo di volo (dall'inglese *Time of Flight*, TOF), dispositivo ottico in grado di analizzare il campo visivo e riportare informazioni relative alle distanze di uno o più oggetti presenti nella scena. L'interfaccia di collegamento tra il dispositivo e il mezzo liquido è stata realizzata

utilizzando le proprietà di trasmissione della luce delle fibre ottiche, dal quale è stato sfruttato il principio di funzionamento per ottenere quelle che si possono definire *guide optofluidiche*.

La programmazione del sensore è stata sviluppata in ambiente MATLAB, con il quale sono state scritte diverse funzioni in grado di comunicare in seriale con il dispositivo, gestendo parametri come tempo di esposizione, numero di acquisizioni e temperatura del chip. Sempre nello stesso ambiente di lavoro è stato possibile elaborare i dati estrapolati dai test effettuati e ricavarne grafici ed equazioni per comprenderne gli andamenti.

Nel presente elaborato gli argomenti trattati sono stati suddivisi in quattro capitoli. Il primo affronta la tematica dell'inquinamento ambientale, approfondendo i meccanismi di formazione degli ossidi di azoto nei motori a combustione interna e il sistema SCR utilizzato per convertirli in sostanze non dannose per l'ambiente. La seconda parte è incentrata sull'AdBlue e sulle proprietà fisiche di questo fluido, sui mezzi di rivelazione della concentrazione ed in particolare modo sull'analisi dell'andamento dell'indice di rifrazione in funzione delle quantità di soluto e solvente. Il terzo capitolo introduce al mondo dei sensori TOF, approfondendone sia il funzionamento che le potenzialità di utilizzo. Inoltre, vengono esposte in maniera dettagliata le modalità di interazione dell'ambiente MATLAB con un dispositivo seriale come il TOF, illustrando le varie funzioni realizzate per l'acquisizione dei dati e i risultati ottenuti nell'esecuzione di prove in aria. Nell' ultimo capitolo si espongono i modelli fisici su cui si basano i due prototipi da laboratorio ideati, riportando il metodo sperimentale seguito, l'algoritmo di programmazione utilizzato e i risultati ottenuti.

Capitolo 1

Inquinamento da ossidi di azoto e sistema SCR

Negli ultimi decenni l'aumento delle sostanze inquinanti disperse nell'atmosfera ed i conseguenti cambiamenti climatici indotti hanno determinato la necessità di trovare soluzioni efficaci ed innovative per limitare il fenomeno. Con il termine emissioni inquinanti si definiscono tutte quelle sostanze disperse nell'ambiente che sono causa dell'inquinamento atmosferico. Le più rilevanti per pericolosità e diffusione nell'ambiente sono:

- i composti del carbonio (CO_x) : tra i quali vengono ricordati il monossido di carbonio (CO) e anidride carbonica (CO_2) prodotte principalmente da processi di combustione;
- gli ossidi di azoto (NO_x) : prodotti per l'iterazione tra le molecole di ossigeno e l'azoto biatomico in aria. La reazione è favorita dalle elevate temperature raggiunte nei processi di combustione;
- il particolato: con questo termine si indicano tutte le particelle solide con dimensioni variabili tra i 3 μm e i 30 μm. Esso è costituito soprattutto da composti carboniosi e metallici. La loro origine è dovuta ai processi di frammentazione naturale, come l'erosione del vento, o artificiale (usura degli pneumatici e delle pasticche dei freni) e dai processi di combustione.

Queste sostanze sono naturalmente presenti nell'ambiente e costituiscono una parte dell'atmosfera terrestre. I danni all'ecosistema si generano quando l'equilibro naturale viene rotto e la loro quota aumenta superando i livelli normali. I risultati di questo innaturale incremento possono comportare la presenza di gas tossici dispersi nell'atmosfera, l'alterazione del ciclo naturale di produzione e distruzione da parte della flora dell'anidride carbonica e la contaminazione delle falde acquifere ^[1].

Da uno studio svolto dall'Inventario Regionale delle Emissioni in Atmosfera (IREA) durante l'intero 2015 nell'area della città metropolitana di Torino, incentrato sulla produzione di sostanze inquinanti, è emerso che circa il 28 % delle emissioni è imputabile al trasporto stradale, il 20 % alla combustione non industriale e il 19 % ai processi agricoli (fig. 1.1). La restante parte dipende dalla trasformazione di energia derivata dai combustibili, dai processi di combustione industriale, dall'utilizzo dei macchinari industriali e da altri processi produttivi ^[2]. Dal report si deduce come il settore dei mezzi di trasporto su strada occupa una quota rilevante come principale sorgente dell'inquinamento atmosferico.



Figura 1.1 – Dati IREA del 2015 sull'emissioni inquinanti nella città metropolitana di Torino.

Analizzando in dettaglio gli inquinanti prodotti nel settore del trasporto stradale, la quantità di *CO* risulta predominante, occupando circa il 49 %. Al secondo posto sono presenti gli NO_x con il 28 %, seguita dai composti organici volatili non metanici (NMVOC) e anidride carbonica (fig. 1.2). Peso minore per quantità, ma non per importanza, ricopre il particolato, il particolato fine e il metano. Da questi dati si può dedurre come le emissioni maggiori nel settore del trasporto su strada siano il monossido di carbonio e gli ossidi di azoto.



Figura 1.2 – Analisi sostanze inquinanti nel settore del trasporto stradale.

Proseguendo nell'analisi dei dati raccolti dall'IREA si rendono note le diverse emissioni inquinanti in funzione del combustibile utilizzato nei motori delle vetture (fig. 1.3). Tra questi, i motori meno inquinanti sono quelli a GPL e a metano. Per quanto riguarda i motori diesel e benzina, essi hanno il primato della produzione rispettivamente di NO_x e CO. Questo dato risulta particolarmente rilevante e per comprendere la causa della maggiore produzione di ossidi

di azoto nei motori diesel piuttosto che nei motori benzina è necessario approfondire il loro funzionamento nei successivi paragrafi.



Figura 1.3 – Emissioni inquinanti in funzione del carburante utilizzato.

1.1 Normativa EURO

Con lo scopo di porre un freno all'inquinamento dei veicoli, dal 1992 sono stati introdotti dall'Unione Europea diversi standard qualitativi sulle emissioni inquinanti. Essi vengono identificati per mezzo della sigla EURO seguita da un numero crescente in funzione del tempo di emanazione e negli anni hanno imposto limiti sempre più stringenti sulle emissioni di anidride carbonica, ossidi di azoto e particolato.

Tutti i veicoli immatricolati prima del 31/12/1992 vengono identificati come EURO 0 e sono considerati altamente inquinanti. Questi veicoli si differenziano da quelli commercializzati successivamente per la mancanza di sistemi di trattamento o controllo dei gas di scarico. Per questo motivo hanno il divieto di circolazione nei centri abitati, ad eccezione delle vetture considerate d'epoca^[3].

Nel grafico in figura 1.4 si osserva come dalla normativa EURO 1 all'ultima EURO 6, emanata il 1° settembre 2014 ed attualmente in vigore, le soglie massime nel caso dei veicoli diesel hanno subito costante decremento. La produzione massima di *CO* è passata da 2.72 g/km a 0.5 g/km, così come per il particolato (da 0.14 g/km a 0.005 g/km) e gli ossidi di azoto (da 0.97 g/km a 0.08g/km). L'unita di misura utilizzata per esprimere queste quantità si riferisce al chilometro percorso durante un ciclo di prova in condizioni di marcia in città.



Figura 1.4 – Limiti imposti agli autoveicoli Diesel dalle normative EURO dal 1992 ad oggi.

In questo scenario, ingegneri e ricercatori delle diverse case automobilistiche sono stati obbligati a sviluppare soluzioni tecnologiche in modo da migliorare le prestazioni dei motori, abbassando contemporaneamente le emissioni inquinanti. Con il tempo sono state sviluppate diverse strategie efficaci, alcune focalizzate sul post trattamento dei fumi di combustione, altre incentrate sull'ottimizzazione del processo di combustione interna ^[4].

I valori limite della normativa EURO 6 a cui fare riferimento attualmente sono riassunti nella tabella 1.1. La normativa, oltre a suddividere i mezzi per tipologia di carburante utilizzato, distingue la categoria degli autoveicoli da quella degli autocarri, a sua volta suddivisa in base al peso. Si noti come il limite imposto sugli NO_x tende ad essere superiore nei veicoli Diesel, per gli stessi motivi tecnologici che verranno approfonditi nei successivi paragrafi.

Mezzo/classe veicolo	Carburante	СО	НС	NO _x	Particolato	Unità di misura
Autoveicolo e Autocarri	Benzina	1	0.1	0.06	0.005/0.0045	a /km
leggeri M	Diesel	0.5	0.17	0.08	0.005/0.0045	у/кт
Autocarri leggeri N ≤ 1250 kg Autocarri leggeri < 1700 kg	Benzina	1 1.81 2.27	0.1 0.13 0.16	0.06 0.075 0.082	0.005/0.0045	a/km
Autocarri leggeri > 1700 kg	Diesel	0.5 0.63 0.74	0.17 0.195 0.215	0.105 0.125 0.125	0.005/0.0045	3,

1.2 Gli ossidi di azoto

Come è emerso da quanto è stato riportato gli ossidi di azoto (NO_x) sono considerati uno dei principali inquinanti. Per questo motivo è necessario comprendere i fenomeni che ne determinano la loro formazione e i danni ambientali che il loro eccesso nell'atmosfera può causare.

Gli ossidi di azoto sono dei sottoprodotti della combustione. Essi vengono generalmente identificati come ossidi e biossidi di azoto, nonostante siano costituiti da diversi tipi di ossido (tab. 1.2).

Composto	Formula
Ossido di diazoto	N ₂ 0
Ossido di azoto	NO
Anidride nitrosa	N_2O_3
Biossido di azoto	NO ₂
Tetrossido di diazoto	$N_{2}O_{5}$
Anidride nitrica	$N_{2}O_{5}$

Tabella 1.2 – Molecole appartenenti alla categoria degli ossidi di azoto.

Il monossido di azoto deriva dalla reazione che coinvolge l'azoto biatomico N_2 (che in natura è presente in abbondanza in quanto costituisce il 78.08 % dell'atmosfera terrestre ^[5]) e l'ossigeno anch'esso biatomico O_2 . I meccanismi che permettono la reazione sono due: la presenza abbondante di ossigeno, le temperature superiori ai 1200 °C. Nel caso dei motori a combustione interna gli *NO* costituiscono mediamente il 98 % degli ossidi. La causa della loro formazione risiede nelle elevate temperature raggiunte durante le fasi intermedie della combustione, durante le quali le possibili reazioni coinvolte sono le seguenti:

$$O + N_2 \rightleftharpoons NO + N$$

$$N + O_2 \rightleftarrows NO + O$$

$$N + OH \rightleftarrows NO + H$$
(1.1)

Queste reazioni presuppongono la dissociazione delle molecole di N_2 e di O_2 in atomi, fenomeno che avviene per le temperature raggiunte dai gas in prossimità del fronte di fiamma, spesso superiori a 2000 K.

La quantità prodotta di NO durante la combustione dipende da tre fattori principali:

- la temperatura interna alla camera di combustione: maggiore è la temperatura e maggiormente l'equilibrio delle reazioni delle 1.1 tenderà verso i prodotti;
- tempo di permanenza a tale temperatura dei gas di combustione;
- quantità di ossigeno biatomico libero contenuto nella camera di combustione.

Nel caso in cui il raffreddamento dei fumi avvenisse molto lentamente si presenterebbe la dissociazione degli *NO* in N_2 e O_2 , ma generalmente questo processo durante lo scarico risulta essere talmente rapido (circa 100 *K/ms*) da impedire la reazione.

La presenza eccessiva degli ossidi di azoto dispersi nell'atmosfera è dannosa sia dal punto di vista ambientale che per la salute umana. Queste molecole possono reagire in presenza degli idrocarburi incombusti per trasformarsi in acido nitroso (HNO_2) e acido nitrico (HNO_3) , che costituiscono i componenti principali delle *piogge acide*. Inoltre, l'esposizione prolungata dell'uomo in un ambiente contenente una concentrazione superiore a 10 *ppm* di questi ossidi può causare danni irreversibili sia a livello respiratorio che cardio-vascolare ^[6].

Riportando una ricerca sulla qualità dell'aria in Europa nel 2016 effettuata dall'Agenzia Europea dell'Ambiente (EEA) si evidenzia un netto divario tra i limiti imposti dalle normative EURO e le emissioni medie realmente misurate degli NO_x (fig. 1.5)^[7]. Queste differenze negli anni si sono accentuate soprattutto nel caso dei veicoli Diesel. Mentre per i motori a benzina l'obiettivo imposto dalle EURO è stato quasi sempre raggiunto, non si può affermare lo stesso per i motori Diesel, i quali dimostrano notevoli difficoltà nonostante i progressi tecnologici raggiunti in questo settore. Per comprendere il motivo di tali differenze è necessario analizzare brevemente il funzionamento delle due tipologie di motore.



Figura 1.5 – Risultati dello studio effettuato dall'EEA sulle emissioni degli NO_x nei motori Diesel e benzina. (Fonte: EEA Report – No 28/2016)

1.3 Motori a combustione interna

I motori a combustione interna fanno parte della categoria delle macchine motrici termiche. Essi svolgono il compito di convertire in lavoro meccanico l'energia liberata dal combustibile bruciato all'interno della macchina stessa. Il fluido di lavoro è costituito da una miscela di aria e combustibile. La conversione energetica avviene per mezzo del ciclo di espansione e compressione del fluido all'interno degli organi mobili della macchina.

Classificando le diverse tipologie di motori in base al modo di avviare la combustione del fluido, si distinguono due categorie ^[1]:

- motori ad accensione comandata, caratterizzati dall'utilizzo del ciclo Otto;
- motori ad accensione spontanea, che utilizzano il ciclo Diesel.

Un ulteriore distinzione può essere fatta riferendosi al metodo di ricambio d'aria una volta conclusa la fase di combustione. Infatti, l'espulsione dei gas esausti e la loro sostituzione con aria 'fresca' rappresenta un'operazione fondamentale del processo. In questo caso si possono distinguere sempre due categorie:

- motori a quattro tempi, in cui il ciclo di lavoro è composto da quattro corse, ossia due giri dell'albero motore. Due di queste sono riservate alla fase di combustione, le due restanti all'espulsione dei gas combusti e all'aspirazione dell'aria 'fresca'. Questa modalità permette di realizzare un ottimo ricambio del fluido e pulizia della camera;
- motori a due tempi, dal ciclo composto solo da due corse e ricambio d'aria che avviene immediatamente alla fine della fase di combustione.

Per lo scopo di questa tesi saranno messe in risalto unicamente le differenze tra i motori in base alla prima distinzione, riferendosi implicitamente durante la trattazione al caso di motore a quattro tempi.

1.3.1 Motori a ciclo Otto

Con il termine 'ciclo Otto' si indica un ciclo ad accensione comandata. I motori che sfruttano questo ciclo termodinamico devono utilizzare un combustibile sufficientemente volatile, tale da permettere la pre-miscelazione con l'aria prima dell'ingresso del fluido nella camera di combustione. In questo modo il carburante è omogeneamente distribuito su tutto il volume della camera.

Il ciclo ideale si può descrivere in una serie di sei trasformazioni successive (fig. 1.6 e 1.7):

 aspirazione isobara (0 → 1) della miscela di aria e combustibile all'interno del cilindro attraverso la valvola di aspirazione. La depressione realizzata dal passaggio del pistone dal punto morto superiore (PMS) al punto morto inferiore (PMI) permette l'aspirazione della miscela. Una volta raggiunto il PMI la valvola di aspirazione si chiude;

- 2. compressione adiabatica $(1 \rightarrow 2)$ con spostamento del cilindro dal PMI al PMS. In questa fase viene assorbito lavoro dal sistema;
- combustione isocora (2 → 3) innescata dalla scintilla generata dalla candela, con conseguente rilascio di energia sotto forma di calore. Le pressioni e le temperature raggiunte nel punto 3 sono rispettivamente 35 ÷ 40 bar e circa 2300 °C;
- espansione adiabatica (3 → 4) con spostamento del cilindro dal PMS al PMI e rilascio di lavoro, con apertura automatica della valvola di scarico una volta raggiunto il PMI;
- 5. scarico spontanea dei prodotti di combustione a volume costante $(4 \rightarrow 1)$;
- 6. scarico forzato $(1 \rightarrow 0)$ a pressione costante per il lavaggio della camera di combustione.



Figura 1.6 – Ciclo Otto ideale sul piano volume-pressione.



Figura 1.7 – Rappresentazione schematica del ciclo Otto.

1.3.2 Motori a ciclo Diesel

Nel motore a ciclo Diesel, diversamente da quello illustrato in precedenza, la miscelazione di aria con il combustibile avviene direttamente all'interno della camera di combustione. Il diesel viene iniettato sotto forma di spray liquido fine nel momento in cui il cilindro raggiunge la posizione di PMS. Il combustibile, vaporizzandosi, si mescola con l'aria e, trovandosi in condizioni di pressione e temperatura superiori a quelle di auto ignizione, la miscela brucia spontaneamente.

Le fasi costituenti il ciclo sono sei:

- 1. aspirazione isobara $(0 \rightarrow 1)$ di sola aria con passaggio del cilindro dal PMS al PMI;
- 2. compressione adiabatica $(1 \rightarrow 2)$;
- 3. combustione isobara spontanea $(2 \rightarrow 3)$: il combustibile viene iniettato all'interno della camera nel punto 2, generando in questo modo il fenomeno di auto ignizione. Le pressioni raggiunte in queste condizioni sono $60 \div 80$ bar, mentre le temperature superano i 2000 °C;
- 4. espansione adiabatica $(3 \rightarrow 4)$ con spostamento del pistone dal PMS al PMI e rilascio di lavoro verso il cilindro;
- 5. scarico spontaneo dei prodotti della combustione a volume costante $(4 \rightarrow 1)$;
- 6. scarico forzato $(1 \rightarrow 0)$ a pressione costante per il lavaggio della camera.



Ciclo Diesel 4 tempi

Figura 1.8 - Ciclo Diesel ideale sul piano volume-pressione.

1.3.3 Differenze tra motore a ciclo Diesel e Otto

La prima differenza da evidenziare tra i due motori è il peso in rapporto alla potenza sviluppata. Il motore a ciclo Diesel risulta prevalere, in quanto per garantire le condizioni di pressione e temperatura necessarie all'autocombustione il rapporto di compressione volumetrico

$$\rho = V_1/V_2$$

che rappresenta il rapporto tra il volume della camera al PMI V_1 e quello del PMS V_2 , deve essere maggiore rispetto a quello usato nei cicli Otto. Ne segue un dimensionamento degli organi meccanici maggiore e dunque un aumento del peso. Contemporaneamente questa caratteristica è un vantaggio, in quanto a maggiori rapporti di compressione corrispondono rendimenti globali migliori. Per questi motivi spesso i motori a diesel vengono utilizzati in applicazioni in cui è richiesta molta energia e non ci sono problemi di spazio, come gli autocarri o i mezzi di trasporto pesante in generale.

Per quanto riguarda la formazione degli inquinanti il motore diesel è fortemente influenzato dal meccanismo di iniezione del combustibile nella camera di combustione. Infatti, la distribuzione del carburante variabile nel tempo rende disomogeneo il fluido interno al cilindro. Riferendosi alla rappresentazione schematica in figura 1.9 si possono distinguere quattro zone dipendenti dalla concentrazione di combustibile:

- A- questa regione è povera di combustibile e non raggiunge le condizioni di autocombustione, generando prodotti di ossidazione parziale come idrocarburi incombusti;
- B- questa zona deve essere la più vasta possibile, poiché rappresenta l'area di completa combustione dei reagenti;
- C- qui la concentrazione di combustibile è più elevata rispetto alle precedenti regioni. Questo permette il raggiungimento di temperature maggiori, favorendo la produzione di NO_x ;
- D- questa è la zona più ricca di combustibile. Qui si concentra la maggior parte dei prodotti di ossidazione incompleta e particolato.



Figura 1.9 – Schema del meccanismo di formazione degli inquinanti durante il getto di combustibile.

(Fonte: Motori a combustione interna – G. Ferrari)

1.4 Sistema di Riduzione Selettiva Catalitica

Il problema delle limitazioni delle emissioni inquinanti è stato affrontato in diversi modi e con diversi approcci. Gli interventi effettuati hanno riguardato prevalentemente:

- il combustibile: la sua purezza e qualità determina la produzione di gas di scarico meno inquinanti;
- l'alimentazione: studiando le corrette quantità di aria e combustibile da miscelare in funzione della potenza richiesta si può garantire un funzionamento efficace e meno inquinante del motore;
- il processo di combustione: rendere il ciclo più veloce ed allo stesso tempo completo permette di utilizzare miscele magre, ossia a bassa quantità di combustibile rispetto all'aria;
- i gas di scarico: essi possono essere depurati dalle sostanze inquinanti sfruttando processi termici e catalitici.

I primi tre casi mostrano come è possibile intervenire a monte, mentre nell'ultimo l'intervento è concentrato a valle del processo di combustione. I sistemi di post-trattamento dei gas di scarico utilizzati nei veicoli attuali rientranti nella normativa EURO 6 sono principalmente tre:

- il filtro antiparticolato (DPF), filtro in materiale ceramico capace di rimuovere fino al 99 % delle particelle con diametro dell'ordine dei nanometri;
- il catalizzatore ad ossidazione (DOC), che favorisce la conversione degli idrocarburi incombusti (C_nH_m), del monossido di carbonio e degli ossidi di azoto in anidride carbonica, acqua e azoto biatomico;
- il sistema di Riduzione Selettiva Catalitica (SCR), che riduce ulteriormente le emissioni di NO_x negli scarichi dei motori diesel.

In questo elaborato verrà approfondito unicamente il terzo sistema.

La riduzione selettiva catalitica è un processo chimico utilizzato nel trattamento dei gas di scarico per ridurre gli ossidi di azoto immessi nell'ambiente e costituisce il principio base del sistema SCR. La riduzione delle molecole di NO_x avviene sfruttando un mezzo catalizzatore e una soluzione reagente. Il catalizzatore è realizzato con ossidi metallici quali l'ossido di vanadio, l'ossido di tungsteno, la zeolite di rame o la zeolite di acciaio. La soluzione reagente è l'AdBlue (nome commerciale per indicare l'AUS32, *Aqueous Urea Solution 32.5%*), soluzione acquosa con urea al 32.5 % in peso di urea ($CO(NH_2)_2$) come soluto ^[8].

Nello schema in figura 1.10 è possibile notare che l'SCR è posto a valle del sistema di posttrattamento dei gas di scarico dopo il catalizzatore ad ossidazione e il filtro antiparticolato.



Figura 1.10 – Schema del sistema di post-trattamento dei fumi di scarico.

(Fonte: Urea-SCR Technology for deNOx After Treatment of Diesel Exhausts - Nova Isabella. Tronconi Enrico)

Uno dei componenti fondamentali dell'SCR è il sistema di dosaggio di AdBlue, che avviene per mezzo di un iniettore posto a monte del catalizzatore. L'importanza di questo ruolo è data dal fatto che le reazioni coinvolte nel processo catalitico devono avvenire nel modo più simile a quello stechiometrico per evitare malfunzionamenti del sistema. Il processo chimico che si verifica all'interno del catalizzatore è costituito dalle seguenti fasi:

 l'urea contenuta nell'AdBlue e iniettata nel catalizzatore, a contatto con i gas di scarico, subisce un processo di termolisi dovuto alle elevate temperature, comprese tra i 200 °C e i 500 °C, dissociandosi in ammoniaca e acido isocianico;

$$(NH_3)_2 CO \rightarrow NH_3 + HNCO \tag{1.2}$$

2. segue l'idrolisi dell'acido isocianico in ammoniaca e anidride carbonica;

$$HNCO + H_2O \to NH_3 + CO_2 \tag{1.3}$$

3. l'ammoniaca ottenuta reagisce con gli ossidi di azoto, producendo azoto biatomico e acqua;

$$4NO + 4NH_3 + O_2 \to 4N_2 + 6H_2O \tag{1.4}$$

In certi casi si può presentare un'incompleta decomposizione dell'urea, comportando come residuo una miscela di NH_3 , HNCO e urea all'interno del catalizzatore ^[9]. L'acido isocianico rimasto reagisce così con l'urea, portando alla formazione del biureto secondo la reazione 1.5.

$$(NH_2)_2CO + HNCO \rightarrow C_2H_5N_3O_2 \tag{1.5}$$

Questo processo permette di ottenere prodotti inerti come azoto biatomico e acqua da reagenti altamente inquinanti e nocivi per la salute umana. Il sistema, nel caso in cui avvengano esattamente le reazioni sopra descritte, garantisce l'abbattimento degli NO_x fino al 95 % ^[10].

Affinché le reazioni da 1.2 a 1.4 avvengano nel modo più stechiometrico possibile, è necessario gestire accuratamente la dosatura dei reagenti. Poiché la quantità degli ossidi di azoto nei gas di scarico dipende dalle condizioni di funzionamento del motore, l'unico fattore gestibile è la portata dell'iniettore di AdBlue. Nel caso di un dosaggio errato si possono verificare emissioni nell'ambiente di

- ammoniaca, la cui quantità in atmosfera non deve eccedere le 5 *ppm* ^[11]. Si verifica questa condizione nel caso di eccesso di urea;
- ossidi di azoto, se l'urea non è sufficiente, vanificando in questo modo il lavoro del catalizzatore.

Per analizzare in dettaglio il funzionamento del sistema e le sue componenti viene riportato uno schema dettagliato del sistema di post-trattamento dei gas di scarico SCRT (*Selective Catalityc Reduction Technology*) realizzato dall'IVECO (fig. 1.11)^[12].



Figura 1.11 – Schema funzionale dell'SCRT dell'IVECO.

(Fonte: Manuale Impianto AdBlue IVECO Stralis E6 S44T)

Nello schema i tratti di linea hanno i seguenti significati:

- A. linea di alimentazione modulo pompa AdBlue;
- B. linea di ritorno AdBlue al serbatoio;
- C. linea di riscaldamento serbatoio;
- D. linea di mandata AdBlue al modulo di dosaggio.

Come si può apprezzare dallo schema i gas di scarico attraversano, prima di essere immessi nell'ambiente, il catalizzatore ossidante DOC (6), il filtro antiparticolato DPF (5) e il catalizzatore SCR (2). L'AdBlue è contenuto in un apposito serbatoio (8) con annesso indicatore di livello (7) e viene aspirato da un modulo pompa (10) e iniettato all'interno del

catalizzatore attraverso il modulo di dosaggio e iniezione (12). Lungo tutta la linea sono presenti dei sensori specifici che permettono il monitoraggio del processo:

- tre sensori di temperatura dei gas di scarico (1) posti rispettivamente a monte del sistema DOC, dopo il filtro DPF e sulla tubazione d'uscita;
- un sensore differenziale di pressione (11) per rilevare la differenza di pressione dei gas tra l'ingresso e l'uscita del DPF, fornendo un indice dell'intasamento del filtro;
- due sensori di rivelamento delle quantità di ossidi di azoto (3) a monte e a valle del sistema;
- un sensore per la rivelazione della presenza di NH_3 (4) all'uscita dei gas di scarico.

La quantità di AdBlue da iniettare è controllata dal modulo di dosaggio, che riceve informazioni riguardo il numero di giri del motore, la coppia erogata, la temperatura dei gas di scarico, la quantità di ossidi di azoto e di ammoniaca presente nei gas di scarico. Una volta elaborati questi dati stabilisce la quantità corretta di liquido da immettere nel sistema SCR per garantire la corretta reazione di catalizzazione.

Ricopre rilevante importanza anche il sistema di riscaldamento dell'AdBlue di cui viene riportato uno schema in figura 1.12.



Figura 1.12 – Schema del circuito di riscaldamento dell'AdBlue.

(Fonte: Manuale Impianto AdBlue IVECO T Stralis E6 S44T)

Le linee indicano:

- A. il liquido di raffreddamento del motore;
- B. l'AdBlue a bassa pressione;
- C. l'AdBlue ad alta pressione.

Questo sistema interviene durante il funzionamento dell'SCR per evitare il congelamento dell'AUS32, condizione che si presenta ad una temperatura di -11.5 °*C*. Una valvola deviatrice (2) garantisce il passaggio di una parte del liquido di raffreddamento proveniente dal motore (1). Una volta attraversato il motore il liquido refrigerante può scambiare il calore accumulato con il fluido all'interno del serbatoio (3) attraverso la serpentina. Il moto del fluido refrigerante è consentito dal modulo di pompaggio (4). All'avvio del motore il sistema garantisce il riscaldamento sia delle tubazioni che del serbatoio, permettendo l'attivazione del sistema SCR quando l'AdBlue avrà assunto forma liquida.

Il sistema così descritto è efficace nelle condizioni in cui il serbatoio di AdBlue contenga effettivamente una soluzione di acqua ed urea al 32.5 % in peso. Infatti, poiché il consumo di questa soluzione incrementa i costi operativi dei veicoli si è diffusa la pratica di manomettere il sistema sia diluendo l'AdBlue con acqua naturale o demineralizzata sia sostituendo il fluido con un altro, allo scopo di minimizzare le spese. Questa pratica comporta una riduzione dell'efficienza del sistema, nonché la possibilità di avvelenare il catalizzatore, rendendolo inutilizzabile e incorrendo in costi di riparazione maggiori.

1.5 Urea Quality Sensor

Per i motivi sopra descritti è nata l'esigenza da parte dei costruttori sia di autovetture che di veicoli pesanti di dotare il sistema SCR di un sensore di qualità dell'urea definito UQS (da *Urea Quality Sensor*). Il sensore in questione dovrebbe essere in grado di rilevare la presenza o meno di AdBlue all'interno del serbatoio, fornendo un segnale di errore nel caso sia presente un fluido diverso. Inoltre, dopo aver verificato la presenza di una soluzione di acqua ed urea dovrebbe fornire informazioni in merito alla concentrazione, in modo da poter gestire questa evenienza mediante la centralina di controllo del flusso.

Stando alle specifiche richieste nel capitolato redatto dalla *FPT Industrial* ^[13] l'errore massimo richiesto in un range di concentrazione compreso tra il 22.5 % e il 42.5 % è pari a \pm 2 %, in condizioni di temperatura tra i $-11 \,^{\circ}C$ e i 60 °C. In aggiunta il sensore dovrebbe segnalare errore nel caso la soluzione non sia AdBlue. Altro requisito fondamentale è la capacità di identificare la presenza o meno di liquido refrigerante all'interno della soluzione, con lo scopo di riconoscere una possibile rottura dei tubi di riscaldamento del serbatoio.

Al fine di soddisfare queste caratteristiche sono stati analizzati diversi percorsi da seguire, studiando i possibili metodi di rilevazione della concentrazione, già esistenti e no. Nel capitolo successivo verranno valutati i vantaggi e gli svantaggi di tali metodi, illustrando la strada scelta.

Capitolo 2

AdBlue e metodi di misurazione della concentrazione

2.1 AdBlue

L'AdBlue è una soluzione liquida omogenea, inodore, incolore e atossica. L'acqua è il solvente, mentre l'urea costituisce il soluto. Secondo la normativa ISO 22241 l'AUS 32, nome tecnico dell'AdBlue, è composta da urea tecnica (CH_4N_2O) per il 32.5 % in peso e da acqua pura, prodotta per singola distillazione, per il restante 67.5 % ^[14]. All'interno possono essere disperse tracce di ioni metallici (come $Na, K, Mg, Ca \in Al$) e biureto, in quantità massime stabilite dalla norma. La presenza di queste impurità è dovuta ai processi produttivi. La massima purezza ottenibile deve essere garantita per evitare la formazione di sali dalle impurità, i quali possono ostruire i pori del catalizzatore dell'SCR, diminuendone l'efficienza.

La concentrazione della soluzione è stata predisposta nell'intorno del 32.5 % poiché in queste proporzioni il liquido risulta eutettico (fig. 2.1). A questa specifica concentrazione le due sostanze che compongono l'AdBlue iniziano a solidificare alla stessa temperatura $(-11.5 \,^{\circ}C)$ contemporaneamente. Nel caso di concentrazione minore l'acqua inizierebbe a solidificarsi prima, facendo aumentare la concentrazione della parte di soluzione che rimane liquida. Nel caso opposto invece, l'urea solidifica per prima e la restante parte tenderebbe a diminuire di concentrazione. Questa specifica caratteristica dell'AUS32 deve essere rispettata per motivi di natura applicativa. Infatti, nel caso di congelamento del liquido all'interno del serbatoio, per motivi di fermo del veicolo, una volta entrato in funzione il sistema di scongelamento, è necessario che sia disponibile all'utilizzo la prima parte di fluido che fonde. Se la soluzione avesse composizione differente bisognerebbe attendere la completa fusione per ottenere una soluzione dalle caratteristiche adeguate all'utilizzo.



Figura 2.1 – Diagramma di stato soluzione acqua-urea.

Le caratteristiche fisiche dell'AdBlue sono riassunte nella tabella 2.1^[14].

Tabella 2.1 -Caratteristiche fisiche dell'AdBlue.

Densità a 20 °C	$1.0870 \div 1.0920$	g/cm ³
Indice di rifrazione a 20 °C	$1.3817 \div 1.3840$	[/]
Entalpia di fusione	+280	J/g
Intervallo di fusione (2 K/min)	$-20 \div -6$	°C
Capacità termica specifica ($C_p(T)$) a 25.04 °C	3.51	$J/(g \cdot K)$
Tensione di vapore sopra il liquido a 20.08 °C	23.0	hPa
Conduttività termica a 25 °C	~0.570	$W/(m \cdot K)$
Viscosità a 25 °C	~1.4	$mPa \cdot s$
Tensione superficiale a 20 °C	65	mN/m
pH	~9.0	[/]

Industrialmente esistono due modi per produrre l'AUS 32. Il primo metodo consiste nella produzione per dissoluzione di urea in acqua demineralizzata ed è quello che fornisce il prodotto con la qualità minore. Con il secondo l'AdBlue è ottenuta per sintesi diretta dai processi di produzione dell'ammoniaca, metodo che garantisce la purezza maggiore. La differenza principale tra questi due tipi di processi consiste nel fatto che nel primo metodo l'urea utilizzata è allo stato solido e può contenere tracce di additivi utilizzati per favorirne la solidificazione, mentre nel secondo l'urea è ottenuta direttamente liquida senza aggiunta di altre sostanze.

Allo scopo di preservare la purezza dell'AdBlue, la normativa prevede una sezione relativa alla movimentazione, trasporto e conservazione del prodotto, prevedendo opportuni materiali compatibili in quanto la possibile formazione di ammoniaca può essere corrosiva per le leghe di rame ed alcune leghe di acciaio. Nella tabella 2.2 sono indicati i possibili materiali utilizzabili [14].

Acciai austenitici altamente legati Cr-Ni e Cr-Ni-Mo o acciai inossidabili 304, 304L, 316		
e316L.		
Titanio		
Leghe di Ni-Mo-Cr-Mn-Cu-Si-Fe		
Polietilene (PE), privo di additivi		
Polipropilene (PP), privo di additivi		
Poliisobutilene (PIB), privo di additivi		
Perfluoroalcossil alcano (PFA), privo di additivi		
Polifluoroetilene (PFE), privo di additivi		
Polivinilidenfluoruro (PVDF), privo di additivi		
Politetrafluoroetilene (PTFE), privo di additivi		
Copolimeri di vinilidenfluoruro (VDF) ed esafluoropropilene (HFP), privi di additivi		

Tabella 2.2 – Materiali compatibili con l'AUS 32 secondo la normativa ISO 22241.

2.2 Definizione di concentrazione e metodi di misura

Con il termine concentrazione si indica la quantità di un componente all'interno della soluzione rispetto all'altro. Questa grandezza è definita intensiva perché non dipende dalla massa o dal volume considerato.

Esistono diversi modi per esprimere la concentrazione di una soluzione:

• molarità: la quantità di soluto è indicata come il numero di moli disciolte in un volume di soluzione pari ad un litro;

$$M = \frac{numero \ di \ moli \ di \ soluto}{volume \ in \ litri \ di \ soluzione} \ (mol/l)$$

• molalità: la quantità di moli di soluto disciolti in un kilogrammo di solvente;

$$m = \frac{numero \ di \ moli \ di \ soluto}{massa \ in \ kg \ di \ solvente} \ (mol/kg)$$

• percentuale in peso;

$$P_p = \frac{m_{soluto}}{M_{soluzione}} \; (\frac{kg_{soluto}}{kg_{soluzione}})$$

• percentuale in volume;

$$P_V = \frac{V_{soluto}}{V_{soluzione}} \; (\frac{l_{soluto}}{l_{soluzione}})$$

Il problema della misurazione di concentrazione di soluto in una soluzione può essere risolto eseguendo un'attenta analisi delle caratteristiche fisiche del liquido. Infatti, al variare della quantità di soluto possono verificarsi dei cambiamenti delle proprietà fisiche del fluido associabili alla variazione di concentrazione. Tra queste possono essere elencate:

- la temperatura di solidificazione: parametro strettamente legato al diagramma di fase visto precedentemente in figura 2.1;
- il calore specifico: ossia la quantità di calore necessaria per innalzare la temperatura di un kelvin di una specifica quantità di sostanza;
- la velocità del suono: velocità di propagazione del suono nel mezzo;
- l'indice di rifrazione: rapporto tra la velocità della luce nel vuoto e quella nel mezzo attraversato.

2.3 Temperatura di solidificazione

La differenza tra la temperatura di congelamento di un solvente puro e di una sua soluzione è definita abbassamento crioscopico. Questo parametro è direttamente proporzionale alla molalità (*m*) della soluzione, a meno di una costante moltiplicativa K_{cr} , detta costante crioscopica, secondo la relazione 2.1 ^[15].

$$\Delta T_c = K_{cr} \cdot m \tag{2.1}$$

Dove

$$\Delta T_c = T_{c,solvente} - T_{c,soluzione}$$

Con

T_{c,solvente} temperatura di solidificazione del solvente

T_{c,soluzione} temperatura di solidificazione della soluzione

È importante evidenziare come l'abbassamento crioscopico essendo una funzione lineare della concentrazione molale dipende unicamente dalla natura del soluto.

Basandosi su questi presupposti è stata realizzata un'analisi sperimentale per verificare la relazione 2.1. nelle soluzioni di AdBlue.

La strumentazione utilizzata per effettuare le prove sperimentali è stata:

- congelatore da laboratorio con temperatura impostata a $-30 \,^{\circ}C$;
- becher di laboratorio da 5 cm^3 riempito con 4 cm^3 di soluzione;
- una termocoppia collegata ad un sistema di acquisizione dati.

In funzione della diversa concentrazione di soluzione sono stati ottenuti i dati riportati in figura 2.2. È possibile notare come in fase di raffreddamento la temperatura scenda al di sotto di quella di transizione da stato liquido a quello solido. Questo fenomeno, definito sopraffusione, si osserva specialmente nei liquidi puri o perfettamente in quiete, ossia in assenza di vibrazioni.



Confronto urea a diverse concentrazioni

Figura 2.2 – Variazione di temperatura di solidificazione per diverse soluzioni di acqua ed urea.

Assumendo come $T_{c,soluzione}$ la temperatura costante a cui tendono le curve è possibile ricavare una relazione lineare che lega l'abbassamento crioscopico alla concentrazione di urea nella soluzione (fig. 2.3), esprimendo il fenomeno con la 2.2

$$\Delta T_c = -38.4447 \cdot C - 0.2891; R^2 = 0.992 \tag{2.2}$$

Dove con C si indica la concentrazione di urea peso su peso espressa in percentuale e con R^2 il coefficiente di determinazione, indice statistico che verrà approfondito dettagliatamente in seguito.



Figura 2.3 – Andamento dell'abbassamento crioscopico ΔT_c in funzione della concentrazione di urea in soluzione.

I risultati dimostrano come sia possibile identificare nel parametro ΔT_c un ottimo candidato per ricavare la concentrazione del fluido, ma i lunghi tempi di risposta, spesso superiore ai minuti e la necessità di mancanza di vibrazioni (inevitabili nel settore *automotive* per il quale è rivolto il sensore) hanno determinato la scelta di utilizzare altri metodi.

2.4 Calore specifico

La relazione tra il calore specifico e la variazione della concentrazione nella soluzione è già sfruttata dalla *SUN-A Corporation* come principio base del loro sensore di qualità dell'urea.

Trasmettendo calore in una porzione localizzata del serbatoio di AdBlue è possibile misurarne la variazione di temperatura attraverso delle apposite sonde termiche poste nelle vicinanze. In funzione del gradiente termico il loro sistema (fig. 2.4) è in grado di identificare il calore specifico ed associarlo alla concentrazione della soluzione.



Figura 2.4 – UQS realizzato dalla SUN-A Corporation.

2.5 Velocità del suono

La misura della velocità del suono riguarda il rilevamento del tempo di percorrenza di un'onda sonora all'interno di un fluido. Per valutare questa caratteristica sono necessari un trasmettitore e un ricevitore posti ad opportune distanze (fig. 2.5) con i quali è possibile valutare la velocità sonica v conoscendo la distanza fissa s e misurando il tempo di percorrenza t utilizzando la relazione 2.3 ^[16].

$$v = \frac{s}{t} \tag{2.3}$$



Figura 2.5 – Schema funzionamento per la misurazione della velocità sonica.

Le relazioni che si ottengono in questi casi non sono spesso lineari come è possibile notare dagli andamenti per diverse soluzioni in figura 2.6. I dati si riferiscono ad una temperatura pari a 20 °C, situazione in cui la velocità sonica dell'acqua pura è pari a 1483 m/s.



Figura 2.6 – Relazioni tra la velocità sonica e la concentrazione di alcune soluzioni binarie. (Fonte: SensoTech – Measuring concentration of liquids)

⁽Fonte: SensoTech – Measuring concentration of liquids)

2.6 Indice di rifrazione

L'indice di rifrazione è una proprietà ottica dei fluidi misurabile per mezzo di uno strumento ottico detto rifrattometro. Assumendo c la massima velocità raggiungibile da una radiazione nel vuoto e v la velocità stessa in un determinato mezzo, l'indice di rifrazione n di quest'ultimo si esprime come

$$n = \frac{c}{v} \tag{2.4}$$

Nella tabella 2.3 sono riportati gli indici di rifrazione di alcuni materiali esposti ad una radiazione di lunghezza d'onda $\lambda = 589.3 nm$, radiazione interna al range del visibile.

Materiale	n
Aria in condizioni normali	1.0002926
Acqua a 20 °C	1.333
Sale	1.516
Vetro	Da 1.5 a 1.9
Diamante	2.419

Tabella 2.3 – Indice di rifrazione relativo a materiali diversi.

In assenza di elevate fluttuazioni di pressione l'indice di rifrazione di una soluzione si può esprimere come funzione della concentrazione *C*, della temperatura *T* e della lunghezza d'onda λ della radiazione incidente ^[17].

$$n = n(C, T, \lambda) \tag{2.5}$$

Dall'equazione 2.5 la variazione dell'indice di rifrazione Δn si ricava applicando il metodo delle derivate parziali nel seguente modo

$$\Delta n = \frac{\partial n}{\partial C} \Delta C + \frac{\partial n}{\partial T} \Delta T + \frac{\partial n}{\partial \lambda} \Delta \lambda$$
(2.6)

Ipotizzando di utilizzare una sorgente di luce monocromatica stabile si può assumere $\Delta \lambda \approx 0$. A questo punto si può ricavare in modo semplice l'andamento della variazione di concentrazione

$$\Delta C \simeq \left(\Delta n - \frac{\partial n}{\partial T} \Delta T\right) \cdot \left(\frac{\partial n}{\partial C}\right)^{-1}$$
(2.7)

Dalla 2.7 è possibile distinguere le soluzioni in funzione del valore di $\partial n/\partial C$. Infatti, nel caso in cui $\Delta T = 0$, si possono presentare due possibili casi:

- 1- $\partial n/\partial C \neq costante$: l'indice di rifrazione non ha una relazione lineare con la concentrazione;
- 2- $\partial n/\partial C = costante$: l'indice di rifrazione è funzione lineare della concentrazione.

2.7 Indice di rifrazione in funzione della concentrazione

Allo scopo di dimostrare quanto esposto finora in forma puramente analitica sono stati eseguiti dei test sperimentali ricavando l'indice di rifrazione di diverse soluzioni a base di acqua distillata. Il setup sperimentale utilizzato disponeva di

- bilancia elettronica da laboratorio con precisione del centesimo di grammo;
- becher da laboratorio da 50 *cl*;
- rifrattometro di Abbe (fig. 2.7).



Figura 2.7 – Rifrattometro di Abbe.

Il rifrattometro è stato utilizzato per avere una misura diretta dell'indice di rifrazione delle varie soluzioni preparate. Esso viene definito anche rifrattometro a prismi, realizzati con due vetri Flint disposti in modo tale da poter introdurre in mezzo il fluido che si vuole analizzare. Utilizzando una fonte di luce diffusa posta di fronte allo strumento è possibile leggere in modo analogico l'indice di rifrazione con una precisione fino alla 3^a cifra decimale (per le caratteristiche tecniche fare riferimento alla tabella 2.4). Questo strumento è molto vantaggioso in questo tipo di analisi per la poca quantità di liquido necessaria per effettuare una misurazione.

Parametro	Specifica
Range di misura	$1.3000 \div 1.7000$
Risoluzione	0.0001
Precisione	±0.0003

Tabella 2.4 – Specifiche tecniche del rifrattometro di Abbe.

Le prove sono state effettuate su quattro diverse soluzioni acquose utilizzando come soluto propanolo, saccarosio, acido acetico e metanolo. I risultati ottenuti a temperatura ambiente ($t \approx 25 \ ^{\circ}C$) sono riportati in figura 2.8.



Indice di rifrazione per diverse soluzioni

Figura 2.8 – Variazione dell'indice di rifrazione al variare della concentrazione per quattro diverse soluzioni.

Si noti come gli andamenti per queste soluzioni siano molto differenti tra di loro. Infatti, nelle soluzioni di propanolo e saccarosio si ottengono delle curve monotone crescenti, rendendo possibile trovare delle relazioni biunivoche. Nelle altre due soluzioni si ottengono dei risultati non monotoni, mostrando l'esistenza di un valore massimo di indice di rifrazione per una determinata concentrazione, oltre il quale si ha un andamento decrescente. In tutti i casi esposti finora il valore $\partial n/\partial C$ non è costante e non si può dunque ricavare una relazione lineare.

Per quanto riguarda l'analisi empirica condotta sulle soluzioni di acqua distillata ed urea, sono state realizzate 80 diverse soluzioni con concentrazione compresa tra 0 % (acqua distillata pura) e 40 %. La temperatura dell'ambiente e delle soluzioni preparate è stata considerata costante e pari a quella ambiente ($t \approx 25 \,^{\circ}C$). I risultati ottenuti sono visibili in figura 2.9.



Figura 2.9 – Andamento dell'indice di rifrazione in funzione della concentrazione per una soluzione di acqua distillata ed urea.

Da un'attenta analisi delle prove si evince l'andamento lineare crescente a cui può essere associato un modello di regressione lineare del tipo

$$y = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_1 \tag{2.8}$$

dove $\beta_0 \in \beta_1$ sono i parametri di regressione, y rappresenta gli indici di rifrazione e x_1 la concentrazione della soluzione ^[18].

Eseguendo l'algoritmo di regressione lineare utilizzando le apposite funzioni di MATLAB è stata ricavata la relazione dell'equazione 2.9.

$$n = 1.332477 + 0.0015231 \cdot x_1 \tag{2.9}$$

Dove

$$\beta_0 = 1.332477$$

 $\beta_1 = 0.0015231$

Ricordando l'equazione 2.6 e considerando $\Delta \lambda$ e ΔT nulli si può scrivere

$$n_x - n_0 = \frac{\partial n}{\partial C} \cdot (C_x - C_0) \tag{2.10}$$

In questa relazione si può associare il valore di β_0 ad n_0 , ossia l'indice di rifrazione dell'acqua distillata pura quando $C_x = C_0 = 0$ %.

Per validare il modello ricavato è stato utilizzato il coefficiente di determinazione R^2 , operatore statistico che rappresenta la percentuale di variabilità dei dati sperimentali rispetto al modello ricavato. Genericamente viene espresso come

$$R^{2} = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} (y_{i} - \hat{y}_{i})^{2}}{\sum_{i=1}^{n} (y_{i} - \bar{y})^{2}}$$

Dove

 y_i dati osservati

 \bar{y} media dei dati osservati

 \hat{y}_i dati stimati dal modello

Questo parametro può variare tra $-\infty$, quando il modello non rappresenta in alcun modo i dati, e 1, quando il modello approssima in maniera fedele i risultati campione.

In questo caso è stato ottenuto un coefficiente di determinazione pari a $R^2 = 0.98301$, prova dell'ottima approssimazione del modello usato.

2.8 Legge di Snell

La relazione lineare ricavata tra n e la concentrazione di urea nella soluzione ha permesso di identificare nell'indice di rifrazione un parametro efficace e semplice da utilizzare per la realizzazione dell'UQS.

Giunti a questo punto è necessario trovare un metodo per la rilevazione di n. Un metodo valido si basa sulla legge di riflessione e rifrazione ottica di Snell. Essa afferma che un raggio luminoso di lunghezza d'onda generica λ incidente con un angolo θ_1 su una superficie di interfaccia che separa due mezzi aventi rispettivamente n_1 ed n_2 come indici di rifrazione prosegue nel secondo mezzo con un angolo θ_2 secondo la relazione 2.11^[15].

$$\frac{\sin \theta_2}{\sin \theta_1} = \frac{n_1}{n_2} \tag{2.11}$$

Ipotizzando una fonte di emissione con un angolo di apertura 15°, ossia con un angolo di incidenza massimo $\theta_{1,max}$ pari a 7.5°, e due mezzi costituiti da aria ($n_1 \approx 1$) e diverse soluzioni di urea ($n_2 = 1.33 \div 1.39$) si può ricavare in modo analitico l'ampiezza dell'angolo di rifrazione θ_2 al variare della concentrazione di urea (fig. 2.10 e 2.11).



Figura 2.10 – Rappresentazione dell'angolo di rifrazione all'interfaccia tra l'aria e soluzioni a concentrazioni diverse di acqua e urea.



Figura 2.11 – Variazione analitica dell'angolo di rifrazione θ_2 *in funzione della concentrazione di urea.*

Utilizzando la legge di Snell e conoscendo la posizione della sorgente luminosa si ottengono per il raggio di luce percorsi ottici differenti in funzione della concentrazione della soluzione.

Con l'obiettivo di sfruttare queste caratteristiche fisiche è stato deciso di utilizzare una particolare tipologia di sensori ottici capaci di misurare il tempo di percorrenza di un raggio luminoso nel tragitto tra l'emettitore e il ricevitore. Questa tecnologia prende il nome di sensori TOF (dall'inglese *Time of Flight*, appunto 'Tempo di Volo'). Il prossimo capitolo approfondirà questa tecnologia, analizzando funzionamento e metodo di programmazione.

Capitolo 3

Sensori TOF per la rilevazione della distanza

3.1 Sensori TOF

I sensori Time of Flight (TOF) sono dei dispositivi elettronici in grado di misurare la distanza di uno o più oggetti all'interno del loro campo visivo. Questo risultato si ottiene illuminando la scena con una luce modulata in intensità e misurando l'intervallo di tempo che intercorre tra l'emissione del raggio e il suo ritorno (fig. 3.1).



(Fonte: Datasheet – epc611)

Sono costituiti principalmente da due componenti:

- l'emettitore, fonte dell'emissione luminosa; •
- il ricevitore. •

Il primo è un LED ad alta potenza di emissione nell'infrarosso (fig. 3.2) con lunghezza d'onda pari a $\lambda = 850 nm$. Viene utilizzato questo particolare valore di lunghezza d'onda per via del picco di sensibilità del ricevitore alle radiazioni luminose. Infatti, osservando i grafici in figura 3.3 si nota come per la lunghezza d'onda specificata sia massima la sensibilità del ricevitore e l'intensità dell'onda luminosa del LED. Questa specifica caratteristica permette al sistema di minimizzare gli errori e i rumori del segnale provenienti dall'ambiente attraverso luce diffusa o radiazioni di tipo diverso.



Figura 3.2 – Emettitore infrarosso SFH4059.



Figura 3.3 – A sinistra, curva di sensitività del sensore TOF epc611 della ESPROS. A destra, curva di emissione del LED infrarosso SFH4059.

(Fonti: Datasheet-epc611, Datasheet-SFH4059)

Inoltre, viene riportato in figura 3.4 la curva fotometrica del LED, curva che mette in relazione l'intensità luminosa relativa dell'onda emessa in funzione dell'angolo di emissione. Si nota come l'emissione luminosa risulta essere focalizzata, con un unico picco a 0° che decresce rapidamente, dimezzandosi per un angolo di 10°.



Figura 3.4 – Curva fotometrica LED SFH4059.

(Fonte: Datasheet- SFH4059)

Il secondo componente principale del TOF è il sensore a pixel attivi, che ha lo scopo di ricevere il segnale luminoso dall'esterno. Esso costituisce la parte più importante del sensore e per questo motivo viene trattato con maggiore dettaglio.
3.2 Sensore a pixel attivi CMOS

Il sensore a pixel attivi (APS) costituisce il ricevitore della maggior parte dei sensori TOF. Tra i vari APS presenti sul mercato quello attualmente più utilizzato è il sensore CMOS (*Complementary Metal-Oxide Semiconductor*).

Nelle versioni più comuni l'APS CMOS presenta una serie di celle indipendenti tra loro organizzate a matrice, contenenti i seguenti componenti:

- fotorivelatore;
- transistor a effetto campo;
- tre transistor CMOS con funzione di reset, trasferimento e selezione.

Il fotorivelatore più utilizzato in questo tipo di applicazioni è il fotodiodo a giunzione positivanegativa (PN) polarizzata inversamente ^[19]. Con giunzione positiva-negativa si indica l'interfaccia di separazione di un semiconduttore tra due lati sottoposti a drogaggio differente. Questo materiale nella regione definita positiva (P) presenta un numero di lacune, generate dalla mancanza di elettroni, maggiore rispetto alla regione negativa (N), che invece risulta ricca di elettroni (fig. 3.5). La polarizzazione inversa si ottiene collegando questo sistema ad un generatore di potenziale, in modo che il terminale negativo sia collegato alla regione P mentre quello positivo alla regione N. In questo modo nella zona centrale di separazione si genera un campo elettrico proporzionale alla tensione applicata, mentre le zone P ed N risultano neutre. L'equilibrio si rompe quando si presenta l'effetto fotoelettrico.



Figura 3.5 – Schema di un fotodiodo a giunzione PN polarizzato inversamente.

L'effetto fotoelettrico è un fenomeno fisico che si presenta quando una radiazione luminosa di una data lunghezza d'onda investe la superficie di un materiale metallico o semiconduttore. Da questa superficie vengono emessi elettroni, liberi di muoversi a causa del passaggio dalla banda di valenza alla banda di conduzione ^[15].

L'energia del fotone incidente è misurata utilizzando l'equazione 3.1.

$$E = \frac{hc}{\lambda} \tag{3.1}$$

Dove

- *E* energia del fotone
- *h* costante di Planck, pari a $6.62607015 \cdot 10^{-34} J \cdot s$
- *c* velocità della luce nel vuoto
- λ lunghezza d'onda del fotone

L'elettrone ha la possibilità di passare dalla banda di valenza a quella di conduzione se e solo se l'energia del fotone incidente è maggiore del lavoro di estrazione necessario W_0 (eq. 3.2), parametro dipendente dal tipo di materiale.

$$E > W_0 \tag{3.2}$$

Il materiale con cui è realizzato il fotodiodo riveste un ruolo fondamentale, in quanto da esso dipende l'energia minima da fornire per permettere il superamento del divario energetico, determinando dunque la sensibilità del sensore. In figura 3.6 si mostra schematicamente come in base al materiale (conduttore metallico, semiconduttore, isolante) il gap energetico tra la banda di valenza e quella di conduzione aumenta, rendendo più difficile l'estrazione di elettroni.



Figura 3.6 – Lavoro di estrazione al variare del tipo di materiale.

I materiali specifici utilizzati in questa applicazione sono riassunti nella tabella 3.1.

Tabella 3.1 – Range di sensibilità de	l'effetto fotoelettrico	in funzione della	lunghezza d'o	onda per alcuni materiali.
---------------------------------------	-------------------------	-------------------	---------------	----------------------------

Materiale	Lunghezza d'onda (<i>nm</i>)				
Silicio	190-1100				
Germanio	800-1700				
Arseniuro di indio gallio	800-2600				
Solfuro di piombo	1000-3500				

Le più importanti caratteristiche da considerare in un fotodiodo sono l'efficienza quantica (QE) e la corrente di oscurità. Con QE si intende la frazione del flusso di fotoni incidente che contribuisce attivamente alla generazione di fotocorrente. È indice della sensitività del

fotodiodo e dipende dalla lunghezza d'onda del flusso incidente. La corrente di oscurità invece è la corrente generata dal fotorivelatore in assenza di illuminazione. Tale parametro dipende dai fenomeni termici e può generare disturbi del segnale in caso di scarsa illuminazione ^[20].

Il segnale ricevuto dal fotodiodo viene trasferito al transistor a effetto campo (FD), che è posizionato in prossimità dello stesso e funge da condensatore, capace di contenere la carica elettrica generata, assumendo il ruolo di memoria. Successivamente sono posizionati i collegamenti con il transistor di lettura (M_{sf}), che invia il segnale di inizio del processo di acquisizione, il transistor di selezione (M_{sel}), che gestisce il passaggio della corrente verso il sistema di acquisizione ed elaborazione dati, e quello di reset (M_{rst}), che riporta il fotodiodo alle condizioni iniziali. Lo schema funzionale è rappresentato in figura 3.7.



Figura 3.7 – Schema cella del sensore a pixel attivi CMOS.

Ciascuna cella del sensore TOF è controllata per mezzo di un segnale di demodulazione sincronizzato con il segnale del blocco di illuminazione. Ogni misurazione può essere suddivisa in tre differenti step ^[21]:

- reset: durante il tempo di reset i pixel vengono impostati ad un valore di tensione conosciuto;
- tempo di integrazione: durante questo intervallo la corrente del fotodiodo viene diretta verso il demodulatore, permettendo al segnale di essere acquisito. Il tempo di integrazione può essere regolato in funzione dell'intensità del segnale; infatti, più il segnale è debole più il tempo di integrazione deve essere lungo;
- tempo di lettura: in questo intervallo la demodulazione del segnale è terminata e i dati acquisiti su ogni singolo pixel vengono elaborati.

Il tempo di inattività tra due misure consecutive deve essere il più breve possibile per massimizzare la frequenza di cattura dell'immagine. Con le tecnologie attualmente in commercio è possibile ottenere frequenze di acquisizione superiore a 20 *MHz*.

Il tempo di integrazione descritto è associabile al concetto di tempo di esposizione utilizzato in ambito fotografico. Con questo termine si indica il tempo effettivo durante il quale l'otturatore della macchina fotografica rimane aperto, permettendo alla luce esterna di irradiare il sensore, Più l'otturatore rimane aperto e maggiore sarà la quantità di luce assorbita. Di conseguenza in caso di bassa intensità di luce è necessario aumentare il tempo di esposizione.

3.3 Metodo di misura della distanza

L'onda luminosa emessa dall'emettitore può essere interpretata analiticamente con una funzione segno del coseno, nel caso in cui questa sia emessa in modo continuativo. In figura 3.8 viene rappresentato in modo teorico il segnale registrato dall'APS CMOS. Si noti il ritardo di fase del segnale φ (funzione della distanza del target dal sensore), una componente offset di intensità luminosa *B* e la componente *A* dipendente dalla modulazione del segnale emesso, dall'assorbimento del mezzo attraversato e dalla riflettività del target.



Figura 3.8 – Andamento schematico del segnale del ricevitore.

Analiticamente la fase del segnale di ritorno può essere ricavata utilizzando il metodo della correlazione, che, secondo la teoria dei segnali, permette di misurare quanto un segnale sia in anticipo rispetto ad un altro ^[22]. Si definisce correlazione incrociata $R_{ab}(\tau)$ tra due segnali a(t) e b(t) la quantità:

$$R_{ab}(\tau) = a(t) \otimes b(t) \tag{3.3}$$

Dove

a(t) segnale ottico ricevuto

b(t) segnale emesso

In forma espansa l'equazione 3.3 si può esprimere come

$$R_{ab}(\tau) = \lim_{T \to \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} [a(t) \cdot b(t+\tau)] dt$$
(3.4)

Tale relazione sposta lungo l'asse del tempo il segnale b(t) di un fattore τ , calcolando l'integrale del prodotto per ogni possibile valore di spostamento. I due segnali coincidono per un dato τ quando la funzione restituisce il valore massimo.

Nel caso delle onde quadre, utilizzate in questa applicazione per la semplice integrazione in un circuito digitale, le funzioni a(t) e b(t) si possono interpretare come

$$a(t) = [1 + k \cdot sgn(\cos(\omega t - \varphi))]$$
(3.5)

$$b(t) = sgn(\cos(\omega t)) \tag{3.6}$$

Dove k rappresenta l'ampiezza del segnale.

Sostituendo all'equazione 3.4 la 3.5 e la 3.6 si ottiene la seguente espressione in forma esplicita

$$R_{ab}(t) = \lim_{T \to \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \{ [1 + k \cdot sgn(\cos(\omega t - \varphi))] \cdot [sgn(\cos(\omega t + \omega \tau))] \} dt \quad (3.7)$$

Il sistema utilizzato nei sensori campiona la funzione di correlazione incrociata suddividendo il periodo del segnale in quattro campioni con un passo pari a 90°, impostando come valori

 $\omega \tau_0 = 0^\circ$, $\omega \tau_{90} = 90^\circ$, $\omega \tau_{180} = 180^\circ$, $\omega \tau_{270} = 270^\circ$ In questo modo si possono ottenere quattro diversi risultati

 $Q_1 = R_{ab}(\tau_0) \qquad Q_2 = R_{ab}(\tau_{90}) \qquad Q_3 = R_{ab}(\tau_{180}) \qquad Q_4 = R_{ab}(\tau_{270})$ Con i quali è possibile ricavare la fase φ (eq. 3.8) e l'ampiezza k (eq. 3.9).

$$\varphi = \tan^{-1} \left(\frac{Q_2 - Q_4}{Q_1 - Q_3} \right) \tag{3.8}$$

$$k = \frac{\sqrt{[Q_4 - Q_2]^2 + [Q_1 - Q_3]^2}}{2}$$
(3.9)

In figura 3.9 si mostra un esempio di quanto detto prima, dove si nota il significato fisico dei valori di $Q_1, Q_2, Q_3 \in Q_4$ misurati.



Figura 3.9 – Schema campionamento del segnale in funzione dell'angolo di traslazione.

(Fonte: Time-of-flight, Melexis)

Una volta ricavato φ è possibile misurare la distanza *D* del target dal sensore, conoscendo la frequenza di modulazione f_{mod} e la velocità della luce nel mezzo *c* utilizzando la relazione 3.10.

$$D = \frac{c}{2f_{mod}} \cdot \frac{\varphi}{2\pi} \tag{3.10}$$

3.4 TOF Frame epc611 e comunicazione seriale

Per la realizzazione dei prototipi utilizzati in questo studio è stato deciso di utilizzare il sensore prodotto dalla *ESPROS Company* "TOF Frame epc611" (fig. 3.10), basato sulla tecnologia dell'omonimo sensore a pixel attivi CMOS epc611.



Figura 3.10 – Sensore TOF Frame epc611 della ESPROS Company.

Il Frame epc611 è un dispositivo fotoelettronico completamente integrato basato sulla tecnologia del TOF. Il *system-on-chip* (SOC) contiene:

• una logica di acquisizione dati;

- un sistema di modulazione LED;
- un sensore CMOS con una matrice di pixel 8x8;
- un condizionatore e un convertitore A/D per il processamento dei segnali;
- un controllore on-chip per la gestione e comunicazione dei dati acquisiti;
- un'interfaccia SPI (seriale) per il trasferimento dei dati;
- un'unità di gestione della tensione di alimentazione.

Il dispositivo dispone di un software già realizzato dall'azienda produttrice che permette direttamente la comunicazione seriale con il chip. Questo strumento permette di impostare il tempo di integrazione in un range compreso tra $1 \,\mu s$ e 1600 μs . I risultati acquisiti da ogni singolo pixel possono essere salvati in un documento in formato CSV oppure visualizzati direttamente a schermo in forma grafica (fig. 3.11).



Figura 3.11 – Schermata del software dedicato per rappresentare i dati del TOF Frame epc611.

I dati che il software mette a disposizione si riferiscono alla distanza misurata in mm (calcolata usando l'equazione 3.10) e l'ampiezza A_{TOF} (dall'eq. 3.9). Il parametro dell'ampiezza è misurato in LSB (*Last Significant Byte*). Questo dato è correlato direttamente al valore dell'irradianza, ossia il flusso della radiazione elettromagnetica, per mezzo della relazione 3.11.

$$E_{TOF} = S_{TOF} \cdot \frac{t_{INT-REF-TOF}}{t_{INT-TOF}} \cdot A_{TOF}$$
(3.11)

Dove

E_{TOF}	l'irradianza picco-picco del segnale acquisito, espresso in W/m^2
S _{TOF}	sensitività relativa del sensore (in questo caso $S_{TOF} = 0.6 \frac{nW/mm^2}{LSB}$)
t _{INT-REF-TOF}	tempo d'integrazione di riferimento, pari a 100 μs
t _{INT-TOF}	tempo d'integrazione utilizzato

Per valori di ampiezza compresi tra 100 *LSB* e 1900 *LSB* la misurazione della distanza può essere considerata valida secondo quanto definito dalla tabella 3.2 ricavata dal datasheet del prodotto.

Tabella 3.2 – Classificazione del segnale luminoso in funzione dell'ampiezza misurata.

Ampiezza A _{TOF}	Classificazione	Azioni da eseguire			
< 100 <i>LSB</i>	Illuminazione debole	Aumentare il tempo di esposizione			
$100 LSB < A_{TOF} < 1900 LSB$	Segnale buono	Nessuna azione necessaria			
< 1900 <i>LSB</i>	Sovraesposizione	Diminuire il tempo di esposizione			

Il Frame epc611 dispone di una modalità di comunicazione seriale mediante stringhe di dati esadecimali. Il protocollo di comunicazione è gestito da un dispositivo UART (*Universal Asynchronous Receiver-Trasmitter*) con logica a 3.3 V, detta LVTTL (*Low Voltage Transistor Transistor Logic*). Lo UART è un dispositivo hardware integrato nel sensore che ha il compito di convertire il flusso di dati in bit da un formato parallelo ad uno seriale asincrono e viceversa. I parametri di trasmissione sono i seguenti:

Tabella 3.3 – Parametri di comunicazione seriale del TOF Frame epc611.

Parametri	Valore	Unità	Commento
Velocità di trasmissione	921600	Bit/s	1 <i>bit</i> ogni 1.085 μs
Bit iniziale	1	Bit	Attivo in bassa tensione
Dati	8	Bit	
Bit finale	1	Bit	Attivo in alta tensione
Parità	No		

Lo UART opera in modalità master-slave, assumendo il ruolo di master per il TOF, che invece assume il ruolo di slave. Il formato delle stringhe di comando è costituito da una lunghezza fissa di 14 byte (fig. 3.12):

- il byte iniziale: valore sempre pari a 0xF5, dove con "0x" si indica l'uso del sistema esadecimale, mentre "F5" rappresenta l'informazione del byte convertita in esadecimale;
- un byte per identificare il tipo di comando (impostare tempo di esposizione, conoscere temperatura, effettuare acquisizione ecc.);
- otto byte per specificare possibili parametri richiesti da particolari comandi;
- quattro byte finali che costituiscono il Cyclic Redundancy Check (CRC).

 1 byte	1 byte			8 by	tes			4	byte	
0xF5	CMD		Para	meters	, fix leng	th		32 b	it CRC	
		LSByte					MSByte	LSByte	Μ	SByte

Figura	312 -	Struttura	stringa	di	comando
1 iSuin	2.12	Suunu	Sunga	UV V	comanao.

Il CRC è uno strumento fondamentale nel campo della trasmissione dati in formato seriale. Questo meccanismo di controllo è utilizzato per la rilevazione di possibili errori di comunicazione dovuti a rumori di fondo nella connessione. L'algoritmo con il quale viene ricavato si basa su un calcolo ricorsivo di ogni singolo bit dell'intera stringa di dati. Nel caso in cui il CRC non è corretto il dispositivo considera non valida la stringa ricevuta. Le specifiche relative al calcolo del CRC per il TOF Frame epc611 sono riassunte nella tabella 3.4.

Tabella 3.4 – Parametri per il calcolo del CRC.

Bytewise	CRC32				
Init value	0xFFFFFFFF				
Xor value	0x00000000				
Polynom	0x04C11DB7				

La funzione MATLAB utilizzata per il calcolo del CRC è riportata nell'appendice A.1.

Il formato della risposta (fig. 3.13) ha lunghezza variabile:

- il byte iniziale, sempre uguale a 0xFA;
- il secondo byte, che rappresenta la tipologia del comando a cui risponde;
- il terzo e il quarto byte, indicante il numero di byte della parte successiva;
- n byte, contenenti i dati richiesti;
- i quattro byte di CRC.

 1 byte	1 byte	2 bytes		n bytes				4 bytes				
0xFA	Туре	Length n		Data	5	{				32 bit	CRC	
		LSByte MSByte	LSByte					MSByte	LSByte			MSByte

Figura 3.13 – Struttura stringa di risposta.

In questo modo è stato possibile realizzare una comunicazione diretta con il dispositivo, senza dover ricorrere al software già realizzato. Il programma scelto per ottenere questo obiettivo è MATLAB, con il quale sono state realizzate diverse funzioni per gestire gli input-output ed elaborare immediatamente i dati raccolti.

3.5 Funzioni MATLAB

In questa sezione saranno illustrate le funzioni realizzate per comunicare con il sensore TOF Frame epc611.

Inizializzazione della porta seriale

Per iniziare la comunicazione seriale con un dispositivo in ambiente MATLAB è necessario creare un oggetto *serialport* al quale associarlo. Il comando da utilizzare per visualizzare le porte seriali disponibili è *serialportlist('available'*). Come risposta si ottiene un vettore di stringhe con i nomi delle porte COM collegate. Una volta scelta la porta corretta bisogna predisporre i parametri di comunicazione visti nella tabella 3.3 (vedere la funzione in allegato A.2).

Invio comandi e lettura risposte

La comunicazione avviene utilizzando le funzioni *write* e *read* (specificando l'oggetto della porta seriale, la stringa di comando da inviare e il suo formato. La stringa deve essere convertita in formato *uint8*, ossia in binario. Per effettuare le opportune conversioni è stata realizzata una funzione specifica visibile in allegato A.3. Segue nell'allegato A.4 la funzione che utilizza la precedente per inviare il comando di accensione o di spegnimento.

Impostazione del tempo di esposizione

Prima di effettuare le acquisizioni è fondamentale impostare il corretto tempo di esposizione attraverso l'apposito comando dedicato. Di default all'accensione il tempo di esposizione è impostato a 125 μs , ma è possibile assegnarli un valore intero diverso compreso tra 1 μs e i 1600 μs . A questo scopo è stata realizzata una funzione specifica che converte il valore decimale in esadecimale e lo inserisce nell'apposita stringa di comando (allegato A.5).

Acquisizione dei dati di distanza e ampiezza

A questo punto può seguire il comando di acquisizione dati, che fa effettuare un unico scatto al sensore e restituisce i risultati di distanza e ampiezza su ogni singolo pixel (allegato A.7).

Riordinamento stringa dati

La stringa di dati trasmessa dal sensore deve essere scomposta attraverso una funzione che suddivide i dati in base alla tipologia di misurazione (distanza ed ampiezza) e li riorganizza in due matrici 8x8, associando ogni dato allo specifico pixel (allegato A.6).

Acquisizione multipla di frame e mediazione delle misure

Allo scopo di identificare un unico valore di distanza e ampiezza è risultato conveniente mediare i risultati ottenuti su più scatti consecutivi. Infatti, tenendo in considerazione il fatto che il campo visivo sarà occupato interamente dall'oggetto target, risulta più semplice trattare pochi dati piuttosto che intere matrici (allegato A.9).

Acquisizione della temperatura

Un importante comando che è possibile implementare riguarda l'acquisizione della temperatura (allegato A.10). Essa viene misurata in prossimità del sensore CMOS ogni volta che viene effettuata un'acquisizione. Questo parametro è di fondamentale importanza per poter compensare eventuali errori di misura dovuti a effetti termici.

Logica per una singola acquisizione

Il controllo sulla validità della misurazione descritto nella tabella 3.2 viene eseguito prima di effettuare l'acquisizione della distanza e dell'ampiezza. Un algoritmo di controllo, implementato in una funzione MATLAB (allegato A.11), ricerca il tempo di esposizione ottimale, considerando valida la misurazione solo quando la misura media dell'ampiezza è superiore a 1000 *LSB*. Nella figura 3.14 vengono mostrati i passaggi eseguiti dall'algoritmo.



Figura 3.14 – Diagramma a blocchi dell'algoritmo di ricerca del tempo di esposizione ottimale.

3.6 Test misure delle distanze

3.6.1 Setup sperimentale

Con lo scopo di testare il corretto funzionamento del programma realizzato per il sensore TOF sono state eseguite dei test sperimentali in aria. Il Frame epc611 è stato fissato ad un'altezza di 30 *mm* perpendicolarmente al piano. Il target è costituito da un foglio di carta bianco posto su un supporto anch'esso perpendicolare al piano (fig. 3.15). La distanza *L* del target dal sensore è il parametro variabile, tenuto in considerazione per confrontarlo con i risultati delle misure.



Figura 3.15 – Setup sperimentale per test del sensore Frame epc611 in aria. Si mette in evidenza il campo visivo (FOV) variabile in funzione della distanza L e dell'angolo di apertura. In questo caso 12°.

Il codice utilizzato per effettuare le misurazioni è riportato nell'allegato A.12.

L'acquisizione è frutto di una mediazione effettuata su cento frame. Dopo il centesimo frame viene registrata la temperatura. Per ogni distanza sono state effettuate dieci acquisizioni in modo da poter valutare la ripetibilità delle misure.

3.6.2 Risultati

I risultati ottenuti dalle prove sono stati raccolti ed elaborati in forma grafica. Nella figura 3.16 vengono rappresentati i valori della distanza misurata dal sensore in funzione della distanza effettiva. Si nota che in questo particolare setup sperimentale in condizioni di eccessiva vicinanza del target al TOF la distanza misurata tende a deviare dall'andamento atteso.



Figura 3.16 – Distanze misurate in funzione della distanza reale con target costituito da un foglio di carta bianco.

Mettendo in relazione gli errori di misurazione, misurati come

$$e_{mean} = abs(D_{measured} - D_{real})$$
(3.12)

con il tempo di esposizione con cui è stata ricavata l'acquisizione si evince un aumento esponenziale per tempi brevi (fig. 3.17). Questo fenomeno potrebbe far pensare ad una deviazione dall'andamento atteso per via del tempo di esposizione eccessivamente ridotto.



Figura 3.17 – Andamento degli errori medi in funzione del tempo di esposizione.

Allo scopo di comprendere il fenomeno di tale andamento sono stati eseguiti ulteriori test modificando il materiale del target. Nel secondo test è stata utilizzata una superficie di gomma nera come target. L'idea era ridurre l'intensità della luce riflessa utilizzando un materiale dalla minore riflessività del foglio di carta bianco, in modo da poter garantire tempi di esposizione più elevati.

Nelle figure 3.18 e 3.19 si riportano i risultati ottenuti cambiando target. Come ci si aspettava il tempo di esposizione richiesto a parità di distanza è maggiore in questo caso. La deriva dei risultati che si presentava per $t_{exp} < 100 \ \mu s$ in questo caso non è presente, dato che il tempo di esposizione è maggiore di100 μs . Da notare come in questo caso si è presentato un offset costante di errore per ogni acquisizione.



Figura 3.18 – Distanze misurate in funzione delle distanze reali. Target in gomma nera.



Figura 3.19 – Andamento degli errori in funzione del tempo di esposizione. Target in gomma nera.

Ripetibilità

Nella tabella 3.5 vengono riportati i risultati dell'analisi della ripetibilità delle acquisizioni effettuate sul target di foglio bianco. Si noti come in quasi tutti i casi si ottiene una deviazione standard dell'ordine dei millimetri, con un *Coefficient of Variation* (COV) inferiore all'1 %.

Distanza reale	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Distanza media misurata	200.2	205.9	227.6	265.4	301.4	354.3	403.6	456.1	494.3
Deviazione standard	2.2	0.8	0.7	2.6	0.7	3.1	6.9	2.6	4.4
COV	1.08%	0.40%	0.32%	0.98%	0.22%	0.89%	1.71%	0.57%	0.90%

Tabella 3.5 – Deviazione standard e COV delle diverse misurazioni effettuate con un target di foglio bianco.

Confrontando le acquisizioni effettuate con la temperatura registrata del sensore (fig. 3.20) si nota come i risultati vengano fortemente influenzati dagli effetti termici. Infatti, bisogna ricordare che il fotodiodo è influenzato dalla temperatura attraverso l'effetto della corrente di oscurità visto in precedenza. Questo comportamento deve essere tenuto in considerazione per effettuare delle corrette acquisizioni.



Figura 3.20 – Andamento delle distanze misurate al variare della temperatura del sensore a pixel attivi.

Allo scopo di limitare la deriva dei risultati è sorta la necessità di controllare almeno in questa fase il parametro della temperatura del sensore, eseguendo le misurazioni all'interno di un range definito. Tale obiettivo è stato raggiunto servendosi di un algoritmo di controllo della temperatura implementato in MATLAB. La logica utilizzata nell'algoritmo comanda l'inizio della fase di acquisizione dei dati all'interno di un range di temperatura prefissata, in modo da poter ottenere risultati confrontabili tra di loro (fig. 3.21).



Figura 3.21 – Ciclo termico per effettuare misurazioni nello stesso range di temperatura.

Una volta impostate la temperatura minima T_{min} e quella massima T_{max} le misurazioni sono considerate valide solo quando effettuate in questo specifico range. Per valutare l'effettivo miglioramento della ripetibilità sono state effettuate le stesse prove, introducendo questa volta l'algoritmo di controllo della temperatura. I risultati riportati in tabella 3.6 mostrano come tendenzialmente sono stati ottenuti deviazione standard e COV minori del caso precedente.

Tabella 3.6 – Deviazione standard e COV delle diverse misurazioni effettuate con un target di foglio bianco, introducendo l'algoritmo di controllo della temperatura ($T_{min} = 40^{\circ}C$, $T_{max} = 40.5^{\circ}C$).

Distanza reale	100	150	200	250	300	350	400	450	500
Distanza media misurata	199.5	207.4	229.7	262.1	300.5	353.9	404.5	455	496.1
Deviazione standard	1.5	1	0.5	0.7	0.8	1.1	3.2	2.2	3
COV	0.75%	0.48%	0.22%	0.27%	0.27%	0.31%	0.79%	0.48%	0.60%

Una volta realizzato il programma di acquisizione dati e sperimentato il suo funzionamento si può passare alla fase successiva, ossia l'applicazione per l'identificazione dell'indice di rifrazione. Nel prossimo capitolo verranno introdotti i due diversi prototipi realizzati.

Capitolo 4

Utilizzo del sensore TOF per la rilevazione dell'indice di rifrazione

4.1 Utilizzo delle fibre ottiche

La prima difficoltà riscontrata nell'utilizzo del sensore TOF per la rilevazione della concentrazione di urea nel liquido AdBlue è stata quella di dover lavorare in un mezzo liquido. In tal caso, nella progettazione del dispositivo di prova, è stato opportuno assicurarsi che la parte elettronica rimanesse perfettamente separata dalla zona bagnata, evitando di compromettere il funzionamento del sensore. Per questo motivo si è deciso di allontanare la sorgente e il ricevitore dalla zona bagnata sfruttando le potenzialità offerte dalle fibre ottiche.

Le fibre ottiche sono degli strumenti a forma di cavo di materiale vetroso o polimerico utilizzate nel settore delle telecomunicazioni, medico e sensoristico. Esse sono in grado di trasferire segnali luminosi al loro interno sfruttando le interazioni fisiche tra i due elementi fondamentali che le costituiscono:

- il core: nucleo centrale della fibra, che ha il compito di trasportare il segnale luminoso;
- il *cladding*: rivestimento esterno del *core*, di un materiale diverso da quest'ultimo.

La fisica su cui si basa il loro funzionamento tiene in considerazione la già citata legge di Snell. Il *core* è realizzato in un materiale con un indice di rifrazione maggiore rispetto al *cladding*, in modo da poter garantire la riflessione totale della luce interna. Di solito la differenza tra i due indici è minore dell'1 %, corrispondente ad un rapporto tra l'indice di rifrazione esterno n_e e quello interno n_i pari a circa $n_e/n_i = 0.99$ ^[23].

Ricordando la legge di Snell:

$$\sin\theta_i \cdot n_i = \sin\theta_e \cdot n_e \tag{4.1}$$

per ottenere la riflessione totale di un raggio incidente di un angolo θ_i è necessario che l'angolo di uscita θ_e sia pari a 90°. In questo caso si ottiene un angolo di incidenza massimo $\theta_{i,max}$ riscrivendo la 4.1 in questo modo:

$$\theta_{i,max} = \sin^{-1}\left(\frac{n_e}{n_i} \cdot \sin\theta_e\right) \cong \sin^{-1}\left(\frac{n_e}{n_i}\right) \cong 82^\circ$$
(4.2)

Utilizzando il risultato ottenuto dall'equazione 4.2 si può ricavare l'angolo massimo θ_{conf} , detto di confinamento, al di sotto del quale i raggi incidenti vengono totalmente riflessi, senza incorrere nel fenomeno della rifrazione (fig. 4.1).

$$\theta_{conf} = 90^\circ - \theta_{i,max} \cong 90^\circ - \sin^{-1}\left(\frac{n_e}{n_i}\right) \cong 8^\circ$$
(4.3)



Figura 4.1 – Funzionamento fibra ottica e angolo di confinamento.

Un parametro rilevante delle fibre ottiche è l'angolo di accettazione γ_{acc} , ossia l'angolo massimo di ingresso del raggio luminoso nel *core* per ottenere riflessione totale dello stesso. In figura 4.2 si mostra in quale modo, e a quali condizioni, la luce che illumina tutto il fronte della fibra viene selezionata attraverso questo angolo per essere trasportata all'altro capo della stessa. Questo valore dipende dall' indice di rifrazione del *core* n_i e da quello del mezzo n_0 con cui si interfaccia secondo la relazione

$$\sin \gamma_{acc} \cdot n_0 = \sin \theta_{conf} \cdot n_i \tag{4.4}$$

$$\sin \gamma_{acc} = \frac{n_i}{n_o} \sin \theta_{conf} \tag{4.5}$$

Ricordando che

$$\sin \theta_{conf} = \cos \theta_{i,max} = \sqrt{1 - \sin^2 \theta_{i,max}} = \sqrt{1 - \left(\frac{n_e}{n_i}\right)^2}$$
(4.6)

segue

$$\sin \gamma_{acc} = \frac{\sqrt{n_i^2 - n_e^2}}{n_0} \tag{4.7}$$

Quest'ultima relazione, nel caso in cui il mezzo di interfaccia sia costituito da aria ($n_0 \approx 1.00003$), diventa



Figura 4.2 – Angolo di accettazione in una fibra ottica.

(4.8)

Nell'applicazione in studio ci si avvale dell'utilizzo di due fibre, l'una che collega la sorgente con la camera di misura, l'altra che collega il ricevitore. In questo caso è interessante porre l'attenzione sulle equazioni 4.7 e 4.8. Infatti, volendo utilizzare le fibre ottiche come interfaccia tra il sensore e l'AdBlue, l'angolo di accettazione è diverso su ciascun lato.

Da una parte la fibra ottica sarà in aria a contatto con gli elementi del TOF (emettitore e ricevitore), mentre dall'altra sarà immersa in una soluzione di acqua ed urea a indice di rifrazione variabile, fattore che influenza l'ampiezza dell'angolo di uscita e dell'angolo di raccolta verso il ricevitore.

Osservando l'equazione 4.7 si nota che all'aumentare di n_0 l'angolo di accettazione tende a diminuire, riducendo dunque il flusso di luce trasferibile. Analiticamente si può valutare l'andamento di questo parametro in funzione della concentrazione ottenendo i valori visibili in figura 4.3.



Figura 4.3 – Angolo di accettazione in funzione della concentrazione di una soluzione di acqua ed urea. I parametri della fibra ottica utilizzati sono $n_i = 1.49$ e $n_e = 1.404$.

Tra le qualità delle fibre ottiche occorre ricordare l'elevata flessibilità e la trascurabile perdita dei segnali luminosi per i piccoli tratti che interessano questo studio. Da queste caratteristiche sono derivate dei notevoli vantaggi per l'applicazione:

- possibilità di posizionare l'elettronica distante dalla camera di misura;
- nessuna limitazione nella forma e dimensione della camera di misura derivanti dalla posizione dei componenti del TOF Frame epc611;
- nessuna limitazione nelle posizioni relative tra l'elettronica e la camera di misura, il che fa immaginare di poter separare le due parti, potendo in questo modo dislocare la parte contenente il fluido o al fondo del serbatoio di AdBlue oppure lungo la linea di trasporto gestita dalla pompa.

Le fibre ottiche utilizzate nell'applicazione in studio hanno le caratteristiche riportate nella tabella 4.1.

Tabella 4.1	- Caratteristiche	tecniche della fibra.
-------------	-------------------	-----------------------

Materiale fibra	Polimetilmetacrilato (PMMA)
Diametro fibra	0.75 <i>mm</i>
n_i	1.49
n _e	1.404
Materiale rivestimento	Polietilene (PE)
Diametro rivestimento	2.2 mm
Temperatura di utilizzo	−55 ÷ 70° <i>C</i>

4.2 Percorso fluido

Una volta definito il modo con cui la luce si comporta all'interno del fluido è necessario porsi il problema di guidarla in modo tale da

- poter far effettuare alla luce un percorso di una lunghezza utile alla misura;
- permettere il ritorno del segnale al ricevitore.

In questo elaborato verranno discussi due diversi sistemi utilizzati che hanno svolto adeguatamente tale ruolo.

Il primo sistema realizzato è sostanzialmente una fibra ottica con *core* liquido. È stato utilizzato un tubo dal diametro interno di 4 mm ed esterno da 6 mm in politetrafluoroetilene (PTFE), materiale commercialmente conosciuto come Teflon. Il materiale utilizzato, oltre a rientrare nella categoria di quelli utilizzabili a contatto con l'AdBlue (vedi tabella 2.2), ha un indice di rifrazione $n_{PTFE} = 1.31$ minore di quello dell'acqua ($n_{H_2O} = 1.33$) e di tutte le sue soluzioni con urea ($n_{soluzione} > n_{H_2O}$).

Il tubo è ripiegato su sé stesso a formare una U (fig. 4.4) e il raggio di curvatura è stato scelto in funzione della distanza dell'emettitore dal ricevitore del TOF Frame epc611. In questa prima versione le due fibre ottiche di ingresso e uscita sono utilizzate come divisori a tenuta idraulica tra la zona liquida e l'elettronica.



Figura 4.4 – Schema guida optofluidica in teflon.

Rispettando queste condizioni si realizza quello che si può definire guida optofluidica ^[24]. Ricordando l'equazione 4.3 e considerando $n_e = n_{PTFE}$ ed $n_i = n_{H_2O}$ si ottiene

$$\theta_{conf,min} = 90^{\circ} - \sin^{-1} \left(\frac{n_{PTFE}}{n_{H_2O}} \right) = 10^{\circ}$$
 (4.9)

All'aumentare dell'indice di rifrazione del liquido, aumentando la concentrazione di urea, si ottiene un andamento crescente di questo angolo (fig. 4.5).

Le relazioni analitiche presentate, naturalmente valgono per un fronte d'onda luminosa che investe tutta la sezione della fibra, mentre è noto che in questa applicazione il fronte d'onda a disposizione è quello previsto dall'equazione 4.7 e quindi esiste un limite superiore alla capacità di conduzione della fibra optofluidica.

Inoltre, la presenza della curvatura del tubo introduce altre variazioni nel flusso luminoso che attraversa la fibra liquida; ciò è dovuto alla circostanza che non tutti i punti dell'arco e non per tutti i modi trasmessi si verificano le condizioni di Snell. Pertanto, la curvatura è sede di perdita di luce, con conseguente diminuzione del segnale.



Figura 4.5 – Andamento dell'angolo di confinamento in funzione della concentrazione di urea in soluzione acquosa.



Figura 4.6 – Rappresentazione schematica della differenza di angolo di confinamento per una soluzione allo 0 % e una al 40 % di urea.

Con lo scopo di semplificare la soluzione precedente e svincolare la posizione delle fibre nella camera di misura dalla forma del TOF Frame epc611, sono state testate altre forme geometriche della guida optofluidica. Quella che ha permesso di ottenere risultati più promettenti riguarda la forma ad I con tubo dritto.

Il canale è costituito da un tubo rettilineo dalle dimensioni 4x6 mm. In questa soluzione è stato previsto di porre entrambe le fibre di conduzione sullo stesso lato del tubo, posizionando un disco in acciaio C316 sull'altra estremità, utilizzandolo come target (fig. 4.7).

Inizialmente è stato utilizzato un tubo in Teflon ed eseguite delle prove per valutarne la risposta, ma i risultati ottenuti mostravano come l'intensità della luce al ricevitore fosse così intensa da non poter effettuare le opportune regolazioni modificando il tempo di esposizione. Per questo motivo si è optato per un materiale diverso, ossia l'acciaio INOX 316.

La sostituzione del materiale ha comportato un aumento della diffusione della luce dovuto all'assorbimento dell'acciaio e del target rispetto all'utilizzo del Teflon. La caratteristica fisica maggiormente interessata in questo caso è la riflettività della superficie interna del tubo e del target. Infatti, non sussistendo più le condizioni di riflessione totale, una componente del fronte d'onda luminosa viene assorbito sia dal mezzo che dalle pareti interne del tubo.

I vantaggi di una soluzione di questo tipo sono i seguenti:

- aumento della rigidità del sistema: il tubo in acciaio INOX è più rigido di quello in Teflon, dunque non necessità di eccessivi supporti;
- possibilità di facile inserimento in linea con il sistema di iniezione AdBlue: il materiale della tubazione di mandata è uguale, dunque, con una leggera modifica potrebbe essere facilmente integrato;
- il tubo è opaco: la tipologia del mezzo al suo esterno non può influenzare la propagazione della luce all'interno, rendendolo immune ai disturbi esterni.



Figura 4.7 – Rappresentazione schematica del sistema di guida fluidica in acciai INOX.

4.3 Prototipi utilizzati

Per permettere di testare il funzionamento delle due configurazioni descritte nel paragrafo precedente sono stati realizzati due diversi prototipi di laboratorio.

Il primo prototipo è stato realizzato con il metodo della manifattura additiva in poliammide 11 (fig. 4.8). L'immissione della soluzione all'interno del canale in Teflon è consentita da due fori laterali filettati a cui sono avvitati i connettori ad innesto rapido. Il fissaggio e la tenuta del tubo ad U sono garantiti dalle staffette con fori interni passanti e sede per posizionare gli O-ring, compressi tramite quattro viti filettate per ciascun pezzo. Per un maggior dettaglio del complessivo si richiama la visione dell'allegato B.1.



Figura 4.8 – Fotografia del prototipo 1 utilizzato per la sperimentazione.

L'interfaccia tra il sensore TOF e la soluzione è stata realizzata come mostra il dettaglio in figura 4.9. La fibra ottica, preventivamente tagliata ad una lunghezza di 20 *mm*, viene inserita in un foro di centraggio in modo da essere in una posizione concentrica sia con il tubo di Teflon che con il rispettivo emettitore o ricevitore. La tenuta della fibra è stata realizzata utilizzando gomma siliconica bicomponente opportunamente modellata. Il tubo in Teflon ha il terminale a 45° per permettere il passaggio del liquido senza interruzioni. L'O-ring a contatto tra il tubo in Teflon e la staffa cilindrica permette la tenuta del fluido nella connessione tra il corpo del prototipo e il canale in Teflon.



Figura 4.9 – Dettaglio dell'interfaccia sensore-fluido realizzata per il prototipo 1.

Riguardo il percorso effettuato dalla luce all'interno della guida in Teflon è necessario evidenziare come teoricamente debbano essere diversi in funzione dell'indice di rifrazione del mezzo. Infatti, stando a quanto detto precedentemente, la direzione della luce trasmessa dipende dall'angolo di confinamento (eq. 4.6) e dall'angolo di accettazione (eq. 4.7). In figura 4.10 si evidenzia come i precorsi cambino in funzione di questi due parametri.



Figura 4.10 – Rappresentazione schematica di due percorsi ottici diversi in funzione della concentrazione di urea nella soluzione.

Il secondo prototipo (fig. 4.11) è stato realizzato utilizzando i seguenti materiali:

- tubo in acciaio INOX C316 4x6 mm lungo 100 mm;
- due raccordi a T Bola in PTFE;
- disco in acciaio INOX C316 dal diametro di 4 mm e spessore 2 mm;
- due fibre ottiche lunghe 150 mm;
- gomma siliconica bicomponente per le tenute;
- tubi in poliuretano per l'immissione e l'espulsione del liquido da analizzare.



Figura 4.11 – Fotografia del prototipo 2 utilizzato per la sperimentazione.

Per una maggiore comprensione delle caratteristiche del sistema si richiama la visione dell'allegato B.1.

Come si può notare dal dettaglio della connessione con le fibre in figura 4.12, la loro posizione è simmetrica rispetto all'asse del tubo in acciaio, compromettendo in questo modo l'assialsimmetria del flusso luminoso. Il sistema di tenuta avviene per mezzo della forza di compressione che si esercita tra il tappo filettato, la doppia ogiva e il tubo.



Figura 4.12 – Dettaglio dell'interfaccia sensore-fluido realizzato per il prototipo 2.

4.4 Metodo sperimentale usato per le acquisizioni

Nel corso della campagna di acquisizione dati è stata eseguita una procedura unica per permettere una corretta comparazione dei risultati sperimentali.

La sequenza delle operazioni eseguite è la seguente:

- 1. preparazione di una soluzione principale di acqua distillata ed urea con una concentrazione di circa il 50 % in peso in un becher da laboratorio;
- 2. attesa dell'equilibrio termico tra la soluzione ottenuta e l'ambiente esterno (il processo di dissoluzione dell'urea in acqua è endotermico, dunque la soluzione si raffredda);
- 3. aspirazione lenta del fluido da analizzare nel prototipo per mezzo di una siringa da laboratorio sterile da 10 *ml* (occorre effettuare questa operazione lentamente per evitare l'aspirazione di bolle d'aria) fino al completo riempimento del canale;
- 4. esecuzione del programma di acquisizione dati su MATLAB;
- 5. prelievo di un campione di fluido dall'interno della tubazione;
- 6. analisi dell'indice di rifrazione del campione tramite il rifrattometro di Abbe;
- 7. pulizia delle superfici dei prismi del rifrattometro per la successiva misurazione;
- 8. espulsione della soluzione, utilizzando la siringa, nel becher;
- 9. aggiunta di acqua distillata per diminuire la concentrazione di urea;
- 10. rimescolamento;
- 11. si riparte dal punto 3.

Attraverso l'utilizzo del rifrattometro di Abbe è stato possibile identificare l'indice di rifrazione e di conseguenza la concentrazione delle soluzioni preparate attraverso la relazione 2.9 ricavata.

Per validare la riproducibilità della pratica utilizzata è stato necessario eseguire due diverse prove di ripetibilità per le tipologie di prototipo in studio. La prima prova di ripetibilità consiste nell'utilizzare una qualsiasi soluzione ed eseguire i passaggi 3-4-8 per 10 volte. In questo modo il fluido rimane in condizioni statiche durante tutte le prove ed è possibile valutare la riproducibilità del sensore vero e proprio. Con la seconda prova di riproducibilità, usando sempre la stessa soluzione, si eseguono i passaggi da 3 a 11 saltando il punto 9. In questo modo è possibile valutare la riproducibilità della procedura di sostituzione fluido utilizzata.

Quest'ultima prova sembra ridondante, ma è stato verificato che l'aspirazione del fluido con la siringa spesso comporti la presenza di microbolle all'interno della guida optofluidica. Nel caso della prima prova la presenza di queste bolle non può essere rilevata, mentre ricambiando il fluido questa viene rilevata, in quanto cambiano i risultati delle misure.

4.5 Programma di acquisizione dati

Il programma utilizzato per il controllo del sensore TOF Frame epc611 ha dovuto subire delle modifiche rispetto a quello realizzato per le misurazioni effettuate in aria. Infatti, durante i primi test ci si è resi conto di non poter effettuare le misurazioni tenendo costante il tempo di esposizione. Spesso si presentava la condizione di saturazione dei pixel al cambiare della concentrazione della soluzione. Per questo motivo è sorta la necessità di ricavare un campo di esposizione ottimale per ogni tipo di soluzione, utilizzando un criterio adattivo per tutte le situazioni.

Una caratteristica intrinseca della tipologia di sensori utilizzata è la dipendenza lineare della corrente generata dai pixel in funzione del flusso di luce incidente. Mettendo in relazione il valore dell'ampiezza misurata dal sensore con il tempo di esposizione è possibile ricavare degli andamenti simili a quelli riportati a scopo dimostrativo in figura 4.13. La curva, definita di saturazione, può essere suddivisa in tre parti.



Figura 4.13 – Schema andamento dell'ampiezza misurata in funzione del tempo di esposizione.

La prima parte si ottiene per tempi di esposizione ridotti, l'ampiezza misurata in queste condizioni dipende dalla corrente di oscurità e risulta tipicamente costante. Nella seconda parte il tempo di esposizione è sufficiente da permettere l'accumulo di corrente all'interno del pixel. La corrente accumulata, associata al parametro di ampiezza A_{TOF} , è linearmente dipendente dal tempo di esposizione t_{exp} secondo la relazione

$$A_{TOF} = m \cdot t_{exp} + b \tag{4.10}$$

Dove

m coseno direttore della retta

b termine noto

La terza parte della curva si ottiene quando il tempo di esposizione è così elevato che l'energia accumulata dal pixel è tale da aver raggiunto la saturazione. In questa condizione il valore di A_{TOF} è pari a quello massimo raggiungibile.

Sperimentalmente è stato osservato un comportamento del parametro *m* direttamente dipendente dall'indice di rifrazione della soluzione analizzata. Dunque, nel programma di acquisizione scritto con MATLAB è stata implementata una funzione in grado di ricercare tre tempi di esposizione tali per cui il primo tempo di esposizione corrisponde ad un punto intermedio nel quale $A_{mean} \cong 1000 LSB$ e gli altri due corrispondono a circa l'80 % (A_{80}) e il 120 % (A_{120}) di A_{mean} . Per gli script delle funzioni si richiamano gli allegati A.14, A.15, A.16.

Il coseno direttore m tende ad essere maggiore quando i tempi di esposizione devono essere brevi per evitare la saturazione, mentre è minore quando è necessario impostare tempi di esposizione più lunghi.

4.6 Risultati dei test sperimentali

La campagna di test sperimentale eseguita sui due prototipi comprende:

- 1^{*a*} prova di riproducibilità;
- 2^{*a*} prova di riproducibilità;
- prova di calibrazione con soluzioni di acqua distillata ed urea in un range di concentrazione 20 ÷ 50 %;
- misure su due diverse soluzioni di acqua distillata, una con Paraflu (nome commerciale della soluzione di acqua e glicole etilenico utilizzato nell'impianto di raffreddamento del motore) e l'altra con sale.

Le prove con soluzioni diverse da quelle con l'urea sono state effettuate per valutare la risposta per valutare le capacità anti-tampering del sensore.

4.6.1 Prototipo 1

Per le prove di riproducibilità eseguite su questo prototipo è stata utilizzata una soluzione acquosa di urea al 25.3 %, con un indice di rifrazione pari a n = 1.371. I risultati ottenuti sono visibili nella tabella 4.2.

Si ricorda che

- *m* coseno direttore della retta di esposizione
- *b* termine noto della retta di esposizione
- *d* distanza media misurata sui tre tempi di esposizione individuati dall'algoritmo

Analizzando questi dati si può immediatamente affermare che il termine noto b ha un andamento talmente variabile da non poter essere considerato un parametro affidabile (da notare

il COV di 9.2 % nella prima prova e superiore al 35 % nella seconda). Per quanto riguarda la deviazione standard σ e il COV di *m* e di *d* risultano, in una prima approssimazione accettabili.

	Ripetibilità 1		Ripetibilità 2			
Prova	m	b	d (mm)	m	b	d (mm)
1	4.2994	-58.1202	142.2850	4.2177	-78.6634	141.1273
2	4.3298	-62.1129	142.0181	3.8849	-33.8774	139.7926
3	4.3510	-62.3216	142.1149	4.1906	-34.8916	140.0737
4	4.3926	-68.0456	141.5816	4.1288	-68.9231	139.8398
5	4.4180	-70.3420	141.9991	4.2835	-52.3252	145.1687
6	4.4338	-68.2803	141.5055	3.7984	-89.7672	139.2702
7	4.4336	-65.1217	141.0066	3.8541	-69.8160	135.8542
8	4.3984	-52.5835	141.7896	4.2482	-27.6393	137.9057
9	4.5225	-72.5469	141.3967	3.8245	-55.0144	140.2148
10	4.4774	-59.0243	141.1091	4.3412	-31.4547	139.9009
Media	4.4056	-63.8499	141.6806	4.0772	-54.2372	139.9148
σ	0.0639	5.8740	0.4102	0.2013	20.8253	2.2394
COV	1.45%	-9.20%	0.29%	4.94%	-38.40%	1.60%

Tabella 4.2 – Risultati prove di riproducibilità su prototipo 1.

Si noti come nella seconda prova di ripetibilità, dove rientra il fattore esterno dell'operazione di sostituzione fluido, i valori di σ e COV quadruplicano rispetto a quelli della prova di ripetibilità 1. Dai risultati sperimentali ottenuti si può dedurre che la fase del ricambio del fluido è causa della mutazione delle condizioni interne al tubo. Fra le cause probabili è stata valutata la possibile formazione di microbolle d'aria all'interno della fibra optofluidica. Il fronte d'onda luminoso che attraversa il fluido incontrando un altro mezzo, in questo caso aria, modifica il suo tragitto e di conseguenza i risultati ottenuti.

Dopo i test di ripetibilità sono state effettuate le prove di calibrazione. I grafici in figura 4.14 e figura 4.15 riassumono i risultati ottenuti da cui sono state ricavate due diverse relazioni per la concentrazione di urea, una in funzione del parametro m, l'altra in funzione della distanza d. Entrambe le funzioni di best fit presentano un valore $R^2 > 0.9$, il che è indice di un'ottima approssimazione.

$$C = 0.1494 \cdot m^{0.31503}; R^2 = 0.9973 \tag{4.11}$$

$$C = 0.001487 \cdot d^{1.056122}; R^2 = 0.9336 \tag{4.12}$$

I risultati ottenuti risultano essere coerenti con la fisica del sistema esposta precedentemente. Si nota come il coseno direttore m della curva di saturazione tende ad aumentare con l'aumento dell'indice di rifrazione del fluido. Ricordando il grafico in figura 4.5 appare evidente come questo fenomeno sia legato all'angolo di confinamento della guida optofluidica. Tale angolo aumenta con la concentrazione e di conseguenza permette una trasmissione del flusso luminoso maggiore rispetto a soluzioni a minore concentrazione



Figura 4.14 – Curva di calibrazione concentrazione-coseno direttore per il prototipo 1.

Figura 4.15 – Curva di calibrazione concentrazione-distanza media per il prototipo 1.

In laboratorio sono stati eseguiti ulteriori test con le altre due soluzioni differenti. Dai risultati ottenuti, riportati in figura 4.16, si evince come la risposta del sensore dipende unicamente dall'indice di rifrazione del liquido. Infatti, le curve ottenute presentano degli andamenti indipendenti dal tipo di fluido presente all'interno della guida optofluidica.

Figura 4.16 – Risultati ottenuti con il prototipo 1 testando soluzioni acquose di urea, Paraflu e sale.

4.6.2 Prototipo 2

Nella tabella 4.3 sono riportati i risultati ottenuti dalle due prove di ripetibilità effettuate sul prototipo 2.

	Ripetibilità 1		Ripetibilità 2			
Prova	т	b	d (mm)	т	b	d (mm)
1	16.8951	-77.3910	217.3044	16.9473	-39.9407	217.3136
2	16.9392	-12.3526	217.8454	16.9326	-89.5431	217.2501
3	16.9130	-13.4266	216.6675	16.8644	-24.4697	219.9748
4	16.9060	-51.1699	216.9448	17.0618	-17.6805	218.4033
5	16.8972	-25.9776	216.6262	16.9594	-38.1012	216.2477
6	16.8201	-78.6491	216.4061	16.9371	-31.7808	217.1514
7	16.8775	-56.2591	217.3370	16.9696	-32.9494	217.2796
8	16.8285	-16.7412	218.4785	17.1130	-61.0218	215.6067
9	16.8490	-26.6234	217.9805	16.9747	-39.9618	217.9520
10	16.8504	-13.2406	217.2304	16.8158	-78.7051	218.3573
media	16.8776	-37.1831	217.2821	16.9576	-45.4154	217.5537
σ	0.0372	25.1092	0.6270	0.0809	22.2744	1.1520
COV	0.22%	-67.53%	0.29%	0.48%	-49.05%	0.53%

Tabella 4.3 – Risultati prove di riproducibilità su prototipo 2.

Analizzando i dati raccolti si possono confermare le stesse osservazioni dedotte con il primo prototipo; il parametro b non è affidabile, m e d mostrano deviazioni standard e COV inferiori a quelli ottenuti precedentemente. Questi risultati evidenziano un comportamento più stabile del sistema, poiché la guida in questo caso è stata realizzata in acciaio rigido. Da notare un

leggero aumento della variabilità sulla seconda prova di riproducibilità, dovuto alla presumibile presenza di microbolle come per il primo prototipo.

Eseguendo il test di calibrazione con le soluzioni di acqua distillata ed urea si ottengono i risultati illustrati nelle figure 4.17 e 4.18, dove vengono riportati gli andamenti dell'indice di rifrazione e della concentrazione di urea in funzione rispettivamente del coseno direttore m e della distanza misurata dal sensore TOF.

Figura 4.17 - Curva di calibrazione concentrazione-coseno direttore per il prototipo 2.

Figura 4.18 – Curva di calibrazione concentrazione-distanza media per il prototipo 2.

Le relazioni delle curve di best fit ricavate sono le seguenti:

$$C = 3.05 \cdot m^{-0.8032}; R^2 = 0.9966 \tag{4.13}$$

$$C = 1.124 \cdot 10^9 \cdot d^{-4.012}; R^2 = 0.9951 \tag{4.14}$$

Mentre i risultati ottenuti nel prototipo precedente erano monotoni crescenti, in questo caso si verifica una tendenza opposta. Si può constatare che nel prototipo 2 al diminuire della concentrazione e dell'indice di rifrazione la pendenza della retta di esposizione tende ad aumentare, conseguenza del fatto che è necessario diminuire il tempo di esposizione. I dati risultano coerenti con l'andamento dell'angolo di accettazione (fig. 4.3), infatti a basse concentrazioni γ_{acc} è più ampio e nella fibra di ricezione è permesso il passaggio di un flusso luminoso maggiore, da compensare con un tempo di esposizione minore.

Studiando il comportamento del prototipo 2 con soluzioni diverse da quelle con l'urea si ottengono i risultati illustrati in figura 4.19. Come per il prototipo 1 le curve ottenute mostrano come le risposte del sensore non dipendano dal liquido ma solo dall'indice di rifrazione del mezzo.

Figura 4.19 – Risultati ottenuti con il prototipo 2 testando soluzioni acquose si urea, Paraflu e sale.

4.7 Discussione dei risultati ottenuti

I risultati delle prove effettuate dimostrano che è possibile rilevare l'indice di rifrazione di un fluido sfruttando il comportamento della luce, le proprietà di riflessione e rifrazione, combinate all'utilizzo di un sensore TOF.

Il prototipo 1, a forma di U, è risultato più sensibile alla variazione dell'angolo di confinamento piuttosto che a quello di accettazione nella fibra ottica. Infatti, la presenza di una curvatura nella guida optofluidica genera una dispersione della luce per rifrazione maggiore quanto è minore l'angolo di confinamento.

Su un range di concentrazione che va dal 22.5 % al 42.5 % di urea sono stati ottenuti delle variazioni massime dei valori di m (coseno direttore della retta di esposizione) e d (distanza media) ottenuti dal sensore rapportate alla variazione percentuale di concentrazione riportate nella tabella 4.4. Da notare come questi valori per ogni 1 % di variazione sia superiore alla deviazione standard, facendo presupporre in questo modo la possibilità di poter raggiungere errori inferiori a quelli richiesti, ossia ± 2 %.

	Δ_{max}	$\Delta_{max}/\Delta C$	σ
m	23.95	1.7131	0.2013
d	95.73 mm	4.8096 mm	2.2394 mm

Tabella 4.4 – Resoconto della sperimentazione del prototipo 1.

Il prototipo 2, a forma di I, è risultato più sensibile alla variazione dell'angolo di accettazione. Infatti, aumentando la concentrazione il coseno direttore della retta di saturazione diminuisce, conseguenza di un minor flusso luminoso trasmesso.

Riassumendo i risultati nella tabella 4.5 si può osservare che è stata ottenuta una variazione media di m e di d minore rispetto al caso precedente. Confrontandoli con le deviazioni standard si evince un comportamento più stabile che permette di ottenere errori inferiori rispetto al prototipo precedente.

Tabella 4.5 – Resoconto della sperimentazione del prototipo 2.

	Δ_{max}	$\Delta_{max}/\Delta C$	σ
m	14.04	0.6176	0.0809
d	38.33 mm	1.8067 mm	1.152 mm

Si deduce quindi che entrambi i prototipi realizzati, nelle seguenti condizioni:

- temperatura ambiente;
- fluido in quiete;
- assenza di bolle all'interno dei canali;
- utilizzo dell'algoritmo di controllo della temperatura del chip;

permettono di misurare la concentrazione dell'urea all'interno di una soluzione di acqua distillata ottenendo delle equazioni che approssimano gli andamenti sperimentali con $R^2 > 0.9$. In queste condizioni non è stato possibile distinguere la tipologia del fluido interno alla camera

di misura, in quanto i risultati dipendono unicamente dall'indice di rifrazione del mezzo. Da questo consegue l'impossibilità di soddisfare attualmente la caratteristica anti-tampering prevista dall'UQS. I fluidi diversi dall'AdBlue possono essere segnalati solo nel caso in cui il range dell'indice di rifrazione non sia compreso tra 1.366 e 1.397 (il range tipico di una soluzione avente concentrazione compresa tra 22.5 ÷ 42.5 %). Nel caso in cui una soluzione diversa, si veda il Paraflu, venisse inserita nel serbatoio, non sarebbe possibile rilevarla.

Di fondamentale importanza è risultato il problema delle bolle, che in fase sperimentale è stato opportunamente evitato, tranne le microbolle inevitabilmente presenti. La questione dovrà essere tenuta in considerazione per la realizzazione di un nuovo prototipo, in quanto in condizioni operative risulterà impossibile controllarne la loro presenza o meno.

Per poter migliorare e perfezionare le attività sperimentali occorre affrontare uno studio dettagliato del comportamento del sensore in presenza di una variazione sia della temperatura del fluido che del chip stesso. Inoltre, dovrà essere svolta un'analisi della risposta in condizioni dinamiche simulando le condizioni di lavoro.

Conclusione

Lo scopo dell'elaborato è stato dimostrare come, utilizzando i sensori TOF, sia possibile ottenere delle correlazioni biunivoche tra le misure ottenute con il dispositivo e la concentrazione di urea nel liquido AdBlue, sfruttando la variazione di indice di rifrazione del fluido.

Per raggiungere tale obiettivo è stato necessario approfondire in primo luogo le nozioni base legate al sistema SCR in cui è impiegato l'AdBlue, analizzando la formazione degli NO_x e i metodi del loro abbattimento. Da questi studi è emersa l'importanza del ruolo dell'AdBlue e la necessità di un sensore di qualità che riuscisse a ricavare la concentrazione di urea nel fluido mediante le caratteristiche fisiche della soluzione.

Studiando queste proprietà e la loro variabilità in funzione della concentrazione di soluto e dopo aver valutato i vantaggi e gli svantaggi di diverse possibili soluzioni realizzative, è stato scelto l'indice di rifrazione come parametro da utilizzare per determinare in modo indiretto la concentrazione di urea nel fluido. Per determinare l'indice di rifrazione si è ricorsi all'utilizzo di un sensore TOF 3D.

Lo studio di fattibilità è stato sviluppato in due diverse fasi. La prima fase ha riguardato le leggi fisiche che regolano la diffusione della luce all'interno dei mezzi fluidi o gassosi, approfondendo la legge di Snell e le sue implicazioni. Nella seconda fase l'attenzione si è focalizzata sulla teoria alla base dei sensori TOF, analizzandone i componenti, il loro funzionamento e la metodologia di interfacciamento con il mondo esterno attraverso la comunicazione seriale. Utilizzando il software MATLAB è stato possibile realizzare un programma di controllo del dispositivo TOF e di elaborazione diretta dei dati raccolti.

Si è passati successivamente alla realizzazione di due prototipi adoperati nella campagna sperimentale. Entrambi utilizzano come interfaccia tra il fluido e il dispositivo TOF le fibre ottiche, tecnologia che ha permesso di ottenere numerosi vantaggi, tra cui la possibilità di poter trasmettere il segnale luminoso senza avere vincoli di posizioni relative tra la zona contenente il fluido da analizzare e l'elettronica.

Dai risultati ottenuti nella campagna sperimentale sono state ricavate delle curve di calibrazione utilizzando il parametro della distanza misurata d e del coseno direttore della retta di esposizione dei pixel m. Queste relazioni hanno mostrato di avere un coefficiente di determinazione $R^2 > 0.9$, dimostrando un'ottima approssimazione dei dati sperimentali.

Uno dei problemi maggiormente riscontrati nei sistemi realizzati è stata l'occasionale presenza di bolle d'aria all'interno dei canali contenenti l'AdBlue da misurare, che impediva una stabile diffusione della luce, riducendo in questo modo la ripetibilità.

Il successivo prototipo dovrà essere realizzato in modo da evitare la presenza di bolle all'interno del canale di misura, permettendo in questo modo il suo utilizzo all'interno del serbatoio AdBlue in condizioni operative. Dovrà seguire uno studio dettagliato delle variazioni di risposta in funzione della temperatura del fluido e del sensore a pixel attivi per garantire il
funzionamento nel range di temperatura richiesto $(-11 \div 60 \ ^\circ C)$. Sarà considerata, inoltre, la possibilità di realizzare un sensore TOF dedicato esclusivamente a questo tipo di applicazione.

Appendice A

In questa appendice verranno riportati gli *script* relativi alle varie funzioni implementate in ambiente MATLAB richiamate nel presente elaborato. Si tiene presente che tutte le funzioni realizzate fanno riferimento alla comunicazione seriale ed elaborazione dati del sensore TOF Frame epc611 della ESPROS.

A.1 Calcolo del CRC

end

La funzione permette il calcolo degli ultimi quattro byte della stringa di comando secondo le specifiche della tabella A.1.

Tabella A.1 – Parametri del protocollo CRC32.

Bytewise	CRC32
Init value	0xFFFFFFFF
Xor value	0x00000000
Polynom	0x04C11DB7

```
function crc = crc32(String)
% String: vettore stringa di comando senza CRC espressa in esadecimali
% crc: vettore contenente i 4 byte del CRC in formato esadecimale
% Variabili iniziali
String = sscanf(String, '%2x');
crc = uint32(hex2dec('FFFFFFFF'));
poly = uint32(hex2dec('04C11DB7'));
String = uint8 (String);
temp = uint32(String);
for i = 1:length(String)
crc = bitxor(crc,uint32(bitshift(temp(i),24)));
 for j = 1:8
 msb = bitsra(crc, 31);
 crc = bitsll(crc,1);
 if msb == 1
 crc = bitxor(crc,poly);
 end
 end
end
crc = dec2hex(crc);
subs = '00000000';
for i = 1:length(crc)
subs(end+1-i) = crc(end+1-i);
end
crc(1:2) = subs(7:8);
crc(3:4) = subs(5:6);
crc(5:6) = subs(3:4);
crc(7:8) = subs(1:2);
```

A.2 Inizializzazione porta seriale

Funzione utilizzata per inizializzare il collegamento seriale con il dispositivo collegato attualmente al PC mediante porta USB. Ritorna la variabile *s* che corrisponde all'oggetto porta seriale.

```
function s = start_serial_communication
% s: oggetto porta seriale
instrreset();
COM = serialportlist('available');
s = serialport (COM, 921600);
set(s, 'parity', 'none');
set(s, 'databit', 8);
set(s, 'databit', 1);
set(s, 'timeout', 1);
end
```

A.3 Invio stringa di comando

Funzione di invio della stringa di comando completa di CRC calcolato con l'algoritmo di A.1. Ritorna la variabile *response* che contiene i byte di risposta del dispositivo in formato esadecimale.

```
function response = send_command(s,String,bytes_expected)
% s: oggetto porta seriale
% String: stringa di comando priva di CRC
% bytes_expected: numero di byte attesi nella risposta
flush(s) % reset dati nel buffer di comunicazione
CRC = crc_32(String);
String = strcat(String,CRC);
D = sscanf(String, '%2x');
write(s, D, 'uint8')
response = dec2hex(read(s,bytes_expected,'uint8'));
end
```

A.4 Accensione e spegnimento del dispositivo

Funzione che in funzione del valore della variabile *on* accende o spegne il sensore. Se on = 1 il sensore viene acceso, mentre se $on \neq 1$ il dispositivo viene spento.

```
function set_power(s,on)
% s: oggetto porta seriale
% on: variabile logica, se on=1 la funzione accende il dispositivo.
% Se on è diverso da 1, spegne il dispositivo.
if on==1
    String = 'F540010000000000000';
else
    String = 'F5400000000000000';
end
send_command(s,String,8);
end
```

A.5 Impostazione del tempo di esposizione

Funzione di setting del tempo di esposizione in un range di $1 \mu s$ e 1600 μs .

```
function set integration time(s,t)
% s: oggetto porta seriale
% t: tempo di integrazione
String = 'F50000000000000000';
t = dec2hex(t);
n = length(t);
if n == 1
String(8) = t;
elseif n == 2
String(7) = t(1);
 String(8) = t(2);
elseif n == 3
 String(7) = t(2);
 String(8) = t(3);
 String(10) = t(1);
elseif n == 4
 String(7) = t(3);
 String(8) = t(4);
 String(10) = t(2);
String(9) = t(1);
end
send command(s,String,8);
end
```

A.6 Algoritmo di ordinamento dati

Funzione che divide la stringa risposta proveniente dal dispositivo ordinando i dati in una matrice 8X8, nella quale sono contenuti i valori di ogni singolo pixel. L'algoritmo viene utilizzato sia per i dati relativi alla distanza sia per quelli dell'ampiezza.

```
function pixels matrix = reorder data(data)
   data: vettore contenente 64 valori espressi in esadecimale
es.
pixels matrix = zeros(8,8);
n = 1;
for i = 1:64
    pixel byte(1,:)=data(4+(4*(i-1)),:);
    pixel byte(2,:)=data(3+(4*(i-1)),:);
    pixel byte(3,:)=data(2+(4*(i-1)),:);
    pixel byte(4,:)=data(1+(4*(i-1)),:);
    pixel data(i)=hex2dec(strcat(pixel byte(1,:),pixel byte(2,:),pixel byte(3,:), <
pixel byte(4,:)));
end
n = 1;
for i = 1:8
    for j = 1:8
        pixels matrix(i,j) = pixel data(n);
        n = n+1;
    end
end
end
```

A.7 Acquisizione dati distanza e ampiezza

Funzione che esegue l'acquisizione dei dati relativi alla distanza e all'ampiezza acquisiti dal sensore. Ritorna due diverse matrici *pixels_dist* e *pixels_amp* di formato 8X8. Utilizza la funzione di A.5 reorder_data. I dati relativi alla distanza devono essere divisi per 10 per ottenerli in millimetri.

```
function [pixels_dist, pixels_amp] = get_pixels_dist_amp(s)
% s: oggetto porta seriale
String = 'F522000000000000000';
response = send_command(s,String,520);
data_dist = response(5:260,:);
data_amp = response(261:end-4,:);
pixels_dist = reorder_data(data_dist)./10;
pixels_amp = reorder_data(data_amp);
end
```

A.8 Esposizione multipla

Funzione che esegue acquisizioni consecutive per un numero di frame pari a *n*. I valori dei pixel vengono mediati sulle *n* esposizioni. La funzione restituisce le matrici 8X8 *pixels_mean_dist* e *pixels_mean_amp* contenenti rispettivamente le medie sui pixel di distanza e ampiezza.

```
function [pixels_mean_dist, pixels_mean_amp] = get_pixels_mean_dist_amp(s,n)
% s: oggetto porta seriale
% n: numero di frame
pixels_mean_dist = zeros(8,8);
pixels_mean_amp = zeros(8,8);
for i = 1:n
    [pixels_dist, pixels_amp] = get_pixels_dist_amp(s);
    pixels_mean_dist = pixels_mean_dist + pixels_dist;
    pixels_mean_amp = pixels_mean_amp + pixels_amp;
end
pixels_mean_dist = pixels_mean_dist./n;
pixels_mean_amp = pixels_mean_amp./n;
end
```

A.9 Media della matrice

Funzione che restituisce un unico valore di distanza e ampiezza calcolate come media della matrice ottenute dalla funzione *get_pixels_mean_dist_amp* analizzata sopra.

```
function [mean_dist, mean_amp] = get_mean_dist_amp(s,n)
% s: oggetto porta seriale
% n: numero di frame
[pixels_mean_dist, pixels_mean_amp] = get_pixels_mean_dist_amp(s,n);
mean_dist=mean(pixels_mean_dist, 'all');
mean_amp=mean(pixels_mean_amp, 'all');
end
```

A.10 Acquisizione temperatura

Funzione che acquisisce la temperatura misurata in prossimità del sensore a pixel attivi CMOS. Restituisce la variabile *temperature* contenente la misura in $^{\circ}C$.

```
function temperature = get_temperature(s)
% s: oggetto porta seriale
Str = 'F54A000000000000000';
response = send_command(s,Str,10);
subs = '0000';
subs(1:2) = response(6,:);
subs(3:4) = response(5,:);
temperature = hex2dec(subs)/100;
end
```

A.11 Algoritmo di ricerca tempo di esposizione ottimale

Funzione che restituisce la variabile *integration_time* contenente il tempo di integrazione ottimale per ottenere un'ampiezza media maggiore di *amp_mean*.

```
function integration time = find integration time(s, amp mean)
% s: oggetto porta seriale
  amp mean: ampiezza media verso cui tendere
8
exp time = 1:1:1600;
n = length(exp time);
for i = 1:n
   set time(exp time(i));
    [mean dist, mean amp] = get mean dist amp(s,1);
    if mean amp(i) > amp mean
        integration time = exp time(i);
        break
    else
        integration time = exp time(i);
    end
end
end
```

A.12 Script acquisizione distanza ed ampiezza in aria

Il seguente script mette in relazioni le funzioni finora illustrate per gestire il sensore affinché autonomamente ricerchi il tempo di esposizione ottimale, ricevendo come input il valore di ampiezza media amp_mean . Il seguente script è predisposto per il controllo della temperatura alla fine di ogni acquisizione, media di n frame, e la possibilità di effettuare più prove per valutarne la ripetibilità.

```
Script per l'acquisizione di misura di distanza e ampiezza
응응
ક
   Bisogna definire
8
   n: numero di frame per ogni singola acquisizione
% n acq: numero di acquisizioni da effettuare per valutare la
8
          ripetibilità
% amp mean: valore medio di ampiezza
%% Inizializzazione
clc, clear all, close all
% Parametri da definire
n = 100;
n acq = 10;
amp mean = 1000;
% Parametri inizializzati
integration_time = zeros(n_acq,1);
mean dist = zeros(n acq,1);
mean_amp = zeros(n_acq,1);
temperature = zeros(n acq, 1);
%% Programma
s = start serial communication;
for i=1:n acq
    set power(s,1);
    integration time(i) = find integration time(s, amp mean);
    set integration time(s, integration time(i));
    [mean dist(i), mean amp(i)] = get mean dist amp(s,n);
    temperature(i) = get temperature(s);
    set_power(s,0);
end
```

A.13 Funzione di controllo temperatura del chip

Questa funzione permette di regolare la temperatura del chip in un range di temperatura compreso tra T_{min} e T_{max} . Viene utilizzata per limitare l'influenza della temperatura del sensore nelle misurazioni. Gli input richiesti sono la temperatura minima e la temperatura massima.

```
function temperature_control(s, T_min, T_max)
% s: oggetto porta seriale
8
  T min: temperatura minima di acquisizione
&
  T max: temperatura massima di acquisizione
  Variabili di controllo
8
flag 1 = 0;
flag Tmin = 0;
flag Tmax = 0;
while flag 1 == 0
   & Acquisisco temperatura
   Str = 'F5220000000000000000';
   send command(s,Str,520);
    temp = get temperature(s);
    % Controllo se la temperatura del chip è compresa tra i due limiti
    if temp >= T min
        flag Tmin = 1;
    end
    if temp >= T_max
       flag 2 = 0;
        while flag 2 == 0
            % Se la temperatura è elevata spengo il sensore per 5 secondi
           set power(s,0);
           pause(5)
            set power(s,1);
           Str = 'F5220000000000000000';
            send command(s,Str,520);
            temp_2 = get_temperature(s);
            if temp_2 <= T_min
                flag_Tmin =0;
                flag 2 = 1;
                flag Tmax = 1;
            end
        end
    else
        flag_Tmax = 1;
    end
    flag_1 = flag_Tmin && flag_Tmax;
end
end
```

A.14 Funzione ricerca tempi di esposizione per interpolazione della retta

La funzione permette la ricerca automatica di tre tempi di esposizione al quale corrispondono ampiezze pari rispettivamente a circa 800, 1000 e 1200 *LSB*, sui quali verrà interpolata una retta.

```
function integration times = find integration times(s)
% L'algoritmo analizza l'andamento dell'ampiezza in funzione del tempo di
   esposizione, trovando i tempi di esposizione a cui corrispondono i
&
  seguenti valori di ampiezza:
8
A mean = 1000;
A_{120} = 1200;
A 80 = 800;
A max = 1900;
n = 33;
exp_time = floor(linspace(1,1600,n));
for i=1:n
    set_integration_time(s,exp_time(i));
    [dist, amp] = get_mean_dist_amp(s,1);
    if amp > A_max
       max exp time = exp time(i);
       break
    else
       max_exp_time = exp_time(i);
    end
end
clear exp_time, clear amp, clear dist, clear n
n = 50;
exp time = floor(linspace(1, max exp time, n));
amp = zeros(n, 1);
dist = zeros(n,1);
clear max exp time
for i = 1:n
    set_integration_time(s,exp_time(i));
    [dist(i), amp(i)] = get_mean_dist_amp(s,1);
    if amp(i) > A_max
        break
    end
end
mean int amp = (amp(i)-amp(1))/i; % Intervallo medio tra le varie ampiezze
err amp = 1.2*mean int amp;
                                               % Errore ammissibile
mean point = find(abs(amp-A mean) < err amp, first);</pre>
up_point = find(abs(amp-(A_120)) < err_amp, first);</pre>
down point = find(abs(amp-(A 80)) < err amp, first);
integration times = [exp time(down point), exp time(mean point), exp time <
(up point)];
end
```

A.15 Funzione di interpolazione su tre punti

La funzione permette di effettuare le acquisizioni per tre diversi tempi di esposizione, calcolando la retta di regressione lineare, fornendo come output oltre alle distanze e le ampiezze medie, anche il coseno direttore, il termine noto e il coefficiente di determinazione R^2 . Richiede come input, i tempi di esposizione, il numero di frame su cui mediare i risultati, la temperatura minima e massima di esercizio.

```
function [mean dist, mean amp, m, b, R squared] = get m b(s, integration times, ∠
n frame, T min, T max)
   s: oggetto porta seriale
   integration_times: tempi di esposizione su cui interpolare la retta
2
   n frame: numero di frame
n = lenght(integration_times);
mean_dist = zeros(1,n);
mean_amp = zeros(1,n);
for i = 1:n
   set integration time(integration times(i));
    temperature control(s, T min, T max);
    [mean_dist(1, i), mean_amp(1, i)] = get_mean_dist_amp(s, n_frame);
end
mdl = fitlm(integration_times, mean_amp);
m = table2array(mdl.Coefficients(2,1));
b = table2array(mdl.Coefficients(1,1));
R_squared = mdl.Rsquared.Ordinary;
end
```

A.16 Algoritmo di acquisizione dati in soluzioni acquose

응응

Questo è lo script utilizzato per effettuare le acquisizioni nei prototipi testati.

```
Algoritmo di acquisizione dati nella soluzione
clc, clear all, close all
%% Dati preliminari da inserire prima di avviare lo script
n acq = 10; % numero di cicli del programma
n_frame = 25; % numero di frame su cui valutare le acquisizioni
              % temperatura minima in °C
T min = 40;
T max = 40.1; % temperatura massima in °C
% Inizializzazione matrici
temperature = zeros(n acq,1);
time = zeros(n_acq,1);
coefficient = zeros(n acq,2);
distance = zeros(n acq, 3);
amplitude = zeros(n acq, 3);
integration times = zeros (n acq, 3);
m = zeros(n acq, 1);
b = zeros(n_acq, 1);
R_squared = zeros(n_acq, 1);
%% Programma
s = start_serial_communication;
for i=1:n acq
   set power(s,1);
    temperature_control(s,T_min,T_max);
    integration times(i,:) = find integration times(s);
    [mean dist(i,:), mean amp(i,:), m(i), b(i), R squared(i)] = get m b(s, 
integration times, n frame, T min, T max);
    set power(s,0);
end
```

Appendice B

B.1 Disegno prototipo 1



B.2 Disegno prototipo 2



Bibliografia e sitografia

- [1] Giancarlo Ferrari, Motori a combustione interna, Esculapio, Edizione 2, ottobre 2016.
- [2] https://servizi.regione.piemonte.it/catalogo/inventario-regionale-delle-emissioniatmosfera-irea.
- [3] Theodoros Grigoratos, Georgios Fontaras, Barouch Giechaskiel, Nikiforos Zacharof, Real world emissions performance of heavy-duty Euro VI diesel vehicles, Atmospheric Environment, Volume 201, 2019, Pages 348-359, ISSN 1352-2310.
- [4] Lucas Lázaro Ferreira Squaiella, Cristiane Aparecida Martins, Pedro T. Lacava, Strategies for emission control in diesel engine to meet Euro VI, Fuel, Volume 104, 2013, Pages 183-193, ISSN 0016-2361.
- [5] Pielke, Roger A., "Atmosphere", Encyclopedia Britannica, <u>https://www.britannica.com/science/atmosphere</u>.
- [6] https://www.arpa.vda.it/en/aria/l-inquinamento-atmosferico/2531-l-ozono.
- [7] European Environment Agency, Air quality in Europe 2016 report, 2016.
- [8] Busca, Guido, Luca Lietti, Gianguido Ramis and Francesco Berti. "Chemical and mechanistic aspects of the selective catalytic reduction of NOx by ammonia over oxide catalysts: A review." Applied Catalysis B-environmental 18 (1998): 1-36.
- [9] Seneque, Mickael & Can, Fabien & Duprez, Daniel & Courtois, X. (2016). NOx SCR by urea: evidence of the reactivity of HNCO, including a specific reaction pathway for NOx reduction involving NO+NO 2. ACS Catalysis. 6. 10.1021/acscatal.6b00785.
- [10] Nova Isabella, Tronconi Enrico, "Urea-SCR Technology for deNOx After Treatment of diesel Exhausts", Springer, marzo 2014.
- [11] Dolanc, Gregor & Strmcnik, S. & Petrovcic, Janko. (2001). NOX selective catalytic reduction control based on simple models. Journal of Process Control - J PROCESS CONTROL. 11. 35-51. 10.1016/S0959-1524(99)00066-9.
- [12] Manuale IVECO T Stralis E6 AS-NT C11 4x2 (S44T).
- [13] FPT, Component Technical Requirements Urea quality sensor F1/F5/NEF/Cursor/Vector-Tier4/EUVI, gennaio 2012.
- [14] AdBlue: An Overview, N Yadav Indrajit, International Journal of Environmental Sciences, 2011.

- [15] Mario Schiavello, Leonardo Palmisano, Fondamenti di Chimica, Edises, Edizione3, ottobre 2010.
- [16] SensoTech, Meauring concentration of liquids, agosto 2018.
- [17] V. Krishna, C. H. Fan, and J. P. Longtin, "Real-time precision concentration measurement for flowing liquid solutions", Rewiew of Scientific Instruments 71, 3864-3868 (2000), https://doi.org/10.1063/1.1288236.
- [18] Polcar, A.; Čupera, J.; Kumbár, V.; Dostál, P.; Votava, I. Influence of urea concentration on refractive index of ad blue fluid evaluated by regression analysis.
 Acta Univ. Agric. Silvic. Mendelianae Brun. 2016, 64, 509–516.
- [19] B. Fahs et al., "Design and Modeling of Blue-Enhanced and Bandwidth-Extended PN Photodiode in Standard CMOS Technology," in IEEE Transactions on Electron Devices, vol. 64, no. 7, pp. 2859-2866, July 2017, doi:10.1109/TED.2017.2700389.
- [20] A. El Gamal and H. Eltoukhy, "CMOS image sensors," in IEEE Circuits and Devices Magazine, vol. 21, no. 3, pp. 6-20, May-June 2005, doi:10.1109/MCD.2005.1438751.
- [21] Melexis, Time-of-flight basics, Application-note, settembre 2020.
- [22] Refael Z. Whyte, Andrew D. Payne, Adrian A. Dorrington, Michael J. Cree,
 "Multiple range imaging camera operation with minimal performance impact",
 Proc. SPIE 7538, Image Processing: Machine Vision Applications III, 75380I (28 January 2010); <u>https://doi.org/10.1117/12.838271</u>.
- [23] Jeff Hecht, Understanding Fiber Optics, CreateSpace Independent Publishing Platform, Edizione 5, aprile 2015.
- [24] S. H. Cho, J. Godin and Y. -H. Lo, "Optofluidic Waveguides in Teflon AF-Coated PDMS Microfluidic Channels," in IEEE Photonics Technology Letters, vol. 21, no. 15, pp. 1057-1059, Aug.1, 2009, doi: 10.1109/LPT.2009.2022276.

Ringraziamenti

Per te che leggi queste poche righe e che ti sei spinto ad andare oltre le apparenze entrando nel mio mondo conquistando la mia fiducia e il mio rispetto.

A te che sei riuscito a scalfire la mia corazza di paranoie ed incertezze donandomi momenti di felicità e spensieratezza che mi hanno permesso di andare avanti.

A te che quando vedevo solo buio attorno a me hai acceso una candela illuminando il mio cammino, consigliandomi la strada migliore da seguire.

Anche a te che non leggerai mai queste parole mai sai che sei stato per me importante e che hai lasciato un pezzo di te nella mia persona.

A te e a tutte le altre persone come te che mi hanno conosciuto ed hanno creduto in me io dico grazie, io non sarei stato lo stesso senza averti incontrato.

A voi, mamma, papà e Angelo. Senza i vostri consigli sulla vita non so fin dove sarei arrivato, mi avete insegnato ad andare avanti contro ogni difficoltà, a testa alta e fiero delle mie scelte e di ogni mia azione.

A mio nonno Angelo e a mia nonna Dina, spero siate fieri di quello che sono diventato.