



Tiago Afonso de Brito Batista

Licenciado em Ciências de Engenharia Física

Construção e Caracterização de fugas de referência de gases frigoríficos

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Física

Orientador: Orlando Teodoro, Prof. Doutor, FCT-UNL

Júri:

Presidente: Prof. Doutor João Paulo Lança Pinto Casquilho

Arguente: Prof. Doutor Grégoire Marie Jean Bonfait

Vogal: Prof. Doutor Orlando Manuel Nunes Duarte Teodoro



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Junho 2013



Tiago Afonso de Brito Batista

Licenciado em Ciências de Engenharia Física

Construção e Caracterização de fugas de referência de gases frigoríficos

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Física

Orientador: Orlando Teodoro, Prof. Doutor, FCT-UNL

Júri:

Presidente: Prof. Doutor João Paulo Lança Pinto Casquilho

Arguente: Prof. Doutor Grégoire Marie Jean Bonfait

Vogal: Prof. Doutor Orlando Manuel Nunes Duarte Teodoro



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Junho 2013

Construção e Caracterização de fugas de referência de gases frigorigêneos

Direitos de cópia

Copyright© 2013 – Todos os direitos reservados. Tiago Afonso de Brito Batista.

Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Copyright

Copyright© 2013 – All rights reserved. Tiago Afonso de Brito Batista

Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Faculdade de Ciências e Tecnologia and Universidade Nova de Lisboa have the perpetual right with no geographical boundaries to archive and publish this dissertation through printed copies reproduced on paper or digital form or by any means known or to be invented, and to divulge through scientific repositories and admit your copy and distribution for educational purposes or research, not commercial, as long as the credit is given to the author and editor.

Aos meus pais, António e Maria
À minha mulher e filha, Catarina e Maria

AGRADECIMENTOS

A realização desta Dissertação de Mestrado foi possível graças à colaboração e ao contributo, de forma directa ou indirecta, de várias pessoas, às quais gostaria de exprimir algumas palavras de agradecimento e profundo reconhecimento, em particular:

Ao Prof. Doutor Orlando Teodoro que acreditou em mim, aceitando-me na sua equipa de investigação, e tanto me ensinou no decorrer de todo o meu percurso universitário.

Ao Departamento de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa por facilitar o ingresso no meio académico; um especial agradecimento ao seu secretariado pelo carinho e preocupação que sempre demonstraram.

Ao CEFITEC pela possibilidade da realização deste trabalho e de todo o trabalho de investigação que fiz nos últimos três anos; um especial agradecimento ao seu secretariado por facilitar todo o trabalho científico.

Ao METROVAC em nome da Ana que sempre esteve disposta a ajudar-me na realização deste trabalho e tanto me ajudou na integração deste laboratório.

À oficina do Departamento de Física em nome do Sr. Eduardo e do Faustino pela ajuda; um especial agradecimento ao Faustino pela paciência e todo o conhecimento partilhado.

Ao Adérito, pelo encorajamento, amizade e paciência.

À minha mulher Catarina por toda a dedicação, apoio e carinho e por me fazer ver a luz ao fundo do túnel nos momentos mais difíceis.

À minha filha Maria pelo sorriso contagiante.

Aos meus pais pelo amor incondicional e todo o apoio que deram no decorrer do meu atribulado percurso académico.

RESUMO

As preocupações ambientais estão na origem dos requisitos cada vez mais apertados no que respeita ao confinamento de gases fluorados com efeito de estufa. Em 2002, com a aprovação formal do Protocolo de Quioto pela Comunidade Europeia, estabeleceu-se a meta de reduzir em 8% as emissões de gases com efeito de estufa, incluindo em grande parte os gases fluorados como o R-134a. Neste contexto, a Comunidade Europeia estabeleceu a obrigatoriedade de inspeções periódicas a todos os equipamentos de refrigeração, de ar condicionado e bombas de calor com mais de 3 kg de gás.

As fugas de referência são fundamentais para garantir a qualidade do confinamento de gases em volumes fechados. Estas fugas geram um fluxo constante permitindo testar e calibrar detectores de fugas.

Neste trabalho foi desenvolvido o procedimento para construir fugas de referência de gases frigorigéneos, em especial de R-134a. Foi determinada a permeabilidade de várias membranas de modo a seleccionar a membrana adequada para a construção das fugas de permeação. Foi ainda necessário seleccionar o reservatório mais adequado e os meios de suporte do elemento de permeação. Por fim, as fugas de permeação construídas foram caracterizadas em termos de coeficiente de temperatura.

A adaptação da bancada de ensaio utilizada nos testes de qualificação dos detectores de fugas de gases frigorigéneos permite ao METROVAC oferecer os serviços de qualificação de detectores de fugas conforme a Norma Europeia em vigor.

Palavras chave: Fugas de permeação, R-134a, METROVAC, Detectores de fugas

ABSTRACT

Environmental concerns have given rise to increasingly tighter requirements regarding the containment of fluorinated greenhouse gases. In 2002, with the formal approval of the Kyoto Protocol by the European Community was established the goal of reducing emissions by 8% of greenhouse gas emissions, including largely fluorinated gases such as R-134a. In this context, the European Community established the requirement for regular inspections of all refrigeration equipment, air conditioning and heat pumps with more than 3 kg of gas.

The reference leaks are essential to ensure the quality of the containment of gases in closed volumes. These leaks generate a constant flow, allowing testing and calibration of leak detectors.

The aim of this work was the design of reference leaks, in particular leaks of R-134a. Permeability was determined for various membranes in order to select the suitable membrane for permeation. It was also needed the selection of the most appropriate reservoir and means of support to the element of permeation. Finally, the leaks were characterized in terms of temperature coefficient.

The apparatus upgrade used for qualification of gas leak detectors allows METROVAC to offer the qualification services for leak detectors, according to the current European Standard.

Keywords: Permeation leaks, R-134a, METROVAC, Leak detectors

ÍNDICE DE MATÉRIAS

CAPÍTULO 1	INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2	MEDIÇÃO DE MICROFLUXOS	5
2.1	INTRODUÇÃO.....	5
2.2	MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE DETERMINAÇÃO DE MICROFLUXOS.....	5
2.3	MÉTODO DE VARIAÇÃO DA PRESSÃO A VOLUME CONSTANTE	6
2.4	MÉTODO DE VARIAÇÃO DE VOLUME A PRESSÃO CONSTANTE	7
2.5	MÉTODOS POR ESPECTROMETRIA	8
CAPÍTULO 3	CLASSIFICAÇÃO DOS TIPOS DE FUGAS DE REFERÊNCIA.....	9
3.1	INTRODUÇÃO.....	9
3.2	CATEGORIAS BÁSICAS DE FUGAS DE REFERÊNCIA	10
3.2.1	<i>FUGAS DE PERMEAÇÃO</i>	10
3.2.2	<i>FUGAS DE CAPILAR</i>	12
3.2.3	<i>FUGAS DE POROSIDADE</i>	14
3.3	FUGAS DE REFERÊNCIA COM E SEM RESERVATÓRIO	14
CAPÍTULO 4	DESENVOLVIMENTO DE UMA FUGA DE REFERÊNCIA DE R-134A	17
4.1	INTRODUÇÃO.....	17
4.2	DESENVOLVIMENTO DO PROTÓTIPO DA FUGA DE REFERÊNCIA	17
4.3	DETERMINAÇÃO DA PERMEABILIDADE DAS MEMBRANAS.....	19
4.4	CARACTERIZAÇÃO DA MEMBRANA DE PERMEAÇÃO	23
4.4.1	<i>EFEITO DA PRESSÃO NA PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A</i>	24
4.4.2	<i>EFEITO DA TEMPERATURA NA PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A</i>	25
4.4.3	<i>PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A LÍQUIDO E VAPOR</i>	27
CAPÍTULO 5	PRODUÇÃO DA FUGA DE REFERÊNCIA DE R-134A	31
5.1	INTRODUÇÃO.....	31
5.2	DETERMINAÇÃO DA ÁREA DE PERMEAÇÃO DA FUGA DE R-134A	31
5.3	ENCHIMENTO DAS FUGAS DE REFERÊNCIA	33
5.3.1	<i>ALTERAÇÃO DO SISTEMA DE ENCHIMENTO DE FUGAS</i>	34
5.4	SISTEMA DE VEDAÇÃO DA FUGA DE REFERÊNCIA.....	36
5.5	AVALIAÇÃO DAS FUGAS DE REFERÊNCIA PRODUZIDAS	38
CAPÍTULO 6	ENSAIO DOS DETECTORES DE FUGAS DE GASES FRIGORIGÉNEOS.....	43
6.1	INTRODUÇÃO.....	43
6.2	PRINCÍPIOS DE DETECÇÃO DE GASES FRIGORIGÉNEOS.....	43
6.2.1	<i>DETECÇÃO POR INFRAVERMELHOS</i>	44
6.2.2	<i>DETECÇÃO POR CÉLULA SEMICONDUTORA</i>	44

6.2.3	<i>DETECÇÃO POR EFEITO DE CORONA</i>	44
6.2.4	<i>DETECÇÃO POR ÂNODO QUENTE</i>	44
6.2.5	<i>DETECÇÃO POR CONDUTIVIDADE TÉRMICA</i>	44
6.2.6	<i>DETECÇÃO POR ULTRA-SONS</i>	45
6.2.7	<i>DETECÇÃO POR TOCHA DE HALOGÉNEOS</i>	45
6.2.8	<i>DETECÇÃO POR IMAGEM LASER</i>	45
6.2.9	<i>DETECÇÃO POR ESPECTROMETRIA DE MASSA</i>	45
6.3	DESCRIÇÃO DOS TESTES DE QUALIFICAÇÃO DOS DETECTORES DE FUGAS DE GASES FRIGORIGÉNEOS PORTÁTEIS ...	46
6.3.1	<i>DETECÇÃO ESTÁTICA</i>	46
6.3.2	<i>DETECÇÃO DINÂMICA</i>	47
6.3.3	<i>LIMITE DE DETECÇÃO NUM AMBIENTE CONTAMINADO</i>	47
6.3.4	<i>TEMPO DE RECUPERAÇÃO</i>	48
6.4	PROJECTO E CONSTRUÇÃO DA BANCADA DE ENSAIO	48
CAPÍTULO 7	CONCLUSÃO.....	53
7.1	PERSPECTIVAS FUTURAS	53
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	55

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1: Categorias de fugas de referência [31].	9
Figura 3.2: Fuga de permeação a hélio de membrana de vidro, com reservatório.	11
Figura 3.3: Curva da pressão de vapor do R-134a em função da pressão e temperatura [33].	12
Figura 3.4: Fuga de hélio de capilar com reservatório e taxa de fuga fixa.	13
Figura 3.5: Fuga de gás frigorífero de capilar com taxa de fuga variável.	14
Figura 4.1: Fuga de referência a construir. No lado esquerdo encontra-se ilustrado o frasco de vidro de pirex. No lado direito encontra-se ilustrado sistema de permeação idealizado.	18
Figura 4.2: Esquema de montagem do sistema de medição de microfluxos, pelo método de subida de pressão, para determinação do coeficiente de permeabilidade das membranas ao gás R-134a.	20
Figura 4.3: Porta-amostras utilizado nos ensaios de determinação do coeficiente de permeabilidade das membranas ao gás R-134a. No interior do porta-amostras encontra-se um circuito de refrigeração que permite uma boa estabilidade térmica durante a realização dos ensaios.	21
Figura 4.4: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a a diferentes pressões.	24
Figura 4.5: Coeficientes de permeabilidade ao vapor de R-134a da membrana de silicone MVQ obtidos a 10, 15, 20, 25, 30 e 35 °C.	26
Figura 4.6: Comparação entre os coeficientes de permeabilidade da membrana de silicone MVQ em contacto com o R-134a líquido e gasoso a diversas temperaturas.	27
Figura 5.1: Previsão teórica da taxa de fuga de R-134a em função do diâmetro e da temperatura. As diferentes temperaturas representam diferentes gradientes de pressão. Apesar do coeficiente de permeabilidade da membrana MVQ diminuir com a temperatura, o aumento de Δp originado pelo aumento da temperatura do gás R-134a, produz um aumento da taxa de fuga.	33
Figura 5.2: Esquema do sistema utilizado para encher as fugas de referência de R-134a.	34
Figura 5.3: Peça construída para o novo sistema de enchimento de fugas que permite a liquefação do gás. Para uma boa condutividade térmica a peça é construída em cobre e as peças soldadas a prata.	35
Figura 5.4: Novo sistema de enchimento de fugas.	35
Figura 5.5: Esquema do sistema de vedação das fugas de permeação de R-134a. Junto ao gargalo do frasco encontra-se a anilha de neoprene, a membrana de permeação entre as anilhas metálicas.	37
Figura 5.6: Conjunto de anilhas e membrana de permeação utilizados nas fugas de R-134a. No lado esquerdo o conjunto antes da introdução de alterações: eliminação da anilha que está em contacto com a tampa (ao meio) e anilhas com concavidade (lado esquerdo).	37
Figura 5.7: Versão final do sistema de vedação das fugas de R-134a. No lado esquerdo observa-se o encaixe da anilha de neoprene que está em contacto como gargalo do frasco. No lado direito é possível observar a saliência da anilha que está em contacto com a membrana de permeação.	38

Figura 5.8: Taxas de fuga das fugas de R-134a em função do diâmetro que define a área de permeação. Os pontos a verde simbolizam os resultados obtidos experimentalmente a 23 °C. As curvas representam os valores teóricos considerando diferentes áreas de permeação também a 23 °C.....	40
Figura 5.9: Taxas de fuga de R-134a em função do diâmetro que define a área de permeação. Os pontos a verde simbolizam os resultados obtidos experimentalmente a 25 °C. A curva representa os valores previstos considerando a área de permeação meia esfera.....	41
Figura 6.1: Esquema da bancada de ensaio utilizada para a qualificação dos detectores de fugas.	47
Figura 6.2: Circuito projectado para a fonte de tensão regulada e ajustável (3,5 a 12,3 V) utilizada na transformação da tensão da rede numa tensão mais baixa e contínua, indicada para o novo motor.....	50
Figura 6.3: Circuito completo da electrónica de controlo da bancada de ensaio.....	51
Figura 6.4: PCB após a montagem de todos os componentes electrónicos.....	51

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1: HFC's disponíveis na indústria utilizados na substituição dos CFC's e HCFC's.....	2
Tabela 4.1: Resultados dos coeficientes de permeabilidade ao gás R-134a, para as diversas membranas ensaiadas, a uma temperatura média de 23 °C.	22
Tabela 4.2: Previsão teórica das taxas de fuga de R-134a para as membranas ensaiadas, assumindo que o diâmetro do furo, que estabelece a área de exposição, é 2 mm.....	23
Tabela 4.3: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a a diferentes pressões... 25	
Tabela 4.4: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a líquido e gasoso a diversas temperaturas.....	28
Tabela 4.5: Previsão teórica da taxa de fuga de fuga de R-134a a 15, 20, 25, 30 e 35 °C assumindo que o diâmetro do furo, que estabelece a área de exposição, é 2 mm, considerando os coeficientes de permeabilidade verificados para o gás R-134a líquido e gasoso.....	28
Tabela 5.1: Previsão teórica da taxa de fuga de R-134a a 20° C, considerando a área de permeação idêntica a uma círculo.....	32
Tabela 5.2: Taxa de fuga obtida experimentalmente e teoricamente, para 23 °C, para as três fugas de R-134a construídas.	39
Tabela 5.3: Taxa de fuga obtida experimentalmente e teoricamente, para 25 °C, para as fugas de R-134a construídas.....	41

SIMBOLOGIA E NOTAÇÕES

CEFITEC	<i>Centro de Física e Investigação Tecnológica</i>
CFC	<i>Chloro-Fluoro-Carbon</i>
GWP	<i>Global Warming Potencial</i>
HCFC	<i>Hydro-Chloro-Fluoro-Carbon</i>
HFC	<i>Hydro-Fluoro-Carbon</i>
INRIM	<i>Instituto Nazionale di Ricerca Metrologica</i>
LED	<i>Light-Emitting Diode</i>
LNE	<i>Laboratoire National et d'Essais</i>
METROVAC	<i>Laboratório de Metrologia e Tecnologia de Vácuo</i>
MQ	<i>Metil Silicone</i>
MVQ	<i>Metil Vinil Silicone</i>
NIST	<i>National Institute of standards and technology</i>
ODP	<i>Ozone Depletion Potencial</i>
PCB	<i>Printed Circuit Board</i>
PTB	<i>Physikalisch Technische Bundesanstalt</i>

Capítulo 1 INTRODUÇÃO

Historicamente tem-se observado um desencadear de factores que têm contribuído e agravado a degradação ambiental. Tomando conhecimento da importância do *meio Ambiente* para a vida e equilíbrio natural do planeta, a consciência mundial, vários órgãos, países e pessoas despertaram ao longo dos anos sentimentos de prevenção e de preocupação com a destruição dos bens ambientais existentes, conduzida pelo Homem. Nos meados dos anos de 1940 e 1960, a Conferência Científica da ONU sobre a Conservação e Utilização de Recursos e a Conferência sobre Biosfera, respectivamente, marcaram o início da ideia internacional da preservação ambiental.

Durante décadas os sistemas de refrigeração e de ar condicionado utilizaram os clorofluorcarbonos, ou clorofluorcarbonetos (CFCs), e os hidroclorofluorcarbonos, ou hidroclorofluorcarbonetos (HCFCs). As perdas através de fugas dos CFCs e HCFCs ajudaram a deteriorar a camada de ozono e, conseqüentemente, contribuíram para o aquecimento global terrestre. Perante a destruição da camada de ozono várias nações mobilizaram-se. Em 1985, a Convenção de Viena para a Protecção da Camada de Ozono foi assinada por dezenas de países. Dois anos depois foi estabelecido o Protocolo de Montreal sobre as substâncias que destroem a camada de ozono, que exigia aos países signatários uma paragem total na produção e uso dos CFCs e HCFCs.

Como alternativa aos CFCs e HCFCs foram criados os hidrofluorcarbonetos (HFCs), gases frigorigéneos que contêm hidrogénio, fluor e carbono (Tabela 1.1). Como os HFCs não incluem cloro, não danificam a camada de ozono, como se pode observar pelos valores de ODP – *Ozone Depletion Potencial* (Potencial de Destruição de Ozono) referidos na tabela. O ODP é o valor que se refere à quantidade destruída de ozono estratosférico causado por uma dada matéria e o impacto causado pelo CFC-11 (definido como 1). No entanto, os HFCs são climaticamente muito activos e extremamente persistentes no ambiente, sendo gases de efeito de estufa muito potentes. O Potencial de Aquecimento Global ou o Factor de Aquecimento Global (GWP – *Global Warming Potencial*) é uma medida de como determinada quantidade de gás de efeito de estufa contribui para o aquecimento global. O GWP compara o gás em questão com a mesma quantidade de dióxido de carbono (cujo potencial está definido como sendo 1). O HFC-134, por exemplo, que é utilizado nos aparelhos de ar condicionado de automóveis, apresenta um ODP igual a zero e é 1300 vezes mais activo que o CO₂.

Tendo como objectivo a redução dos gases de efeito de estufa surgiu, em 1997, o Protocolo de Quioto. Contudo, não foram definidas as acções que visavam a limitação das emissões dos gases de efeito de estufa. Em 2002, com a aprovação formal do Protocolo de

Quioto pela Comunidade Europeia, estabeleceu-se a meta de reduzir em 8% as emissões de gases de efeito de estufa. Esta meta deu origem ao Regulamento Europeu 842/2006 que define a estanquidade como elemento chave para a redução da emissão dos gases frigorigêneos [1]. O regulamento estabelece a obrigação de inspeções periódicas, por pessoal certificado, para todos os equipamentos e/ou instalações que possuam mais de 3 kg de gases frigorigêneos. Por outro lado, o Regulamento Europeu 1516/2007 estabelece os requisitos de sensibilidade para os detectores de fugas de gases frigorigêneos [2]. Determina que deverão ter limite de detecção de 5 g/ano e serem verificados anualmente. A aplicação de regulamentação referente às inspeções exigiu a elaboração de procedimentos de verificação dos detectores de fugas. A norma EN 14624 publicada em Julho de 2005 “*Performances of mobile leak detectors and of room controllers of halogenated refrigerants*” [3] descreve um método de teste para a qualificação destes detectores, que requerem fugas de referência de gases frigorigêneos [4],[5]. Em Janeiro de 2012 a norma EN 14624:2012 é substituída pela norma EN 14624:2012 [6].

Tabela 1.1: HFC's disponíveis na indústria utilizados na substituição dos CFC's e HCFC's [7].

<i>Nomenclatura</i>	<i>Nº</i>	<i>Fórmula química</i>	<i>Toxicidade</i>	<i>ODP</i>	<i>GWP</i>
<i>Puros</i>					
Difluorometano	R-32	CH ₂ F ₂	Baixa	0	650
Pentafluoroetano	R-125	CHF ₂ CF ₃	Baixa	0	2800
1,1,1,2-Tetrafluoroetano	R-134a	CH ₂ FCF ₃	Baixa	0	1300
1,1,1,2-Tetrafluoroetano	R-143a	CH ₃ CF ₃	Baixa	0	3800
<i>Misturas</i>					
—	R-404A	R125/143a/134a (44/52/4)	Baixa	0	3260
—	R-407C	R32/125/134a (23/52/52)	Baixa	0	1530
—	R-410A	R32/125 (50/50)	Baixa	0	1730

O METROVAC – Laboratório de Metrologia e Tecnologia de Vácuo, laboratório do CEFITEC (Centro de Física e Investigação Tecnológica) da Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, é um laboratório de serviços à comunidade científica e à indústria, sendo perito em calibrações de pressões abaixo da atmosfera, ensaios de estanquidade e detecção de fugas assim como na qualificação de detectores de fugas de gases frigorigêneos.

A presente dissertação descreve a construção e caracterização de fugas de permeação de R-134a, para possível utilização como padrões de caracterização e verificação de

detectores de fugas, assim como, a melhoria do sistema de qualificação de detectores de fugas existente no METROVAC. Foi escolhido o R-134a não só pela sua utilização como substituto típico aos gases CFCs [8], [9], [10] mas também porque é o gás frigorígeno de referência na caracterização de detectores de fugas segundo a norma EN 14624:2012 [6]. Contudo, partindo do mesmo princípio de concepção considera-se possível a produção de fugas de outros gases frigorígenos, como os apresentados na Tabela 1.1.

Capítulo 2 MEDIÇÃO DE MICROFLUXOS

2.1 INTRODUÇÃO

A taxa de fluxo é definida como a quantidade de matéria por unidade de tempo que atravessa uma superfície. O termo microfluxo é aplicado quando se fala de taxas de fluxos muito pequenas, como por exemplo o das fugas de hélio (ex: 10^{-8} mbar.L/s).

Existem vários aparelhos de medições de caudais, fluxímetros. Estes aparelhos baseiam-se em diferentes princípios de funcionamento, os mais usuais medem diferenças de pressão do gás que passa através de uma restrição, sendo as formas mais comuns tubos de Venturi, tubos de Pitot ou simples orifícios circulares. Outros princípios de funcionamento incluem a transferência de momento ou a transferência de calor. No entanto, estes princípios aplicam-se a situações de medição de caudais nas quais se sabe a ordem de grandeza destes; não são normalmente aplicáveis em situações de determinação de um caudal sobre o qual não se possui informação. Acresce ainda o facto de nenhum destes princípios ser bom para medir fluxos muito pequenos.

Os geradores de fluxos apresentados pelos autores em [11], [12] e [13] utilizam pequenos orifícios e tubos de Venturi para realizarem calibrações de fluxos molares. A técnica da subida de pressão também está convenientemente caracterizada para efectuar o mesmo género de medições [14], [15], assim como a técnica de espectrometria de massa [16], [17] e [18]. Estes sistemas são construídos para fugas que debitam para vácuo e não, como se pretende no nosso caso, para a pressão atmosférica. É colocado ainda o problema da rastreabilidade da calibração, só disponível para as fugas de hélio, o gás mais utilizado na detecção de fugas.

2.2 MÉTODO GRAVIMÉTRICO DE DETERMINAÇÃO DE MICROFLUXOS

Quando o fluxo que se pretende determinar é proveniente de um volume isolado pode-se aplicar o método gravimétrico. Este método consiste na medição da variação da massa do recipiente no tempo.

O facto do regime do fluxo não ser desprezável faz com que os métodos utilizados para a calibração em vácuo não possam ser utilizados directamente na calibração das fugas de

gases frigorigêneos. Como até recentemente não se encontravam disponíveis padrões primários, os fabricantes de fugas de gases frigorigêneos recorreram ao método gravimétrico para realizar a calibração das fugas de acordo com as suas condições de trabalho (à pressão atmosférica). Este método, embora simples de executar, apresenta as suas restrições. Na escolha da balança é necessário ter em conta a ordem de grandeza dos fluxos a determinar, directamente relacionada com a resolução da balança, e o peso do recipiente do qual se pretende determinar o fluxo, relacionado com a massa máxima que a balança mede. Estas duas características, resolução e massa máxima são normalmente inversamente proporcionais. Balanças com resoluções consideráveis têm preços reduzidos, no entanto, para que se veja alguma alteração na massa é necessário que passem dias ou mesmo meses. Outra restrição é a incerteza associada a esta metodologia, superior a 26% [19], ultrapassando os 15% estabelecidos pela norma EN 14624. Contudo, recentemente foram publicados resultados sobre o desenvolvimento de um método gravimétrico para calibração de fugas de freón. As medições são realizadas com pelo menos com 30 horas de intervalo e têm disponíveis dois instrumentos que podem utilizar na calibração que, em conjunto, permitem calibrar fugas entre 1 e 50 g/ano com uma incerteza máxima de 15% [20], [21].

2.3 MÉTODO DE VARIAÇÃO DA PRESSÃO A VOLUME CONSTANTE

O método de variação de pressão consiste em medir a subida de pressão sofrida num volume de valor conhecido, quando esta se deve ao fluxo que se pretende determinar.

Os ensaios por este método são realizados normalmente com o elemento permeável como interface entre dois meios com volumes conhecidos. Evacuando ambos, e enchendo um deles com o gás pretendido, verifica-se no outro uma subida de pressão que, antes de apresentar um fluxo constante, apresenta uma zona de transição. Quando a pressão sobe linearmente tem-se o valor do caudal dado pelo produto do declive da recta de subida de pressão pelo volume do meio que está a encher.

O tempo de duração de um ensaio típico pode ser de algumas horas, o que leva a algumas observações a nível da diferença de pressão mantida na interface. A pressão a montante pode ser mantida constante, basta para isso continuar a alimentar a câmara de gás. Em contrapartida, a pressão a jusante vai aumentando e, sendo necessária esta subida para o cálculo do fluxo, não há nada que se possa fazer em relação a isso. Este aumento de pressão implica uma diminuição da diferença de pressões na interface, logo estes ensaios têm de ser realizados suficientemente rápido para que a variação da diferença das pressões possa ser desprezada. No entanto é uma fonte de incerteza deste método.

A condição descrita anteriormente implica que se, por exemplo, a pressão a montante está nos 1000 mbar não se quer que a pressão a jusante chegue muito acima de 1 mbar, o que

apresenta um problema. A estas pressões é preciso considerar a desgaseificação da câmara e, por esta razão, a preparação dos ensaios é muito mais morosa que o ensaio em si. Em cada ensaio realizado é necessário garantir que a câmara se encontra completamente limpa, e para isso é forçada a desgaseificação, normalmente por *baking*. Mesmo com esta limpeza a desgaseificação ainda tem de ser tida em conta, aparecendo também como fonte de incerteza deste método.

2.4 MÉTODO DE VARIAÇÃO DE VOLUME A PRESSÃO CONSTANTE

A entrada de gás num espaço fechado provoca o aumento de pressão desse espaço. O método de variação de volume consiste em medir a variação de volume necessária nesse espaço para manter a sua pressão constante.

O padrão primário construído no METROVAC e utilizado para a calibração de fugas que debitam para pressão atmosférica é baseado no método de variação de volume a pressão constante. Para se realizar a calibração a fuga é colocada num suporte especial de modo a facilitar a ligação ao sistema sem provocar fugas no mesmo. Para monitorizar a pressão no sistema utiliza-se um barómetro de precisão (Druck DPI 142). A pressão é controlada através do deslocamento de uma seringa de 1ml. A seringa encontra-se inserida num suporte que está ligado a um motor (Syringepump, modelo NE-500) que permite controlar o seu movimento. A seringa é ajustada automaticamente para que a pressão no sistema atinja a pressão de trabalho.

Durante o processo de calibração a fuga encontra-se a debitar para o volume e eventualmente a pressão de trabalho é atingida. Quando essa pressão é ultrapassada (na ordem da resolução do barómetro, ou seja em 0,01 mbar), o motor é accionado de forma a compensar instantaneamente essa pressão para o valor de trabalho. As calibrações são tipicamente efectuadas a uma pressão de 1000 mbar, contudo o sistema pode operar a qualquer pressão que se pretenda.

A calibração de fugas de referência (fugas *sniffer*) utilizando este método foi descrita, pela primeira vez, por Wälchli *et al.* [22]. Mais tarde, o Laboratório Nacional de Metrologia Alemão (PTB) publicou resultados sobre um sistema semelhante de calibração de fugas de referência [23]. Este novo sistema cobre uma gama de fugas com fluxo molar entre 4×10^{-11} e 4×10^{-9} mol/s, que corresponde a uma gama de fugas de R-134a com taxa de fuga entre 0,2 e 13 g/ano e incerteza mínima obtida de 0,33%. Mais recentemente, o Laboratório Nacional de Metrologia italiano (INRIM) também publicou resultados referentes a um padrão primário desenvolvido, semelhante ao padrão descrito em [23], para calibração de fugas de referência com gamas entre 4×10^{-10} e 2×10^{-7} mol/s, que corresponde a uma gama de fugas de R-134a com taxa de fuga entre 1,3 e 640 g/ano e incerteza relativa entre $0,4 \times 10^{-2}$ e $4,6 \times 10^{-2}$ [24]. Na

mesma altura o Laboratório Nacional Francês de Metrologia (LNE) desenvolveu um sistema de calibração de fluxos gasosos, para uma gama entre 4×10^{-12} e 4×10^{-7} mol/s, de fugas a debitar para vácuo ou para a pressão atmosférica [25]. Os resultados obtidos foram comparados com os resultados do padrão descrito em [26], apresentando compatibilidade entre os dois métodos.

2.5 MÉTODOS POR ESPECTROMETRIA

Na espectrometria de massa o fluxo é determinado pela corrente iónica obtida no espectrómetro para o gás desejado. Os espectrómetros de massa de fase gasosa funcionam em vácuo e a corrente que medem para cada massa é proporcional à pressão parcial dessa espécie na câmara de vácuo. No caso de um fluxo a entrar na câmara onde se encontra o espectrómetro, se esta tiver uma velocidade de bombeamento constante, então a pressão parcial do gás desse fluxo é proporcional ao próprio fluxo, havendo assim uma relação directa entre o fluxo e a corrente no espectrómetro. No entanto, apenas conhecendo a constante de proporcionalidade entre corrente e fluxo é que é possível determinar o fluxo. Assim, os ensaios realizados por espectrometria de massa são sempre comparativos, a cada ensaio a constante de proporcionalidade é dada pela corrente produzida por um caudal conhecido. Outra limitação está na sensibilidade do espectrómetro de massa, que ainda assim pode ser aumentada recorrendo à técnica de acumulação-vazamento [27]. A mais-valia deste método é a distinção entre as espécies moleculares numa mistura de gases, obtendo-se directamente informação sobre a selectividade da passagem dos gases pelo elemento permeável.

Nos últimos anos o Laboratório Nacional Francês de Metrologia (LNE) desenvolveu um padrão primário para a calibração de fugas de referência (fugas *sniffer*), com vazamento para a pressão atmosférica. Neste método a taxa de fuga é obtida pela variação da concentração do gás que é debitado da fuga, recorrendo à técnica de espectrometria fotoacústica, em que a incerteza expandida para fugas entre 1 e 5 g/ano se situa entre os 2%, dependendo do valor da fuga que se pretende calibrar [28], [26]. Através da técnica de espectrometria de infravermelhos e espectrometria fotoacústica, os autores em [29] e [30] utilizam o mesmo método de acumulação para medir a taxa de fuga em sistemas de ar condicionado e estabelecer uma previsão da taxa de fuga anual deste tipo de sistemas de refrigeração, aplicados a condições reais.

Capítulo 3 CLASSIFICAÇÃO DOS TIPOS DE FUGAS DE REFERÊNCIA

3.1 INTRODUÇÃO

As fugas de referência, calibradas ou padrão, são amplamente utilizadas pela indústria para várias aplicações tais como calibração de espectrómetros de massa e calibração de detectores de fugas. São ainda utilizadas para medir a velocidade de bombeamento de bombas de vácuo e para calibrar medidores de pressão. As fugas de referência são construídas de modo a debitarem um determinado fluxo. A capacidade de debitar quantidades controladas de gases a taxas de fuga relativamente baixas faz das fugas de referência uma escolha popular para padrões de calibração. Com a implementação de restrições mais apertadas de controlo da qualidade para muitos processos industriais, a quantificação e controlo das taxas de fuga torna-se um assunto cada vez mais importante, colocando exigências crescentes na compreensão do comportamento das fugas e na medição precisa das taxas de fuga[27].

As fugas de referência podem ser divididas em duas categorias: (1) fugas com reservatório, que contêm o seu próprio gás, e (2) fugas sem reservatório, cujo gás sinalizador é adicionado durante o ensaio. Na Figura 3.1 está ilustrado um esquema com a classificação das fugas de referência.

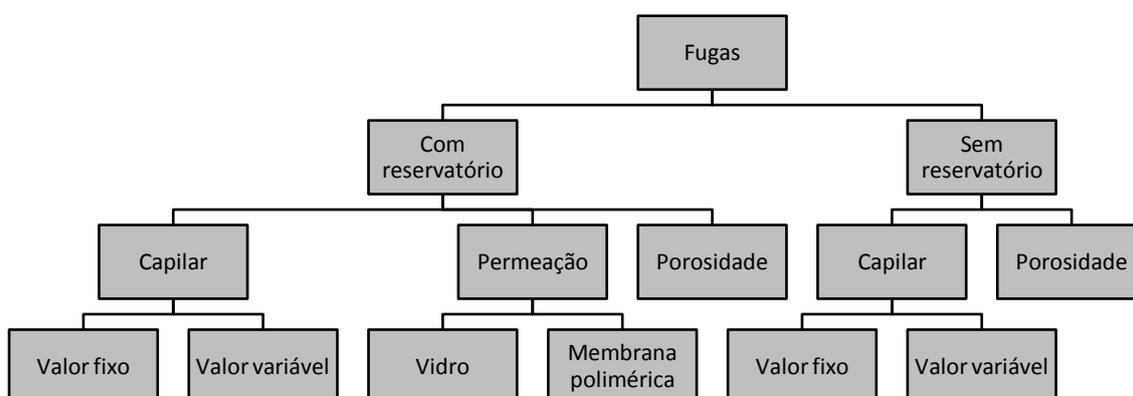


Figura 3.1: Categorias de fugas de referência [31].

3.2 CATEGORIAS BÁSICAS DE FUGAS DE REFERÊNCIA

Conforme ilustra a Figura 3.1 as fugas, com e sem reservatório, podem ser agrupadas em três categorias distintas:

- Fugas de permeação - fugas que dependem da permeabilidade de um determinado material a uma ou mais espécies de gás;
- Fugas de capilar- fugas por orifícios que permitem a passagem de gás na presença de um diferencial de pressão;
- Fugas de porosidade – este tipo de fugas, não tão comum como as anteriores, consistem de uma peça metálica, de cerâmica ou de vidro que contém poros extremamente finos.

Nas fugas de permeação, a dimensão e composição da membrana, assim como o diferencial de pressão, permitem obter uma gama quase infinita de taxas de fuga. As fugas de permeação apresentam coeficientes de temperatura (dependência da taxa de fuga com a temperatura) elevados, possibilitando meios adicionais para extensão da gama das taxas de fuga, quando os restantes parâmetros não permitem.

Nas fugas de capilar, a variação dimensional do capilar e do diferencial de pressão, permitem obter uma gama considerável de taxas de fuga. Como estas fugas apresentam coeficientes de temperatura baixos, a temperatura não é um factor importante na variação da taxa de fuga.

3.2.1 FUGAS DE PERMEAÇÃO

As fugas de permeação têm como principais características:

- Coeficiente de temperatura elevado;
- Relativamente frágeis quando são construídas com vidro;
- Permitem um gama quase infinita de taxas de fuga, dependendo da composição do material e da dimensão da membrana, assim como do diferencial de pressão;
- O fluxo tem resposta linear com a respectiva concentração de gás no interior do reservatório;
- Usualmente são bastante estáveis durante longos períodos de tempo;
- Estão restrictas aos gases para os quais existem materiais de permeação disponíveis;
- Não entopem.

Na construção das fugas de permeação é usado o princípio da difusão de um gás através de uma parede fina (seja vidro, membrana, etc.). No reservatório, o gás permeia pela

parede, da zona de alta concentração para a mais baixa. A maior vantagem deste tipo de fugas de referência está nos fluxos ultra baixos que conseguem debitar (até 10^{-11} Pa.m³/s). A sua elevada dependência da temperatura, assim como só poderem ser construídas com gases que permeiam por uma determinada parede ou membrana, estão entre as desvantagens destas fugas. Na Figura 3.2 está ilustrada uma fuga comum de permeação de hélio. Esta fuga é constituída por um reservatório metálico preenchido com hélio, onde numa das extremidades se encontra uma membrana de vidro por onde hélio se difunde a uma determinada taxa. A fuga inclui ainda duas válvulas, uma para reabastecer de gás e outra para isolar a fuga do sistema onde se encontra ligada. Esta válvula não deve permanecer muito tempo fechada para evitar a acumulação de gás, que poderá alterar a estabilidade da fuga. As propriedades e estabilidade das fugas de permeação de hélio foram avaliadas pelo NIST, uma vez que mais de 92% das fugas calibradas por esta entidade eram desta tipologia [32].

Geralmente, as fugas de permeação que existem no mercado são construídas para debitarem em vácuo, no entanto também existem fugas para débito à atmosfera.

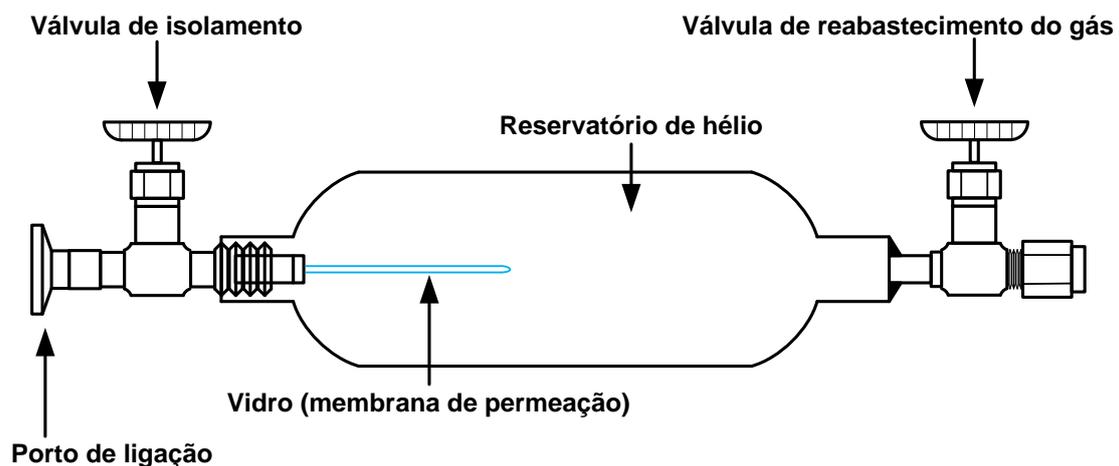


Figura 3.2: Fuga de permeação a hélio de membrana de vidro, com reservatório.

A construção de fugas de permeação com gases frigorigêneos difere em relação às fugas de hélio ou outro gás não condensável. Nas fugas de gases frigorigêneos é utilizado um frasco como reservatório para o gás desejado (por exemplo, o R-134a), no topo do frasco encontra-se a membrana por onde o gás permeia. Neste caso, a taxa de fuga depende do coeficiente de permeabilidade da membrana à espécie de gás pretendida, da espessura da membrana, da área de exposição e do gradiente de pressão. Não existem muitas fugas referência de gases frigorigêneos no mercado, além disso a informação sobre este tipo de fugas na literatura é praticamente inexistente.

A principal diferença entre as fugas de permeação de gases frigorigêneos para as de hélio é coexistirem duas fases da espécie de gás (vapor e líquido) no reservatório. A pressão de enchimento e o gradiente de pressão também diferem bastante entre os dois tipos de fugas.

Na Figura 3.3 está ilustrada a curva de saturação do gás refrigerante R-134a, em função da temperatura e pressão (valores obtidos no *website* do NIST)[33]. Como é possível observar, à temperatura ambiente (23°C), a pressão do R-134a é aproximadamente de 5 bar, em oposição às dezenas de bar com que habitualmente se costumam encher as fugas de hélio.

Pelos motivos referidos anteriormente, as fugas de permeação de gás R-134a são as que se pretendem construir e caracterizar.

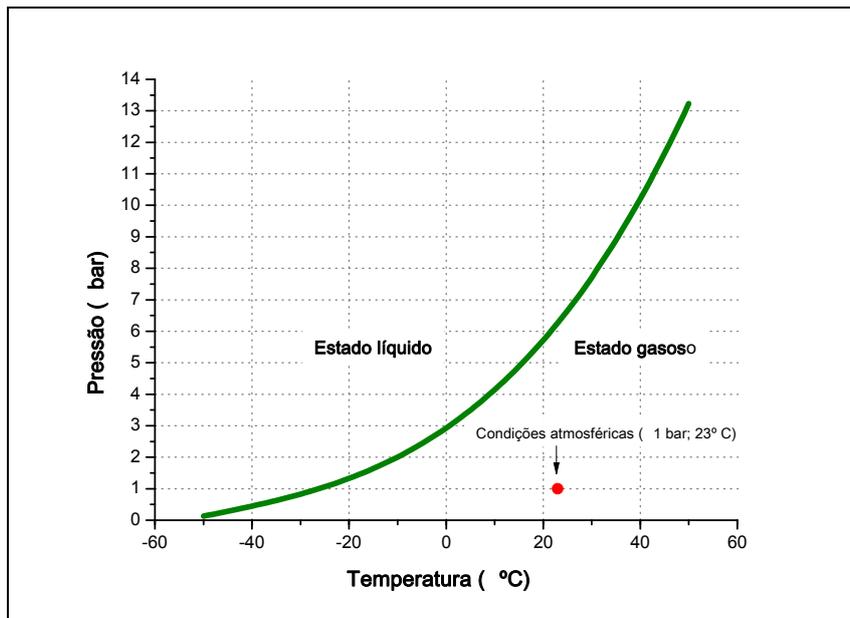


Figura 3.3: Curva da pressão de vapor do R-134a em função da pressão e temperatura [33].

3.2.2 FUGAS DE CAPILAR

As principais características das fugas de referência de capilar são:

- Coeficientes de temperatura relativamente baixos;
- Robustas, podem suportar diferenciais de pressão até 10 MPa (100 atm);
- Permitem uma gama de fluxos considerável através da variação dimensional do capilar e do diferencial de pressão;
- Entopem facilmente com pequenas impurezas ou pela condensação de vapores.

As fugas de capilar são compostas por uma peça de metal ou de vidro, fixa a uma estrutura metálica, com um único orifício. Quando sujeita a um diferencial de pressão, o gás flui pelo orifício com uma determinada taxa de fuga. Estas fugas podem ter taxa de fuga fixa ou variável.

Fugas com taxa de fuga fixa

As fugas de referência do tipo capilar são construídas utilizando tubos de vidro com espessuras reduzidas ou ainda tubos metálicos finos esmagados. Tipicamente estas fugas são produzidas para debitarem taxas de fuga mais elevadas, até 10^{-8} Pa.m³/s. A produção de fugas de capilar com taxas de fuga mais reduzidas é possível, no entanto a grande probabilidade de entupirem torna estas fugas difíceis de manipular. Existem fugas de capilar com ou sem reservatório e podem ser calibradas para débito de um gás ou de uma variedade de gases. Na Figura 3.4 está ilustrada uma fuga de capilar com reservatório. O manómetro permite verificar a pressão no interior do reservatório. O valor da taxa de fuga só varia se a pressão no interior do reservatório for alterada, caso contrário o valor da taxa de fuga mantém-se fixa. As fugas de referência do tipo capilar com taxa de fuga fixa são frequentemente utilizadas na caracterização de sistemas de calibração [23], [24] e [25].

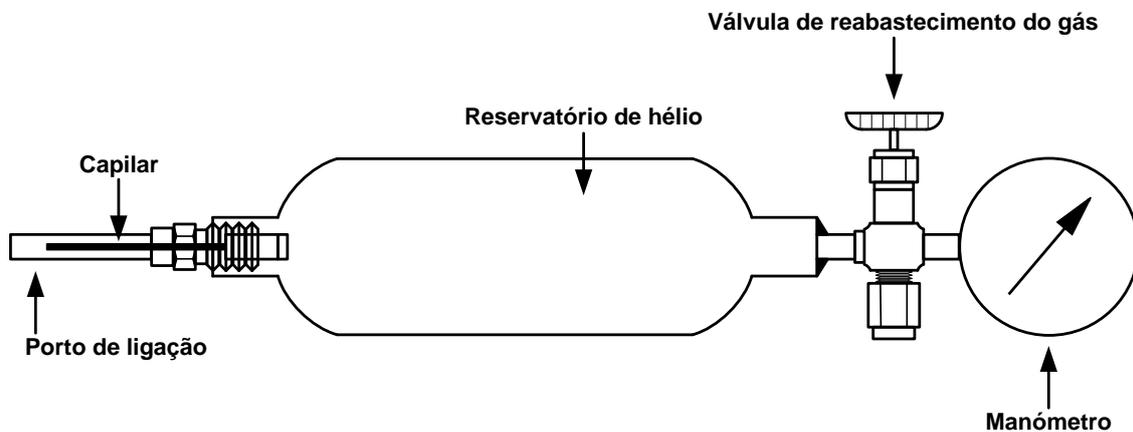


Figura 3.4: Fuga de hélio de capilar com reservatório e taxa de fuga fixa.

Fugas com taxa de fuga variável

Este tipo de fugas encontra-se disponível para gamas de 10^{-8} Pa.m³/s até 10^{-5} Pa.m³/s. Na Figura 3.5 está ilustrada uma fuga de gases frigorigéneos com taxa de fuga variável. É possível observar o reservatório que contém o gás frigorigéneo, como o R-134a (em estado líquido), ligado ao reservatório de vapor por uma válvula. Uma parte do gás armazenado no reservatório de gases passa, em forma de vapor, para o outro reservatório. A taxa de fuga debitada pelo capilar depende da pressão a que se encontra o reservatório de vapor. Para aumentar a pressão no reservatório de vapor é aberta a válvula que se encontra entre os dois reservatórios. A pressão no reservatório de vapor baixa quando é aberta a válvula de descarga que se encontra ligada a este reservatório.

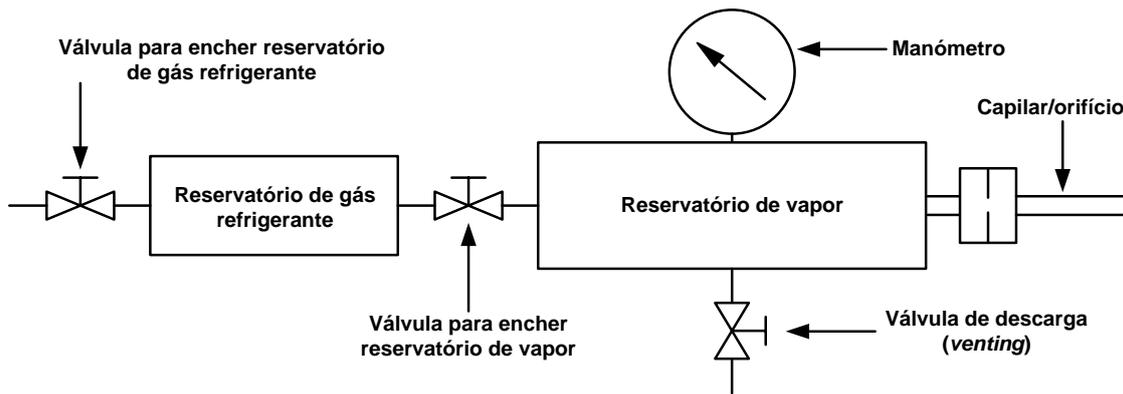


Figura 3.5: Fuga de gás refrigerante de capilar com taxa de fuga variável.

3.2.3 FUGAS DE POROSIDADE

As fugas de porosidade são construídas com recurso a uma peça de metal, de cerâmica ou de vidro, que contém poros extremamente finos. A maior vantagem que estas fugas apresentam é que o fluxo que passa pelos poros é do tipo molecular, permitindo calcular, através da teoria cinética dos gases, a modificação da taxa de fuga resultante da alteração do gás. Este tipo de fugas existe com e sem reservatório, sendo as menos comuns das já referidas.

3.3 FUGAS DE REFERÊNCIA COM E SEM RESERVATÓRIO - COMPARAÇÃO

Nas fugas de referência com reservatório a incerteza da taxa de fuga provém da combinação da incerteza da calibração, efeitos com a temperatura e a estabilidade da fuga. De todas estas contribuições, a estabilidade da fuga é a mais difícil de contabilizar. Nas fugas de capilar podem ocorrer alterações na taxa de fuga devido a algum tipo de bloqueio no capilar. No caso das fugas de permeação de vidro, a alteração da taxa de fuga pode ocorrer devido a pequenas imperfeições existentes no vidro, por exemplo, microfissuras. As fugas de referência com reservatório são geralmente mais estáveis em relação às fugas que não possuem reservatório.

As fugas sem reservatório são constituídas por um orifício ou por um conjunto de orifícios que permitem a passagem de um gás a uma determinada taxa de fuga. O fornecimento de gás a este tipo de fugas de referência é feito a uma concentração, pureza e pressão conhecidas.

A incerteza da taxa de fuga destas fugas provém da combinação da incerteza da calibração, efeitos com a temperatura, a estabilidade da fuga, a pureza do gás de

pressurização e as incertezas das medições da pressão do gás e da temperatura. Devido à sua constituição, estas fugas têm grande tendência a entupir. Para evitar este tipo de problemas o gás a fornecer a estas fugas deve estar livre de partículas e/ou impurezas.

Capítulo 4 DESENVOLVIMENTO DE UMA FUGA DE REFERÊNCIA DE R-134A

4.1 INTRODUÇÃO

A escolha dos parâmetros para a concepção de uma fuga de referência de permeação teve em consideração as seguintes premissas: obter uma taxa de fuga de 5g/ano, produção simples, custo de produção dentro dos valores de outras fugas disponíveis no mercado, ser facilmente transportável, possuir boa estabilidade temporal e, finalmente, a fuga de referência possuir robustez e durabilidade admissíveis.

Para se atingirem os objectivos propostos, os componentes da fuga tinham de ser definidos:

- Tipo de reservatório;
- Elemento de permeação;
- Definição da área de permeação;
- Elemento de vedação.

4.2 DESENVOLVIMENTO DO PROTÓTIPO DA FUGA DE REFERÊNCIA

No início do desenvolvimento do protótipo da fuga de permeação de R-134a foi necessário escolher os materiais a utilizar. Estabeleceu-se assim a utilização de um frasco de vidro temperado, o reservatório e uma tampa, onde é colocada a membrana de permeação. Na tampa seria feito um furo, com determinado diâmetro, que estabelecia a área exposta da membrana de permeação e consequentemente a taxa de fuga. Na Figura 4.1 está ilustrada a fuga de referência que se pretendia construir.

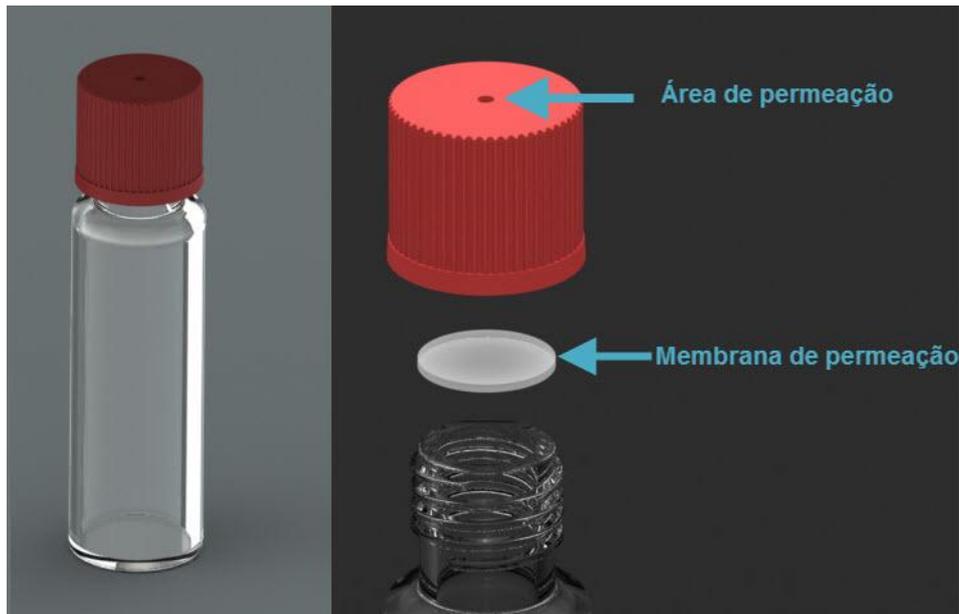


Figura 4.1: Fuga de referência a construir. No lado esquerdo encontra-se ilustrado o frasco de vidro de pirex. No lado direito encontra-se ilustrado sistema de permeação idealizado.

Por definição, a taxa de fuga, no caso de fugas de permeação, é obtida pela equação:

$$q = \frac{Pe \cdot A \cdot \Delta p}{d} \quad \text{equação 4.1}$$

Em que:

q é a taxa de fuga em mol/s ;

Pe é o coeficiente de permeabilidade da membrana de permeação em $mol/(Pa \cdot m \cdot s)$;

A é a área de permeação em m^2 ;

Δp é o gradiente de pressão entre a pressão interna da fuga e a exterior (pressão atmosférica) em Pa ;

d é a espessura da membrana de permeação em m .

Foram testados diversos tipos de frascos. A sua dimensão, o tipo de vidro de que eram feitos e o tipo de gargalo foram as características testadas. A dimensão dos frascos a utilizar foi decidida tendo em consideração a durabilidade da fuga de referência, um frasco pequeno implicaria uma baixa durabilidade. Os primeiros ensaios permitiram revelar que alguns tipos de frascos não suportavam a pressão existente no seu interior (em condições atmosféricas normais é aproximadamente 5 bar). O tipo de gargalo, com influência directa na vedação, foi a principal característica a ter em conta na escolha dos frascos. Foram consideradas duas opções, frascos com gargalo roscado e sem rosca. Foi adquirido um encapsulador manual para fechar os frascos sem rosca, mas a sua utilização mostrou-se pouco atractiva, os vários ensaios efectuados revelaram, na maior parte dos casos, fugas laterais.

Assim, após realização dos ensaios, a escolha recaiu sobre os frascos de vidro de pirex reforçado, com gargalo roscado, e capacidade de 20 ml, conforme ilustra a Figura 4.1.

Concluída a seleção do frasco, foi necessário determinar as restantes componentes da fuga de permeação.

Para se obter as taxas de fuga desejadas, as variáveis da equação 4.1 foram inicialmente dimensionadas para uma taxa de fuga de 5g/ano, quando esse objectivo fosse atingido aplicava-se o mesmo método para as restantes fugas.

Sabendo que a área de permeação depende do diâmetro do furo que se faz na tampa, foi definido que o valor do diâmetro devia estar compreendido entre os 0,5 e 5 mm. Como referido anteriormente, a pressão interna a que o frasco está sujeito depende apenas da temperatura a que se encontra (ver Figura 3.3). Considerando que, normalmente, a fuga se encontra a 23 °C, a que corresponde uma pressão interna no frasco de 5 bar, e que a pressão atmosférica no local é, tipicamente, de 1000 mbar, então obtemos um Δp na ordem de 4 bar. Assim, só restava encontrar uma membrana cujo coeficiente de permeabilidade ao gás permitisse a construção das fugas de referência com as taxas de fuga pretendidas.

4.3 DETERMINAÇÃO DA PERMEABILIDADE DAS MEMBRANAS

Foi verificada na bibliografia a existência de estudos de permeabilidade das várias membranas disponíveis, e cujo coeficiente de permeabilidade tivesse sido determinado, de forma a auxiliar a seleção da membrana de permeação. Na ausência deste tipo de informação foi necessário realizar alguns ensaios às diversas membranas e assim encontrar o respectivo coeficiente de permeabilidade ao gás R-134a. Para tal, foi utilizado um sistema de medição de microfluxos, que permitiu determinar o coeficiente pelo método da variação da pressão a volume constante. A Figura 4.2 ilustra o esquema de montagem do sistema utilizado para a determinação do coeficiente de permeabilidade das membranas ao gás R-134a.

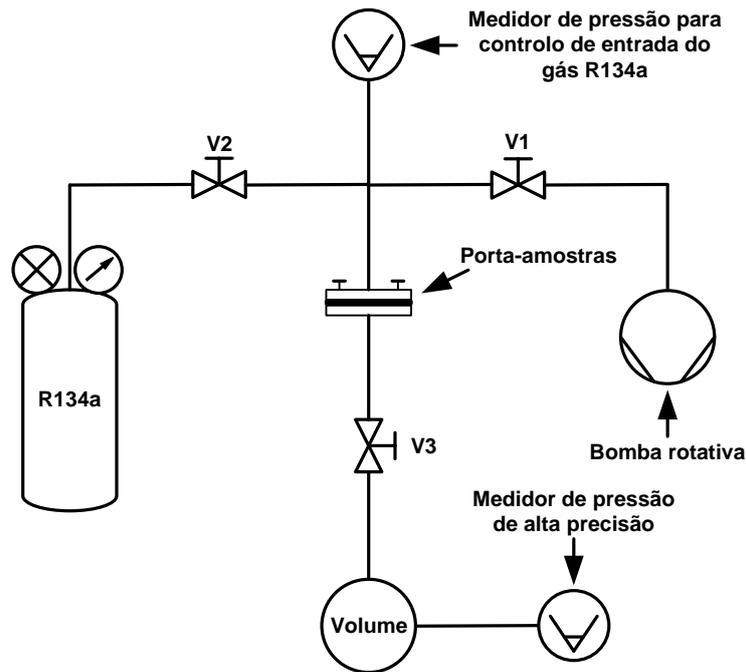


Figura 4.2: Esquema de montagem do sistema de medição de microfluxos, pelo método de subida de pressão, para determinação do coeficiente de permeabilidade das membranas ao gás R-134a.

No início de cada ensaio as membranas são colocadas num porta-amostras. No interior, o porta-amostras possui pequenos canais que permitem a passagem de fluido de refrigeração, quando ligado a um banho de térmico, proporcionando assim uma boa estabilidade térmica durante a realização dos ensaios. As membranas são cortadas com 6,2 cm de diâmetro e colocadas entre as peças de inox, que vedam por o-rings através de aperto, reduzindo o diâmetro de exposição das membranas para cerca de 4,0 cm. Como, durante os ensaios, as membranas seriam sujeitas a consideráveis gradientes de pressão foi necessário colocar dois discos de inox com pequenos furos nas duas peças que compõem o porta-amostras. A função destes discos é evitar possíveis deformações das membranas, causadas pelos gradientes de pressão a que estas estão sujeitas, e mesmo o seu rebentamento. Na Figura 4.3 é possível observar uma imagem do porta-amostras que foi utilizado na realização dos ensaios.

O porta-amostras é ligado ao restante sistema por uma flange KF25, soldada na parte inferior, e por um tubo de inox de $\frac{1}{4}$ " na parte superior.



Figura 4.3: Porta-amostras utilizado nos ensaios de determinação do coeficiente de permeabilidade das membranas ao gás R-134a. No interior do porta-amostras encontra-se um circuito de refrigeração que permite uma boa estabilidade térmica durante a realização dos ensaios.

No início do ensaio, após a membrana ser colocada no porta-amostras, a estanquidade do sistema era verificada e, na inexistência de fugas, a zona superior do porta-amostras bombeada durante alguns minutos. Atingida a pressão pretendida, a válvula 1 (V1) é fechada, isolando assim o sistema do bombeamento primário, e a válvula de agulha (V2) aberta cuidadosamente, permitindo que o gás R-134a entre em contacto com a membrana. Para controlar a pressão de teste foi utilizado um manómetro capacitivo (baratrão de 5 bar da MKS), para ajustar a pressão, caso subisse acima do valor pretendido era utilizada a válvula V1. Do lado oposto, uma vez que se pretende estudar o coeficiente de permeabilidade das membranas nas condições a que estão sujeitas na realidade, a membrana encontra-se à pressão atmosférica. Para monitorizar a pressão nesta zona, permitindo observar uma subida de pressão com declive constante, foi utilizado um manómetro capacitivo de alta precisão (Baratrão 1000 Torr 690A da MKS). O controlo da temperatura do sistema foi feito com recurso a um banho térmico, e monitorizada por três termopares colocados no sistema: na parte superior, no porta-amostras e na parte inferior. Durante os ensaios, os termopares registaram, tipicamente, uniformidade entre as zonas controladas.

O estudo do coeficiente de permeabilidade das várias membranas foi realizado, como já referido, à temperatura ambiente. Na Tabela 4.1 estão descritas as membranas ensaiadas e os respectivos coeficientes de permeabilidade obtidos. Observando a tabela é possível concluir que algumas das membranas ensaiadas possuem permeabilidades tão baixas ao gás R-134a que não foi detectada nenhuma subida de pressão ao fim de duas horas. Apesar de ter sido possível obter a permeabilidade da membrana MVQ com 0,5 mm de espessura, a sua utilização na produção de fugas de referência foi descartada porque em diversos ensaios a membrana não suportou o gradiente de pressão a que foi sujeita.

Tabela 4.1: Resultados dos coeficientes de permeabilidade ao gás R-134a, para as diversas membranas ensaiadas, a uma temperatura média de 23 °C.

<i>Material</i>	<i>Fornecedor/fabricante</i>	<i>Espessura (mm)</i>	$\frac{dp}{dt}$ (mbar.s ⁻¹)	<i>Pe</i> (mol/(Pa.m.s))
Silicone branco	RS Amidata	1,50	1,16×10 ⁻¹	8,0×10 ⁻¹³
Silicone transparente	–	2,00	1,08×10 ⁻¹	8,0×10 ⁻¹³
Silicone MVQ	Hidralveda/Samco	0,50	3,14×10 ⁻¹	5,5×10 ⁻¹³
Silicone MVQ	Hidralveda/Samco	1,00	2,12×10 ⁻¹	7,7×10 ⁻¹³
Poliuretano	–	1,25	Não detectável	–
Teflon	RS Amidata	1,00	Não detectável	–
Teflon	RS Amidata	0,50	Não detectável	–
Teflon	RS Amidata	0,30	Não detectável	–
Teflon	RS Amidata	0,10	Não detectável	–
Arlon B	–	1,25	8,08×10 ⁻²	4,0×10 ⁻¹²
Neoprene	RS Amidata	1,65	Não detectável	–
Nitrilo	RS Amidata	1,40	Não detectável	–

Depois de obtido o coeficiente de permeabilidade, experimentalmente, recorreu-se à equação 4.1 de modo a calcular o valor previsível da taxa de fuga das membranas em que foi possível detectar a subida de pressão, para uma área de permeação de 2 mm e uma temperatura de 23° C.

A Tabela 4.2 mostra os resultados previstos. Relembrando que o objectivo é produzir uma fuga que debite 5 g/ano, verifica-se que a membrana Arlon B não seria a escolha adequada, a sua permeabilidade ao gás não permite obter a taxa de fuga desejada. Para as membranas, silicone branco e silicone transparente, seria necessário considerar-se um furo com maior diâmetro, aumentando assim a probabilidade das membranas se danificarem devido ao gradiente de pressão a que estão sujeitas.

Tabela 4.2: Previsão das taxas de fuga de R-134a para as membranas ensaiadas, assumindo que o diâmetro do furo, que estabelece a área de exposição, é 2 mm.

<i>Material</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Pe (mol/(Pa.m.s))</i>	<i>q_{teórico} fugas de R-134a (g/ano)</i>
Silicone branco	1,50	$8,0 \times 10^{-13}$	3,1
Silicone transparente	2,00	$8,0 \times 10^{-13}$	1,6
Silicone MVQ	1,00	$7,7 \times 10^{-13}$	4,5
Arlon B	1,25	$4,0 \times 10^{-12}$	16,2

Assim, após esta abordagem preliminar, decidiu-se escolher a membrana de silicone MVQ na produção das fugas de referência de R-134a. A caracterização desta membrana foi obtida de forma mais pormenorizada e os resultados inerentes a essa caracterização descritos nas secções seguintes.

4.4 CARACTERIZAÇÃO DA MEMBRANA DE PERMEAÇÃO

A primeira borracha de silicone a ser produzida é o MQ, um polimetilsiloxano que contém radicais de metilo. Ao introduzir alguns radicais de vinilo na molécula de MQ obtém-se a borracha metil-vinil-siliconica, o MVQ, que vulcaniza mais rapidamente que o MQ e contém vulcanizados com melhores características. Existem outros derivados do MQ como o PMQ e PVMQ, com excepcional resistência a baixas temperaturas, mas menor resistência ao inchamento.

O silicone é composto por polímeros misturados inorgânicos-orgânicos com a fórmula química $[R_2SiO]_n$ onde *R* é o radical orgânico (metilo, etilo ou fenilo). Estes componentes são constituídos por uma base inorgânica, silício – oxigénio – silício (...Si-O-Si-O-Si-O-...), com radicais orgânicos ligados aos átomos de silício.

Além de possuir grande resistência à temperatura, o silicone possui resistência ao ozono, oxigénio e radiação UV, as suas propriedades superficiais, baixa tensão superficial, hidrofobia, anti aderência tornam o silicone muito interessante em contacto com a pele [34], [35].

A membrana escolhida (silicone MVQ) para a produção das fugas de referência de R-134a é fornecida pela *Samco Silicone Products*. O fabricante disponibiliza informação sobre as propriedades físicas, elétricas e térmicas do material, mas relativamente às características de permeabilidade a líquidos ou gases essa informação é inexistente [36].

De forma a caracterizar a membrana foram efectuados ensaios em diferentes condições de temperatura e pressão.

4.4.1 EFEITO DA PRESSÃO NA PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A

Como referido por diversos autores, é complicado estabelecer uma conclusão viável sobre o efeito da pressão nos coeficientes de transporte. Por exemplo, Merkel *et al.* obteve valores de permeabilidade da membrana de PDMS para diversos gases, para pressões entre 1 e 17 bar. Os autores verificaram que, para a maioria dos gases ensaiados, a permeabilidade permanecia inalterada com a variação da pressão. No entanto, para os gases C_3H_6 , C_3F_8 e C_2H_6 foi verificado um aumento na permeabilidade [37].

Outro estudo verificou o efeito da pressão na permeabilidade da membrana PEO, para diversos gases não polares (He , H_2 , N_2 , O_2), de alguns hidrocarbonetos (CH_4 , C_2H_6 , C_2H_4 , C_3H_8 , C_3H_6) e do CO_2 . Tal como acontece na membrana PDMS, no caso dos gases não polares, os coeficientes de permeabilidade são essencialmente independentes da pressão, contudo, para o CO_2 e hidrocarbonetos é visível um aumento da permeabilidade com a subida de pressão de alimentação [38].

Assim, verificou-se a necessidade de estudar o efeito da pressão no coeficiente de permeabilidade da membrana de MVQ, para o gás R-134a. Para tal, realizaram-se quatro ensaios a pressões distintas (1,5 bar, 1,9 bar, 2,3 bar e 4,4 bar) com as restantes variáveis, incluindo a temperatura ($35^\circ C$), a manterem-se constantes. Na Figura 4.4 é possível observar os resultados obtidos.

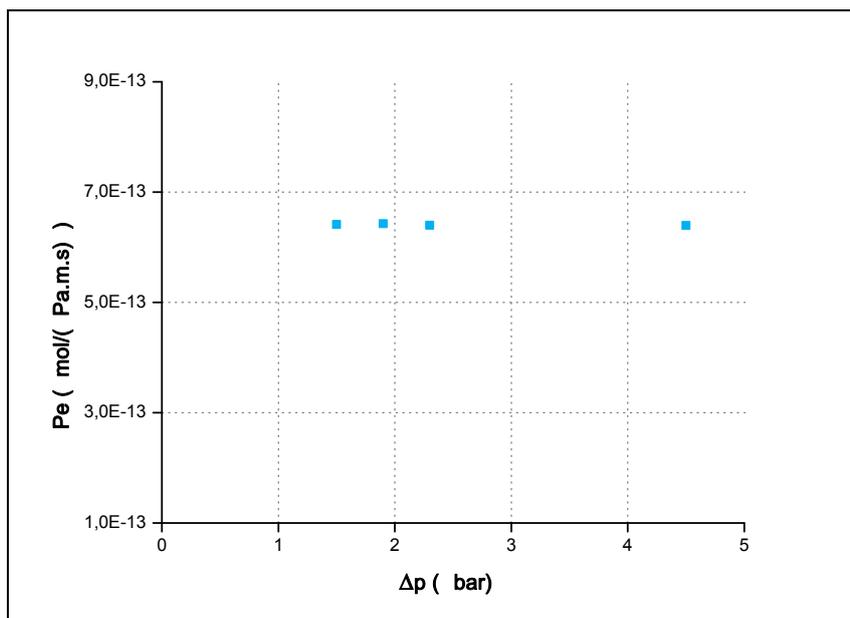


Figura 4.4: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a a diferentes pressões.

Os resultados dos coeficientes de permeabilidade indicados na Tabela 4.3 mostram que a membrana MVQ não apresenta variações significativas com as diferentes pressões de ensaio. Pode-se afirmar que a membrana apresenta comportamento típico de um polímero do tipo vítreo ou “glassy” [39]. Para este tipo de polímeros a permeabilidade é independente da pressão ou, quanto muito, decresce de forma ligeira com o aumento de pressão.

Tabela 4.3: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a a diferentes pressões

<i>Pressão de alimentação (bar)</i>	<i>Pe (mol/Pa.m.s)</i>
1,5	$6,41 \times 10^{-13}$
1,9	$6,43 \times 10^{-13}$
2,3	$6,40 \times 10^{-13}$
4,5	$6,40 \times 10^{-13}$
	$\overline{Pe} = 6,41 \times 10^{-13}$
	Desvio padrão (%) = 0,23

4.4.2 EFEITO DA TEMPERATURA NA PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A

O efeito da temperatura na permeabilidade para diversas membranas poliméricas encontra-se bem documentado.

Van Amerongen descreveu os resultados obtidos para a permeabilidade de diversas membranas (borracha natural, borracha sintética Buna-S, borracha nitrilica, neoprene G, oppanol B 200, borracha de butadieno, borracha de metileno, Mipolam M P e Thiokol B), a diferentes temperaturas (17, 25, 35, 43 e 50 °C) e para diferentes gases (H₂, O₂, N₂, CO₂, He e CH₄) [40].

Michaels et al. verificaram o comportamento da permeabilidade das membranas de polietileno (do tipo glassy e rubbery) para diferentes temperaturas e gases [41].

Mais recentemente, Zhang et al. publicaram um estudo onde apresentam valores de permeabilidade de membranas de silicone. Em particular, para a membrana de PVMQ, são indicados valores de coeficientes de permeabilidade para diferentes gases (H₂, He, CO₂, N₂, O₂ e CH₄) e o efeito da temperatura na permeabilidade da membrana para o hélio [42].

Para o gás R-134a, até à data, só se encontram disponíveis alguns resultados na tese de doutoramento do autor [43], que testou três membranas diferentes, à mesma pressão de alimentação (7,7 bar) e a temperaturas distintas (30, 40 e 50 °C).

Para todos os casos apresentados, os resultados obtidos pelos autores verificam conformidade no efeito da temperatura na permeabilidade das membranas estudadas. Os autores verificaram um aumento no coeficiente de permeabilidade com o aumento da temperatura.

Na ausência de informação relativa à membrana MVQ considerou-se interessante, e necessário, o estudo do efeito da temperatura na membrana. Assim, realizaram-se vários ensaios à membrana, três a cinco, com o objectivo de encontrar o coeficiente de permeabilidade a diferentes temperaturas (10, 15, 20, 25, 30 e 35 °C). Os resultados estão ilustrados na Figura 4.5.

É possível observar de forma clara uma tendência linear do coeficiente de permeabilidade com a temperatura. Foi estabelecida uma equação (ver Figura 4.5) que relaciona o coeficiente com a temperatura, aplicando uma linha de tendência aos pontos obtidos.

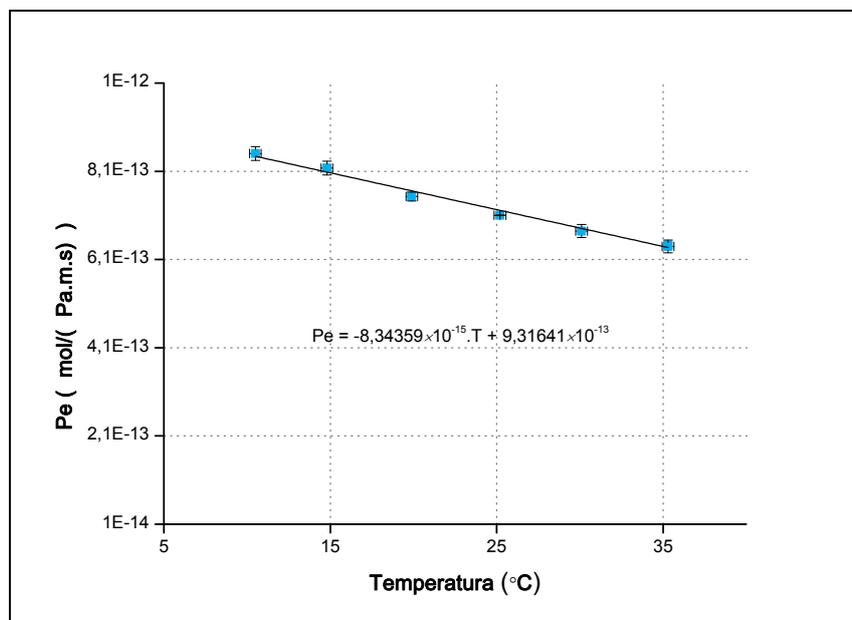


Figura 4.5: Coeficientes de permeabilidade ao vapor de R-134a da membrana de silicone MVQ obtidos a 10, 15, 20, 25, 30 e 35 °C.

A figura ilustra ainda as barras de erro aplicadas. As barras de erro verticais representam o desvio padrão obtido para as diversas medições do coeficiente, não verificando valores acima dos 2,5%. Surpreendentemente, e contrariando os resultados conhecidos na literatura para outras membranas poliméricas, verificou-se uma diminuição do coeficiente de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a com a temperatura. Observou-se que a variação máxima entre os coeficientes de permeabilidade (10 e 35 °C) não foi superior a 25%.

4.4.3 PERMEABILIDADE DA MEMBRANA MVQ AO R-134A LÍQUIDO E VAPOR

Uma particularidade das fugas de gases frigorigêneos, como referido anteriormente, é a coexistência de duas fases, líquida e gasosa, que se encontram à tensão de vapor no interior do frasco. Se a fuga estiver acondicionada verticalmente, a membrana de permeação apenas está em contacto com a fase gasosa, por outro lado, se a fuga estiver acondicionada horizontalmente, a membrana de permeação estará em contacto com ambas as fases, líquida e gasosa. Assim, considerou-se importante obter o coeficiente de permeabilidade em ambas as situações.

Os resultados obtidos nos ensaios realizados anteriormente simulam a situação em que a fuga está acondicionada verticalmente, a membrana está apenas em contacto com a fase gasosa do R-134a.

De modo a simular o acondicionamento horizontal, em que a membrana está em contacto com o gás R-134a na fase líquida, os ensaios foram realizados acima da tensão de vapor, garantindo assim que a membrana de permeação está em contacto com a fase líquida do R-134a.

Na Figura 4.6 estão ilustrados os resultados obtidos nos ensaios realizados, a temperaturas distintas (15, 20, 25, 30 e 35 °C).

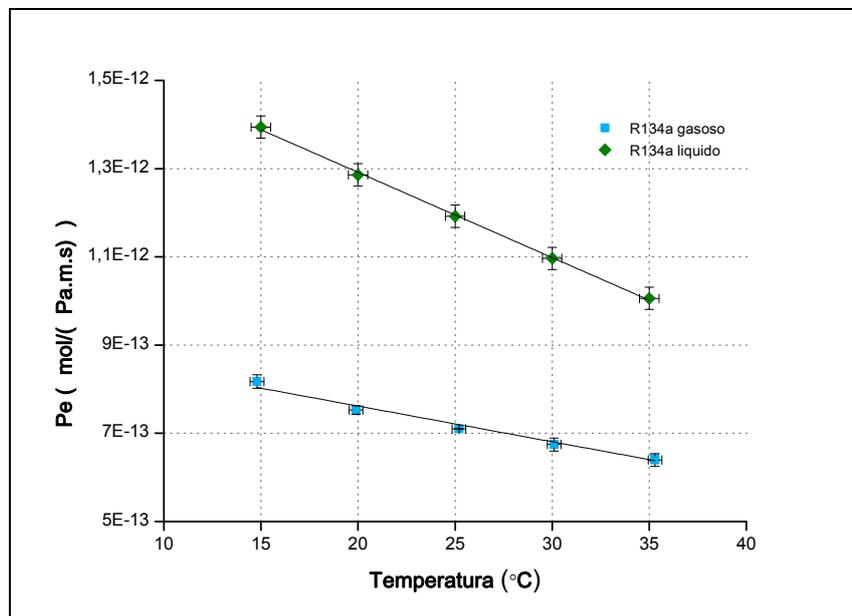


Figura 4.6: Comparação entre os coeficientes de permeabilidade da membrana de silicone MVQ em contacto com o R-134a líquido e gasoso a diversas temperaturas.

Observando a Figura 4.6 é possível constatar que a permeabilidade da membrana MVQ à fase líquida do R-134a é consideravelmente superior à permeabilidade da membrana em

contacto com a fase gasosa. Tal como acontece para a fase gasosa, os coeficientes de permeabilidade da membrana para a fase líquida verificam tendência linear com a temperatura.

Os resultados obtidos para o coeficiente de permeabilidade em ambas as fases, as razões entre os coeficientes, as linhas de tendência e o respectivo coeficiente de determinação para o R-134a líquido e gasoso, estão descritos na Tabela 4.4. A razão entre coeficientes é aproximadamente 1,7 vezes.

Tabela 4.4: Coeficientes de permeabilidade da membrana MVQ ao gás R-134a líquido e gasoso a diversas temperaturas.

Temperatura °C	Pe R-134a (líquido) mol/(Pa.m.s)	Pe R-134a (gasoso) mol/(Pa.m.s)	Pe líq / Pe gas
15	1,39×10 ⁻¹²	8,17×10 ⁻¹³	1,7
20	1,29×10 ⁻¹²	7,53×10 ⁻¹³	1,7
25	1,19×10 ⁻¹²	7,10×10 ⁻¹³	1,7
30	1,10×10 ⁻¹²	6,75×10 ⁻¹³	1,6
35	1,01×10 ⁻¹²	6,40×10 ⁻¹³	1,6
$Pe = -1,93 \times 10^{-14} \cdot T + 1,68 \times 10^{-12}$		$Pe = -8,09 \times 10^{-15} \cdot T + 9,24 \times 10^{-13}$	
$R^2 = 0,999$		$R^2 = 0,986$	

Obtidos os coeficientes de permeabilidade, foram estimadas as taxas de fuga previsíveis para uma fuga com área de exposição determinada por um orifício com 2 mm de diâmetro. A Tabela 4.5 ilustra os resultados das taxas de fuga para as temperaturas de 15, 20, 25, 30 e 35 °C. As pressões correspondentes a estas temperaturas foram retiradas do site do NIST já referido [33].

Tabela 4.5: Previsão teórica da taxa de fuga de fuga de R-134a a 15, 20, 25, 30 e 35 °C assumindo que o diâmetro do furo, que estabelece a área de exposição, é 2 mm, considerando os coeficientes de permeabilidade verificados para o gás R-134a líquido e gasoso.

Temperatura °C	Q (R-134a líquido) g/ano	Q (R-134a gasoso) g/ano
15	5,41	3,17
20	6,09	3,56
25	6,75	4,02
30	7,41	4,56
35	8,01	5,10

Verifica-se, através dos resultados obtidos, que a membrana em contacto com o gás R-134a na fase líquida apresenta valores de taxas de fuga superiores aos obtidos quando a membrana está apenas em contacto com o R-134a na fase gasosa. Assim, aquando da avaliação dos detectores de fugas de gases frigorigêneos, o manuseamento das fugas de referência deverá ser feito com cuidado de modo a não ocorrerem falsos positivos.

Capítulo 5 PRODUÇÃO DA FUGA DE REFERÊNCIA DE R-134A

5.1 INTRODUÇÃO

Segundo a norma EN 14624:2012, o R-134a é o gás refrigerante de referência utilizado na caracterização de detectores de fugas. As fugas de referência deste gás, segundo a norma, devem ter uma incerteza inferior a 15%.

Na caracterização dos detectores de fugas de gases refrigerantes, a determinação do limite de detecção dos aparelhos, é realizada com recurso a fugas de referência com taxas de fuga na ordem das 3, 5 e 10 g/ano. Para determinar o tempo de recuperação dos aparelhos, e na ausência de informação por parte do fabricante, é utilizada uma fuga de referência com taxa de fuga de 50 g/ano.

5.2 DETERMINAÇÃO DA ÁREA DE PERMEAÇÃO DA FUGA DE R-134A

Após a caracterização da membrana de silicone MVQ, e tendo como objectivo a construção de fugas de referência com vários valores de taxas de fuga, foi necessário fazer uma previsão da taxa de fuga em função da área de permeação. Para tal, recorreu-se à equação 5.1, considerando que a área de permeação é igual à área de um círculo:

$$q = \frac{Pe \cdot \pi \cdot \Delta p \cdot D^2}{4 \cdot d} \quad \text{equação 5.1}$$

Onde D é o diâmetro da área de permeação.

Considerando os valores obtidos anteriormente dos coeficientes de permeabilidade da membrana de silicone MVQ, foram realizadas previsões das taxas de fuga para diferentes temperaturas (10, 20 e 30 °C).

Na Tabela 5.1 estão ilustrados os valores das taxas de fuga previstas, para a temperatura de 20° C, em função de diferentes diâmetros. O coeficiente de permeabilidade da

membrana de silicone MVQ obtido no ensaio realizado a esta temperatura foi $7,53 \times 10^{-13}$ mol/Pa.m.s, considerando a pressão atmosférica de 1000 mbar, então para esta temperatura, obtém-se um Δp de aproximadamente 4717 mbar. Com estes valores, a tabela foi estabelecida.

Tabela 5.1: Previsão teórica da taxa de fuga de R-134a a 20° C, considerando a área de permeação idêntica a uma círculo.

Diâmetro mm	Q (R-134a)	
	mol/s	g/ano
2,0	$1,1 \times 10^{-9}$	3,6
2,1	$1,2 \times 10^{-9}$	3,9
2,2	$1,3 \times 10^{-9}$	4,3
2,3	$1,5 \times 10^{-9}$	4,7
2,4	$1,6 \times 10^{-9}$	5,1
2,5	$1,7 \times 10^{-9}$	5,6
3,0	$2,5 \times 10^{-9}$	8,0
3,5	$3,4 \times 10^{-9}$	10,9
4,0	$4,4 \times 10^{-9}$	14,3

Assim, tendo em conta os resultados teóricos, para produzir uma fuga de referência de R-134a com taxa de fuga de 5g/ano o diâmetro da membrana MVQ exposta deve ser entre 2,3 e 2,4 mm. As previsões teóricas realizadas para as temperaturas 10 e 30 °C encontram-se ilustradas na Figura 5.1. A figura enquadra as previsões das taxas de fuga obtidas para uma temperatura de 20° C, com as taxas de fuga previstas para os 10 e 30 °C. Verifica-se que, por exemplo, para produzir uma fuga de referência do gás R-134a com taxa de fuga de 5 g/ano, para uma temperatura de 10° C, a área de permeação é obtida realizando um furo na tampa com diâmetro entre os 2,7 e 2,8 mm no entanto, para uma temperatura de 20 °C, o diâmetro do furo deve estar compreendido entre os 2,3 e 2,4 mm. Para os 30° C, a mesma taxa de fuga, corresponde a um furo com aproximadamente 2,1 mm de diâmetro.

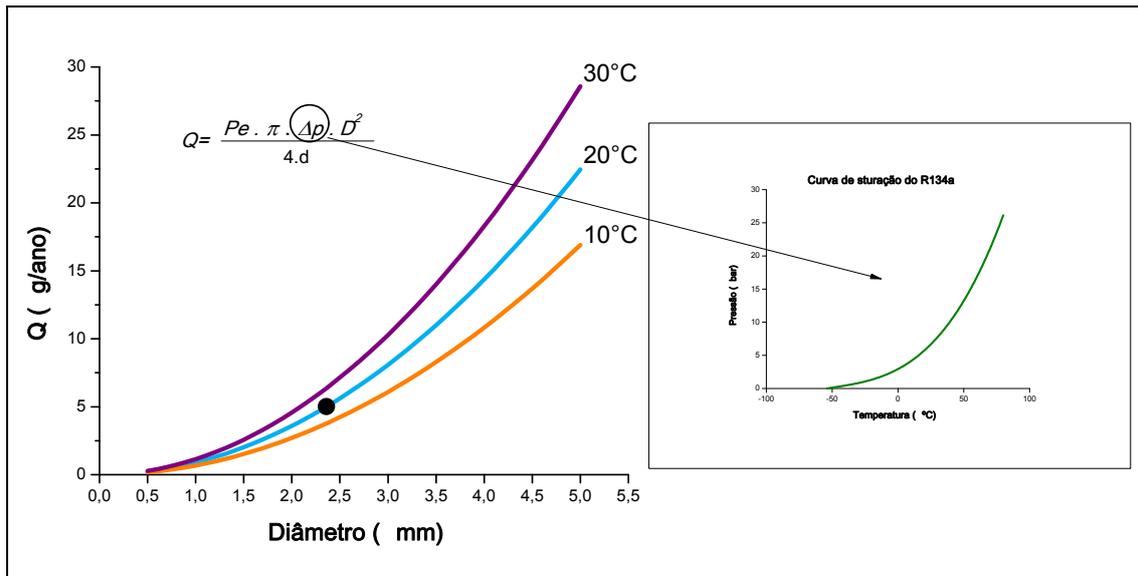


Figura 5.1: Previsão teórica da taxa de fuga de R-134a em função do diâmetro e da temperatura. As diferentes temperaturas representam diferentes gradientes de pressão. Apesar do coeficiente de permeabilidade da membrana MVQ diminuir com a temperatura, o aumento de Δp originado pelo aumento da temperatura do gás R-134a, produz um aumento da taxa de fuga.

5.3 ENCHIMENTO DAS FUGAS DE REFERÊNCIA

No gráfico da Figura 3.3 é possível verificar que, nas condições de pressão e temperatura ambiente (1 bar, 23° C), o R-134a encontra-se na fase gasosa, e que, à pressão atmosférica, o R-134a só liquefaz quando se encontra a uma temperatura inferior a -26° C.

Tendo em consideração as propriedades anteriores, foi necessário construir um sistema que permitisse encher as fugas de referência. Na Figura 5.2 está ilustrado o sistema utilizado para encher as fugas de referência. A câmara climática do laboratório permite atingir uma temperatura mínima de -30° C. Após a colocação dos frascos no interior da câmara, e atingida a temperatura mínima, é aberta a válvula da garrafa de R-134a permitindo o gás fluir pelo tubo de cobre. O gás no interior da câmara é arrefecido, e ao fluir pelo tubo de cobre em forma de espiral acaba por liquefazer, permitindo encher os frascos. Para fechar a fuga de referência, o frasco é retirado da câmara e é colocada a tampa rapidamente, de modo a não evaporar muito líquido. Este procedimento aconselha alguns cuidados, uma vez que a existência de pequenos defeitos nos frascos, não detectados previamente, fazem rebentar alguns frascos, pelo que o uso de óculos de protecção deverá ser adoptado. A baixa temperatura a que as fugas são enchidas aconselha também o uso de luvas no manuseamento das mesmas quando são retiradas da câmara.

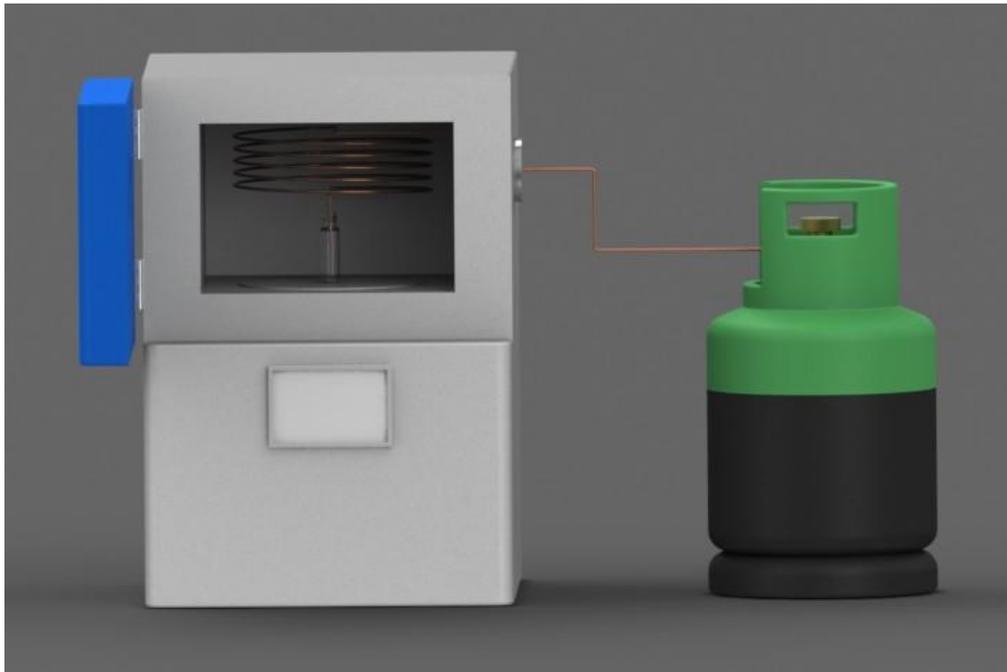


Figura 5.2: Esquema do sistema utilizado para encher as fugas de referência de R-134a.

A passagem do fluxo gasoso pela espiral, ao liquefazer, faz aumentar a temperatura no interior da câmara e obriga a fechar a válvula da garrafa. Só é possível retomar a liquefação quando é alcançada a temperatura mínima (-30°C) no interior da câmara. Este procedimento, assim como o tempo necessário para a câmara climática atingir inicialmente -30°C , limita o número de frascos que podem ser produzidos por dia.

5.3.1 ALTERAÇÃO DO SISTEMA DE ENCHIMENTO DE FUGAS

Como referido no ponto anterior o sistema de enchimento de fugas apresentou algumas limitações. Para contrariar estas limitações, e assim otimizar o processo de enchimento de fugas, foi projectado um novo sistema.

A Figura 5.3 ilustra a peça construída para o sistema de enchimento de fugas. Esta peça permite realizar a liquefação do gás, quando arrefecida com azoto líquido. A peça é composta por três componentes, duas peças sólidas, uma que serve de base e outra onde está soldado o tubo de cobre em forma de espiral, e um tubo onde em cada extremidade está soldada cada uma das peças anteriores.



Figura 5.3: Peça construída para o novo sistema de enchimento de fugas que permite a liquefação do gás. Para uma boa condutividade térmica a peça é construída em cobre e as peças soldadas a prata.

Para proceder ao enchimento das fugas, a peça é colocada num recipiente, construído em esferovite wallmate, e a sua base submersa em azoto líquido. A temperatura mínima atingida com o novo sistema foi -110°C , muito a abaixo da temperatura mínima que a câmara climática permitia (-30°C). A Figura 5.4 ilustra o novo sistema de enchimento de fugas.

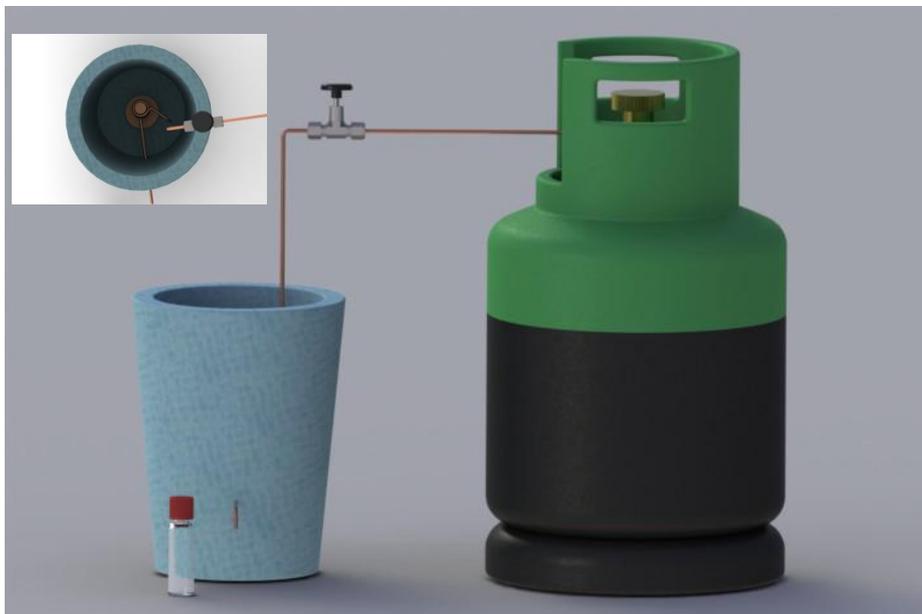


Figura 5.4: Novo sistema de enchimento de fugas.

Como referido anteriormente, à pressão atmosférica, o R-134a liquefaz a uma temperatura inferior a -26°C , no entanto ao atingir -101°C solidifica. Assim, quando se procede ao enchimento de fugas, a válvula de agulha que se encontra à saída da garrafa de R-134a é

aberta ao serem atingidos $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esta temperatura evita o congelamento do sistema e ainda fica distante da temperatura mínima de liquefação do R-134a, importante devido ao aumento da temperatura causado pela passagem do fluxo gasoso pela espiral no processo de liquefação. A temperatura mínima que o sistema atinge permite encher fugas com outras espécies de gases frigorigêneos. Por exemplo, R-32 e R125, à pressão atmosférica, liquefazem a temperaturas inferiores a $-51,7$ e $-48,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente.

5.4 SISTEMA DE VEDAÇÃO DA FUGA DE REFERÊNCIA

Para selar as fugas, como já referido, foram utilizadas tampas de plástico e, no seu interior, colocadas as membranas de permeação. As primeiras fugas de referência produzidas, sem área de permeação definida, revelaram a existência de fugas. O contacto da membrana de permeação com o gargalo do frasco e/ou com a tampa poderia estar a provocar algum tipo de fuga lateral. Decidiu-se então verificar a estanquidade da fuga de referência recorrendo a um detector de fugas a hélio (Adixen 142D). Os resultados obtidos dos ensaios mostraram que não existia uma fuga, ou seja, existia vedação, mas que na realidade a permeabilidade da membrana ao gás R-134a permitia a saída do gás lateralmente. O ensaio realizado a hélio revelou um comportamento típico de passagem por permeação e não pela existência de uma fuga física.

De modo a evitar a permeação lateral foi decidido colocar a membrana de permeação entre duas anilhas metálicas, ao fechar a fuga de referência as anilhas exercem pressão sobre a membrana, impedindo a permeação lateral. O uso das anilhas metálicas colocou o problema do contacto destas com o gargalo do frasco, e assim uma correcta vedação da fuga de referência. Considerando os resultados obtidos no estudo dos coeficientes de permeabilidade das membranas disponíveis no laboratório (Tabela 3.1) foram enchidas novas fugas e, em cada tampa, entre as anilhas metálicas e o gargalo do frasco, foram colocadas as membranas com coeficientes de permeabilidade não mensuráveis. Verificou-se que a melhor vedação era conseguida com neoprene.

A Figura 5.5 ilustra a disposição dos diversos materiais do sistema de vedação. Junto ao gargalo é colocada a anilha de neoprene, cujo coeficiente de permeabilidade impede a permeação lateral do gás e, ao mesmo tempo, qualquer fuga física. A membrana de permeação MVQ fica entre as duas anilhas metálicas, onde o diâmetro interior define a área de exposição da membrana ao gás. A tampa, também furada, está em contacto directo com a anilha metálica.

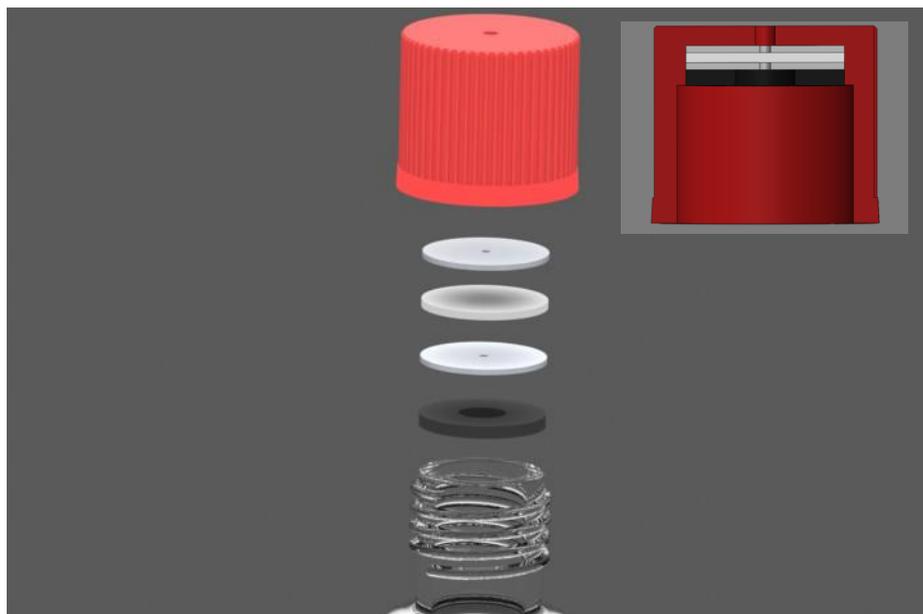


Figura 5.5: Esquema do sistema de vedação das fugas de permeação de R-134a. Junto ao gargalo do frasco encontra-se a anilha de neoprene, a membrana de permeação entre as anilhas metálicas.

Nos primeiros ensaios realizados com este sistema de vedação verificou-se que, o pouco espaço disponível na tampa para a colocação dos diversos materiais não permitia uma boa compressão destes de modo a evitarem as fugas laterais. Colocado este problema foi decidido, utilizando os mesmos materiais, introduzir algumas alterações no sistema de vedação. A Figura 5.6 ilustra as diferenças entre os sistemas de vedação utilizados nos novos ensaios, eliminação da anilha metálica que está em contacto com a tampa e utilização de anilhas metálicas com concavidade. Idealmente a pressão exercida na zona da concavidade seria superior e, conseqüentemente, melhor controlo sobre a área de exposição.

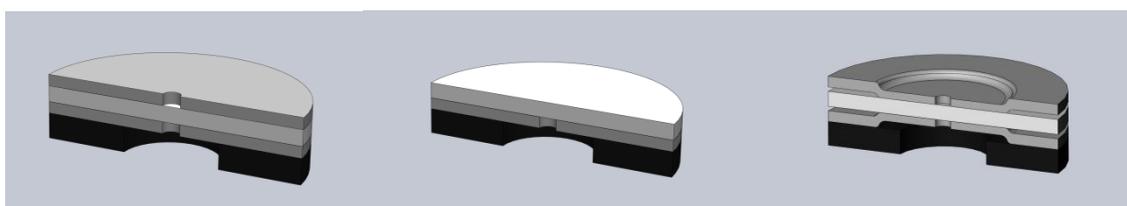


Figura 5.6: Conjunto de anilhas e membrana de permeação utilizados nas fugas de R-134a. No lado esquerdo o conjunto antes da introdução de alterações: eliminação da anilha que está em contacto com a tampa (ao meio) e anilhas com concavidade (lado esquerdo).

Os ensaios realizados permitiram observar que a anilha metálica que está em contacto com a tampa não exerce qualquer melhoria no sistema de vedação, assim como a concavidade nas anilhas metálicas. Verificou-se ainda que, em algumas fugas, a membrana de neoprene moveu-se, o que fez vazar as fugas rapidamente.

Considerando estes resultados foi definida uma nova estrutura para o sistema de vedação. Para fixar a anilha de neoprene foi construída uma saliência, do lado oposto, em contacto com a membrana de permeação, uma pequena saliência permite exercer melhor pressão sobre a área de exposição. A Figura 5.7 ilustra o novo sistema de vedação definido.



Figura 5.7: Versão final do sistema de vedação das fugas de R-134a. No lado esquerdo observa-se o encaixe da anilha de neoprene que está em contacto como gargalo do frasco. No lado direito é possível observar a saliência da anilha que está em contacto com a membrana de permeação.

A estrutura ilustrada na figura foi a que demonstrou melhores resultados e, por isso, foi adoptada como sistema de vedação das fugas de referência a produzir.

5.5 AVALIAÇÃO DAS FUGAS DE REFERÊNCIA PRODUZIDAS

Após a caracterização da membrana de silicone MVQ, e definidos os principais parâmetros, foram construídas diversas fugas que permitiram verificar se as taxas de fuga se encontravam nos valores esperados. Depois de enchida a fuga, numa primeira fase, é verificada a existência de fugas laterais recorrendo ao método da bolha. A fuga é colocada num recipiente com água e, se existirem fugas laterais, observa-se a formação de pequenas bolhas, que ao fim de algum tempo (dependendo da dimensão da fuga) emergem até à superfície. Este método permite uma verificação rápida da estanquidade lateral da fuga no entanto, além de não ser muito prático, não é um método quantificável.

Para medir os fluxos foi decidido utilizar o método gravimétrico. Este método foi escolhido porque a balança de precisão do laboratório encontrava-se calibrada e devidamente rastreada (*Certificado de Calibração nº 20124000713/10, do CATIM de 2012-06-20*).

Depois dos vários estudos efectuados foram construídas quatro fugas. A área de permeação, tal como os componentes das fugas, eram iguais. O diâmetro escolhido para definir a área de permeação foi de 2 mm e as fugas guardadas a 23 °C.

Após as fugas estabilizarem (1 a 2 dias), iniciaram-se as medições das respectivas taxas de fuga. Na Tabela 5.2 encontram-se os valores das taxas de fuga obtidos experimentalmente e os valores previstos através da aplicação da equação 5.1.

Tabela 5.2: Taxa de fuga obtida experimentalmente e prevista, para 23 °C, para as três fugas de R-134a construídas.

<i>Fuga</i>	<i>Q (R-134a) experimental g/ano</i>	<i>Q (R-134a) estimado g/ano</i>
Fuga 2 mm #1	8,69	3,93
Fuga 2 mm #2	8,82	3,93
Fuga 2 mm #3	8,16	3,93
Fuga 2 mm #4	8,19	3,93

Os resultados obtidos mostraram que os valores das taxas de fuga encontravam-se acima dos valores estimados, considerando a área de permeação um círculo.

Nos estudos realizados anteriormente, após as fugas serem vazadas, ao retirar a membrana da tampa da fuga, observou-se uma pequena deformação na área de permeação da membrana. Esta observação mostrou-se importante para a estimativa correcta das taxas de fuga. A diferença entre a pressão no interior do frasco e a pressão atmosférica conduz a uma deformação na membrana fazendo com que esta se molde ao furo da tampa e assim, altere a área de permeação, deixando de ser considerada uma círculo passando a ser equiparada a uma forma semelhante a uma meia esfera.

No caso da área de permeação da membrana ser considerada uma meia esfera a taxa de fuga é prevista pela equação:

$$Q = \frac{Pe \cdot \pi \cdot \Delta p \cdot D^2}{2d} \quad \text{equação 5.2}$$

onde D é o diâmetro do furo que define a área de permeação.

Se, por outro lado, a área de permeação for considerada uma esfera a taxa de fuga é prevista pela equação:

$$Q = \frac{Pe \cdot \pi \cdot \Delta p \cdot D^2}{d} \quad \text{equação 5.3}$$

Na Figura 5.8 estão ilustrados os valores teóricos das taxas de fuga de R-134a a 25 °C, em função do diâmetro, considerando as várias hipóteses de configuração da área de permeação, círculo, meia esfera e esfera.

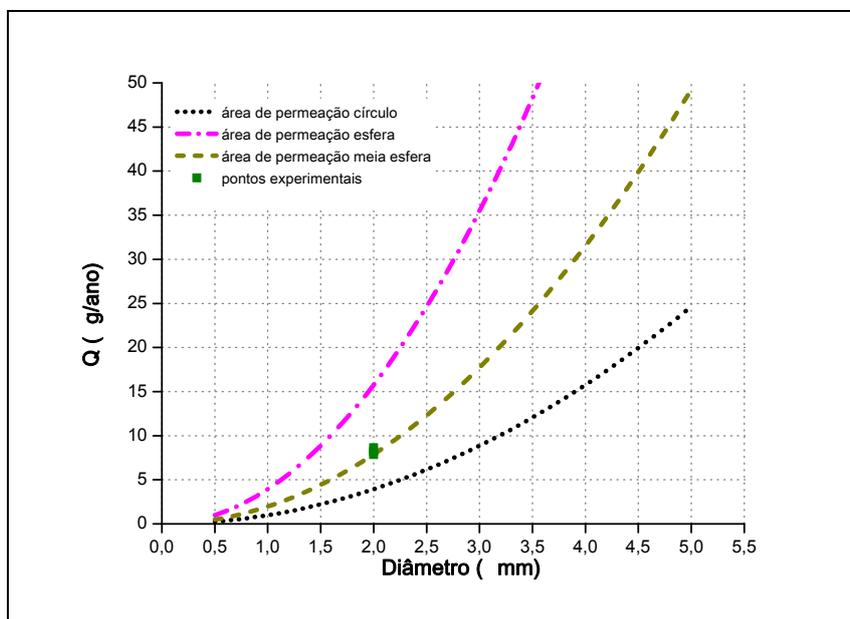


Figura 5.8: Taxas de fuga das fugas de R-134a em função do diâmetro que define a área de permeação. Os pontos a verde simbolizam os resultados obtidos experimentalmente a 23 °C. As curvas representam os valores teóricos considerando diferentes áreas de permeação também a 23 °C.

Observando a figura, é possível verificar que os pontos experimentais correspondentes às taxas de fuga construídas seguem a linha de tendência relativa à área de permeação de uma meia esfera. De modo a verificar se as taxas de fuga, alterando o diâmetro que define a área de exposição e a temperatura de calibração, seguem igualmente a linha de tendência relativa à área de permeação de uma meia esfera, foram construídas mais nove fugas: 1,5 mm (duas fugas), 1,8 mm (1 fuga), 2,2 mm (duas fugas), 2,5 mm (duas fugas) e 3,0 mm (duas fugas).

Após as fugas estabilizarem termicamente, iniciaram-se as medições das respectivas taxas de fuga a diferentes temperaturas (20, 25 e 30 °C).

Foram calculados, para todas as fugas, a partir de uma aproximação linear, os coeficientes de temperatura α . Este coeficiente é igual ao declive da aproximação linear obtida através do resultado das calibrações a diferentes temperaturas. O valor médio obtido foi de $\alpha = 3,23 \pm 0,6 \%K^{-1}$.

Na Tabela 5.3 encontram-se os valores das taxas de fuga obtidos experimentalmente e os valores previstos através da aplicação da equação 5.2.

Tabela 5.3: Taxa de fuga obtida experimentalmente e estimada, para 25 °C, para as fugas de R-134a construídas.

<i>Fuga</i>	<i>Q (R-134a) experimental g/ano</i>	<i>Q (R-134a) estimado g/ano</i>
Fuga 1,5 mm #1	4,26	4,66
Fuga 1,5 mm #2	4,70	4,66
Fuga 1,8 mm	6,06	6,70
Fuga 2,2 mm #1	10,09	10,01
Fuga 2,2 mm #2	8,35	10,01
Fuga 2,5 mm #1	13,39	12,93
Fuga 2,5 mm #2	12,31	12,93
Fuga 3,0 mm #1	23,37	18,62
Fuga 3,0 mm #2	24,39	18,62

Observando a Tabela 5.3, verifica-se que os valores das taxas de fuga registados no estudo encontram-se mais próximos dos valores estimados, desta vez considerando como área de permeação uma meia esfera. A Figura 5.9 ilustra os valores previstos para o caso da área de permeação ter uma forma de meia esfera e os valores das taxas de fuga obtidos experimentalmente.

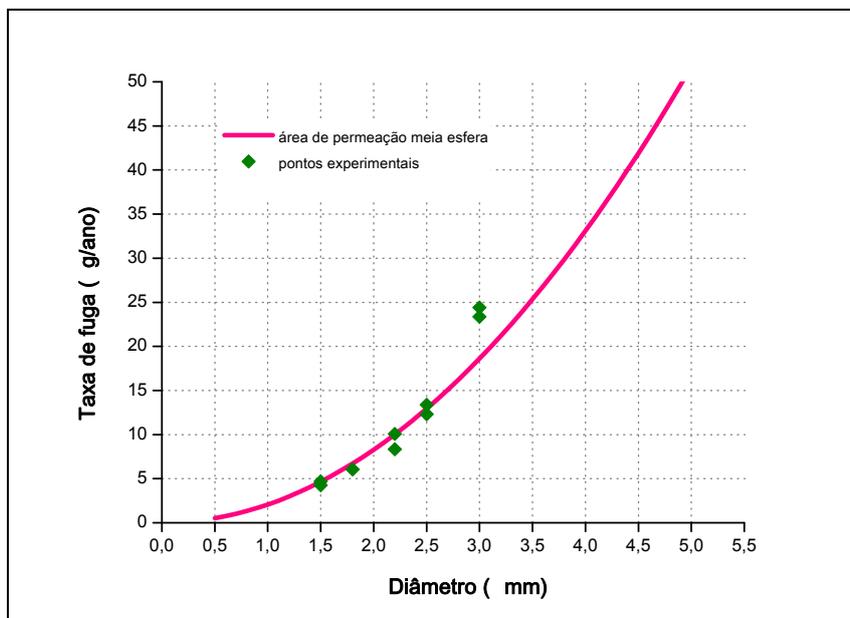


Figura 5.9: Taxas de fuga de R-134a em função do diâmetro que define a área de permeação. Os pontos a verde simbolizam os resultados obtidos experimentalmente a 25 °C. A curva representa os valores previstos considerando a área de permeação meia esfera.

Verifica-se que a maioria dos pontos experimentais, relativos às várias taxas de fuga das fugas construídas, segue a linha de tendência correspondente à área de permeação com a forma de meia esfera. Nas fugas com áreas de permeação maiores, a tendência já não se verifica. Uma possível explicação pode estar relacionada com o facto de a membrana alterar o seu formato à medida que aumenta a área exposta. Assim, a partir de um determinado valor de diâmetro, a área de permeação correspondente tomará um valor intermédio entre a área de meia esfera e a área de uma esfera.

Capítulo 6 ENSAIO DOS DETECTORES DE FUGAS DE GASES FRIGORIGÉNEOS

6.1 INTRODUÇÃO

De acordo com os regulamentos Europeus, a estanquidade dos equipamentos que contém gases frigorigéneos deve ser controlada por detectores de fugas de gases frigorigéneos com sensibilidade menor que 5 g/ano. A sensibilidade dos detectores deve ser confirmada através de testes de qualificação definidos na norma EN 14624.

Os detectores de fugas de gases frigorigéneos são caracterizados, principalmente, pela selectividade, sensibilidade e limite de detecção. A selectividade dos detectores de fugas de gases frigorigéneos pode ser definida como a capacidade de detectar apenas o gás frigorigéneo desejado, sem interferência de outros gases presentes na mesma área. A sensibilidade dos detectores é definida como, o sinal de entrada (gás) necessário para gerar alguma alteração no sinal de saída (audível ou visual). Detectores com boa (alta) sensibilidade requerem pouco gás para gerar uma grande alteração no sinal de saída, enquanto os detectores com pouca (baixa) sensibilidade necessitam de grande quantidade de gás para alterar o sinal de saída. A melhor maneira de “medir” a sensibilidade de cada detector é determinar o seu limite de detecção, normalmente definido como, a menor quantidade de gás, que o aparelho detecta, e origina um nível de sinal duas vezes superior ao sinal de fundo.

6.2 PRINCÍPIOS DE DETECÇÃO DE GASES FRIGORIGÉNEOS

Existem detectores de fugas especialmente sensíveis aos gases frigorigéneos. Alguns não são muito caros e sofisticados e têm boa sensibilidade. No entanto, raramente são quantitativos pelo que dificilmente conseguem avaliar a grandeza da fuga.

Os gases frigorigéneos são bons sinalizadores de fugas porque são praticamente inexistentes na atmosfera. Assim, a sua detecção está sempre associada a uma fuga (excepto em linhas de produção onde a atmosfera pode apresentar vestígios desses gases). Existem vários tipos de detectores no mercado utilizando diferentes princípios de detecção.

6.2.1 DETECÇÃO POR INFRAVERMELHOS

Nos aparelhos de detecção existe uma célula para a qual está direccionada a radiação infravermelha. O gás frigorigéneo ao passar pela célula provoca a absorção da energia da radiação infravermelha de acordo com a lei de Beer-Lambert. O sinal é processado e é fornecida uma indicação proporcional à absorção.

6.2.2 DETECÇÃO POR CÉLULA SEMICONDUTORA

Os gases CFC's, HCFC's e HFC's podem provocar grandes alterações nas características de alguns semicondutores. Baseado nessas variações é possível obter um sinal eléctrico. A sensibilidade das células semicondutoras varia de um gás para o outro e, com o tempo, observam-se alterações significativas nas suas características/sensibilidade.

6.2.3 DETECÇÃO POR EFEITO DE CORONA

Neste tipo de detecção o gás é ionizado por um campo eléctrico, numa descarga de corona. Se estiverem presentes halogéneos, devido à sua elevada electronegatividade, irão capturar os electrões da descarga causando uma diminuição da corrente eléctrica. A electrónica presente no detector que utiliza este tipo de detecção responde inversamente a essa diminuição aumentando o sinal de resposta.

6.2.4 DETECÇÃO POR ÂNODO QUENTE

Os aparelhos que recorrem a este princípio de detecção possuem um ânodo de platina contaminada de átomos alcalinos. Quando aquecido acerca de 900° C libertam-se iões alcalinos que se deslocam para um cátodo que os colecta. Na presença de halogéneos a produção de iões alcalinos é aumentada resultando numa corrente muito maior no colector. Embora esta corrente não seja proporcional à concentração de halogéneos é uma indicação clara da sua presença. Este tipo de detecção é muito sensível a gases clorados mas um pouco menos a gases fluorados.

6.2.5 DETECÇÃO POR CONDUTIVIDADE TÉRMICA

Este tipo de detecção baseia-se no facto que diferentes gases arrefecem um filamento quente de modo diferente. Os aparelhos que recorrem à detecção por condutividade térmica

normalmente trabalham num modo diferencial, comparando a condutibilidade térmica do ar com a do gás aspirado pela sonda de teste. Qualquer diferença detectada desequilibra a ponte de *Wheatstone* fornecendo uma indicação.

6.2.6 DETECÇÃO POR ULTRA-SONS

Os aparelhos com este tipo de detecção são capazes de detectar os sons produzidos pelos gases que escapam por uma fuga. Estes sons são gerados a frequências acima do limite audível (ultra-sons) pelo que precisam de ser detectados e convertidos electricamente. Trabalham normalmente a frequências entre 30 e 50 kHz. As ondas sonoras a estas frequências são muito direccionais o que faz que estes detectores só sejam capazes de detectar uma fuga se estiverem razoavelmente alinhados com a fuga.

6.2.7 DETECÇÃO POR TOCHA DE HALOGÉNEOS

Neste caso os detectores não necessitam de electrónica, apenas uma simples chama. Este tipo de detecção consiste num pequeno queimador alimentado por um combustível livre de halogéneos, como o álcool ou acetileno, que aquece um prato de cobre. A combustão é alimentada por ar exterior que é arrastado até à zona da chama através de um tubo flexível que serve de sonda de teste. Na ausência de halogéneos a chama é azul clara, quando gases halogenados são aspirados para a zona da chama esta muda de cor passando para um verde característico do cobre.

6.2.8 DETECÇÃO POR IMAGEM LASER

Os aparelhos que utilizam esta detecção baseiam-se no princípio de funcionamento dos detectores de infravermelhos. Um laser de infravermelhos é usado para varrer uma determinada área e a absorção de cada ponto é representada sob a forma de uma imagem. Como os gases halogenados têm uma absorptância diferente da do ar torna-se possível localizar a sua presença sob a forma de uma mancha mais escura na imagem.

6.2.9 DETECÇÃO POR ESPECTROMETRIA DE MASSA

Este método de detecção de fugas é o mais sensível. Os espectrómetros de massa detectam um gás sinalizador quando este passa através das envolventes do volume sob teste. Embora seja comum utilizar hélio ou hidrogénio (numa mistura de 5% em 95% de azoto) no

caso de equipamentos com gás halogenado, este pode servir directamente como gás sinalizador. A sua concentração na atmosfera é muito baixa, de modo que quando é detectado, é indicação de que existe uma fuga. Uma das grandes limitações dos aparelhos com este tipo de detecção é a sua portabilidade limitada. Embora recentemente se tenham começado a comercializar equipamentos portáteis com menos de 10 kg e operados com bateria, são tipicamente para operação com hélio e o seu preço bastante elevado.

6.3 DESCRIÇÃO DOS TESTES DE QUALIFICAÇÃO DOS DETECTORES DE FUGAS DE GASES FRIGORIGÊNEOS PORTÁTEIS

Na norma EN 14624 estão especificados quatro testes de qualificação para os detectores de fugas de gases frigorigêneos portáteis. Os detectores de fugas devem ser capazes de indicar fugas de gases frigorigêneos em duas situações, quando a sonda do detector está estacionária em frente a uma fuga e, quando a sonda do detector está em movimento em frente a uma fuga.

O R-134a é o gás de referência utilizado nos procedimentos de qualificação dos detectores de fugas. Nos testes de selectividade são utilizados os gases R-125 e R-32.

6.3.1 DETECÇÃO ESTÁTICA

O teste é realizado recorrendo a fugas de referência, que devem ser um padrões secundários, e com incerteza de $\pm 15\%$ do seu valor. A temperatura ambiente da sala onde é realizado o teste deve estar entre os 20 e 25 °C e, humidade relativa entre os 30 e 70 % à pressão atmosférica.

A sonda do detector de fugas é colocada a uma distância de $(3 \pm 0,5)$ mm, durante dez segundos, no máximo, determinando assim da taxa de fuga mínima que activa o alarme do detector, e repetido para vários valores nominais de taxas de fuga, 10 g/ano, 5 g/ano e 3 g/ano, até ser estabelecido o limite de detecção do aparelho. Após cada teste, o detector de fugas é colocado num ambiente limpo e medido o tempo de resposta do aparelho. O teste é repetido dez vezes para cada um dos valores das taxas de fuga e as leituras dadas pelo detector gravadas. Caso o aparelho não permita leituras, a indicação dada pode ser audível ou visual. Por último, o teste de limite de detecção é repetido para os gases R-125 e R-32 e as leituras obtidas gravadas. Neste caso, a taxa de fuga deve ser igual à taxa de fuga mínima obtida nos testes realizados anteriormente para o R-134a.

6.3.2 DETECÇÃO DINÂMICA

Para realizar o teste de detecção dinâmica o detector de fugas é colocado numa plataforma móvel, que se desloca para a esquerda para a direita e vice-versa, em frente ao orifício da fuga de referência (ver Figura 6.1). A sonda do detector move-se em frente ao orifício da fuga, a $(3 \pm 0,5)$ mm de distância e $(2 \pm 0,2)$ cm.s⁻¹ de velocidade. Cada teste compreende uma sequência de dez passagens em frente à fuga de referência. O sinal dado pelo detector a cada passagem da sonda em frente à fuga de referência é gravado. O teste de detecção dinâmica é repetido para vários valores nominais de taxas de fuga: 10 g/ano, 5 g/ano e 3 g/ano até ser estabelecido o limite de detecção do aparelho. Na realização do teste as fugas utilizadas podem apresentar valores de taxas de fuga dentro de $\pm 20\%$ dos valores nominais anteriores.

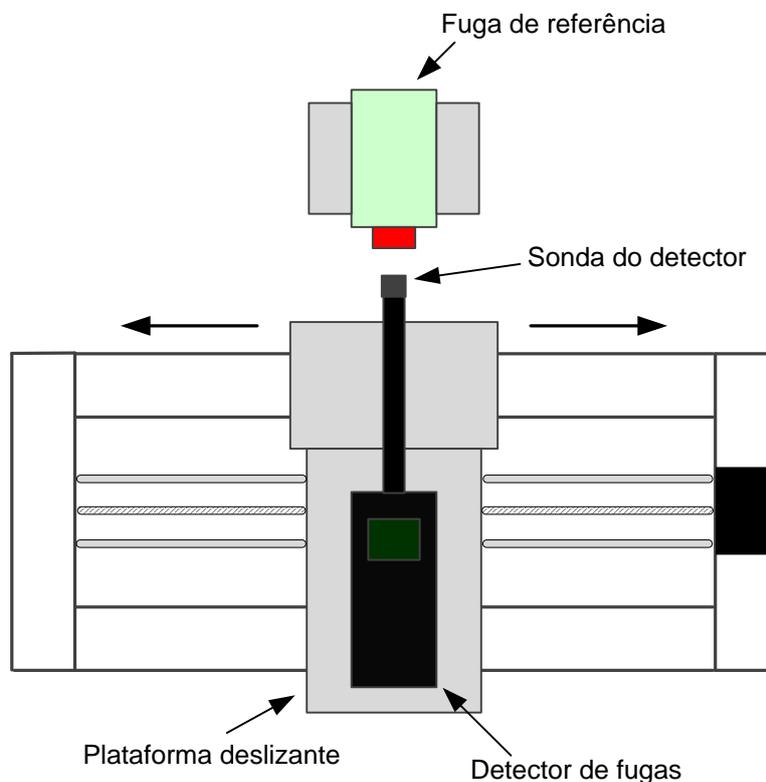


Figura 6.1: Esquema da bancada de ensaio utilizada para a qualificação dos detectores de fugas.

6.3.3 LIMITE DE DETECÇÃO NUM AMBIENTE CONTAMINADO

O teste anterior é repetido, no entanto, a bancada de ensaio é colocada no interior de uma câmara, de volume conhecido, e com uma seringa injectado um volume definido de vapor de R-134a. A concentração de R-134a no interior da câmara deve ser igual, em ppm, à

concentração máxima fornecida pelo fabricante do aparelho. Na ausência desta informação a concentração deverá ser de 1000 ppm, aceitando-se uma tolerância de $\pm 10\%$. Antes de colocar o detector na câmara deve ser adoptado o procedimento, fornecido pelo fabricante, para recolocar o aparelho a zero e o limite de detecção é medido de acordo com o procedimento de detecção dinâmica, referido no ponto anterior.

6.3.4 TEMPO DE RECUPERAÇÃO

A sonda do detector é colocada em frente à maior fuga de referência, especificada pelo fabricante, durante dez segundos. Na ausência desta informação deve ser utilizada uma fuga de referência com taxa de fuga de 50 g/ano. A sonda do detector de fugas é então retirada e colocada num ambiente limpo, com o alarme ajustado para o limite de detecção, e o tempo de recuperação é medido. Este teste deve ser repetido cinco vezes.

6.4 PROJECTO E CONSTRUÇÃO DA BANCADA DE ENSAIO

A bancada de ensaio existente no laboratório foi construída para realizar o teste de detecção dinâmica segundo a norma EN 14624:2005. A plataforma da bancada de ensaio era movida através de um motor assíncrono e o processo de automação, realizado através de tecnologia electromagnética alimentada pela rede eléctrica nacional.

Para adaptar a bancada de ensaio à norma EN 14624:2012 o motor assíncrono foi substituído por um motor com tensão de alimentação contínua de 12 V e conseqüentemente, o processo de automação. Como a fonte de energia da bancada é a rede nacional, que disponibiliza uma tensão alternada de 230 V a 50 Hz, foi necessário convertê-la numa tensão mais baixa, contínua, que se mantenha estável entre certos limites, independentemente da potência que venha a necessitar, e ajustável de modo a ser possível variar a velocidade da plataforma móvel da bancada de ensaio.

A transformação da tensão da rede numa tensão mais baixa pode fazer-se através do recurso a transformadores eléctricos. A passagem de tensão alternada para tensão contínua pode fazer-se com recurso a pontes de díodos. Estas duas fases são suficientes para produzir uma tensão contínua, de valores mais baixos do que a da rede. Contudo, a sua grande variação da amplitude com o tempo faz com que não seja, ainda, adequada à alimentação de equipamentos electrónicos. Um condensador de alta capacidade à saída da ponte de díodos pode armazenar uma quantidade de energia suficiente para que a tensão aos seus terminais se mantenha mais ou menos constante. Em vez de se ter uma oscilação da tensão (*ripple*) típica de uma rectificação de onda completa, passa-se a ter uma oscilação de tensão (*ripple*)

governada pelas características de carga e descarga do condensador. De forma aproximada (admitindo que a tensão de descarga do condensador varia linearmente com o tempo), a oscilação da tensão (*ripple*) aos terminais do condensador é dada por:

$$\Delta V = \frac{I}{fC} \quad \text{equação 6.1}$$

Em que I é a corrente a fornecer à resistência de carga, f a frequência da tensão rectificadora, C a capacidade do condensador e ΔV a diferença entre a tensão máxima de carga do condensador e a mínima (tensão pico-a-pico).

A regulação é a fase final do processo de transformação da tensão da rede eléctrica numa tensão contínua e estável. A regulação de tensão em série é a mais eficiente e por isso a mais utilizada. A qualidade de um regulador pode ser aferida pela sua *Regulação de Carga* (em tensão):

$$\text{Regulação de Carga (R.C.)} = \frac{U_0 - U_{Imáx}}{U_{Imáx}} \times 100\% \quad \text{equação 6.2}$$

em que U_0 é a tensão de saída em vazio (sem corrente de carga) e $U_{Imáx}$ a tensão em carga máxima (com a máxima corrente de carga). O melhor regulador é aquele que mantém invariável a tensão de saída, independentemente da corrente de carga ($R.C. = 0\%$). O regulador deve ser ainda capaz de atenuar o *ripple*, inevitável à saída da fase de filtragem (terminais do condensador). Quanto mais conseguir atenuar o *ripple* melhor será o regulador. Uma forma de aferir esta qualidade é através da utilização de um parâmetro, *Rejeição de Ripple* ($R.R.$), que pode ser calculado através da seguinte expressão:

$$\text{Rejeição de Ripple (R.R.)} = \frac{V_{RippleIN}}{V_{RippleOUT}} \quad \text{equação 6.3}$$

em que $V_{RippleIN}$ é a tensão de *ripple* à entrada do regulador (tensão pico-a-pico) e $V_{RippleOUT}$ é a tensão de *ripple* à saída do regulador (tensão pico-a-pico).

A Figura 6.2 ilustra o circuito da fonte de tensão projectada. A regulação da fonte de tensão foi efectuada recorrendo ao regulador série monolítico LM317 do fabricante *ON Semiconductor*. O regulador série LM317 permite a regulação e o ajuste da tensão de saída

dentro de determinados limites. Segundo informação do fabricante, a tensão de saída é condicionada pela relação entre as resistências R_a e R_b através da seguinte expressão [44]:

$$U_{out} = \frac{R_a + R_b}{R_a} \times 1,25 + R_b \times 50 \times 10^{-6} \quad \text{equação 6.4}$$

em que R_a corresponde, no circuito da figura, à resistência R_2 e R_b às resistências R_3 e R_4 .

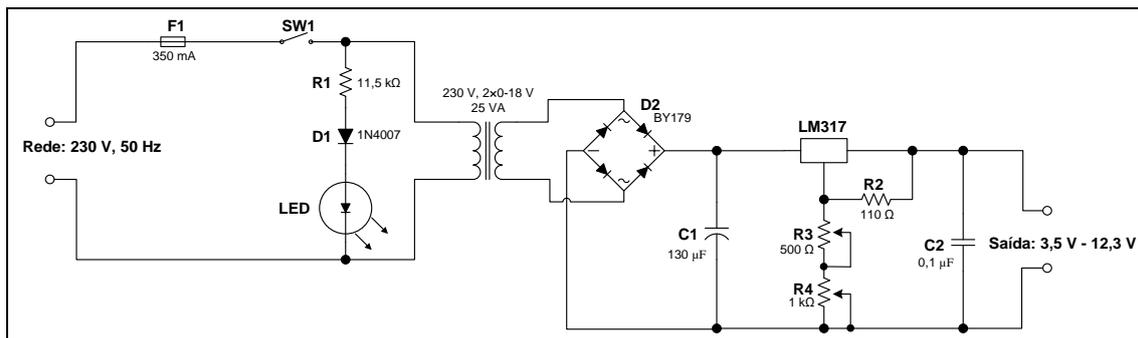


Figura 6.2: Circuito projectado para a fonte de tensão regulada e ajustável (3,5 a 12,3 V) utilizada na transformação da tensão da rede numa tensão mais baixa e contínua, indicada para o novo motor.

A fonte de tensão projectada permite transformar a tensão da rede eléctrica numa tensão contínua e, ajustável entre 3,5 e 12,3 V.

Depois de obtida a alimentação do novo motor foi necessário projectar e dimensionar o processo de automação da bancada de ensaio. A partir do circuito da fonte de tensão projectada foi realizado esse processo. A Figura 6.3 ilustra o circuito electrónico projectado. Ao colocar o interruptor (SW1) na posição ON o motor começa a girar fazendo a plataforma da bancada de ensaio mover-se. Quando a plataforma chega ao limitador fim de curso (esquerdo) este activa a porta (*Set*) do flip-flop SN74279, que pelas suas características, deixa de ter 5 V no terminal de saída (Q) passando a ter uma tensão nula [45]. Por outro lado, a plataforma ao accionar o limitador fim de curso (direito) activa a outra porta (*Reset*) do flip-flop passando a ter no terminal de saída novamente 5 V. A tensão à saída do flip-flop faz activar/desactivar o *PCB Relay G5V-2*, permitindo alternar a polaridade à saída do circuito possibilitando assim o motor da bancada de ensaio girar nos dois sentidos [46]. O regulador monolítico LM7805 do fabricante *OMRON* permite a alimentação tanto do flip-flop como do relé.

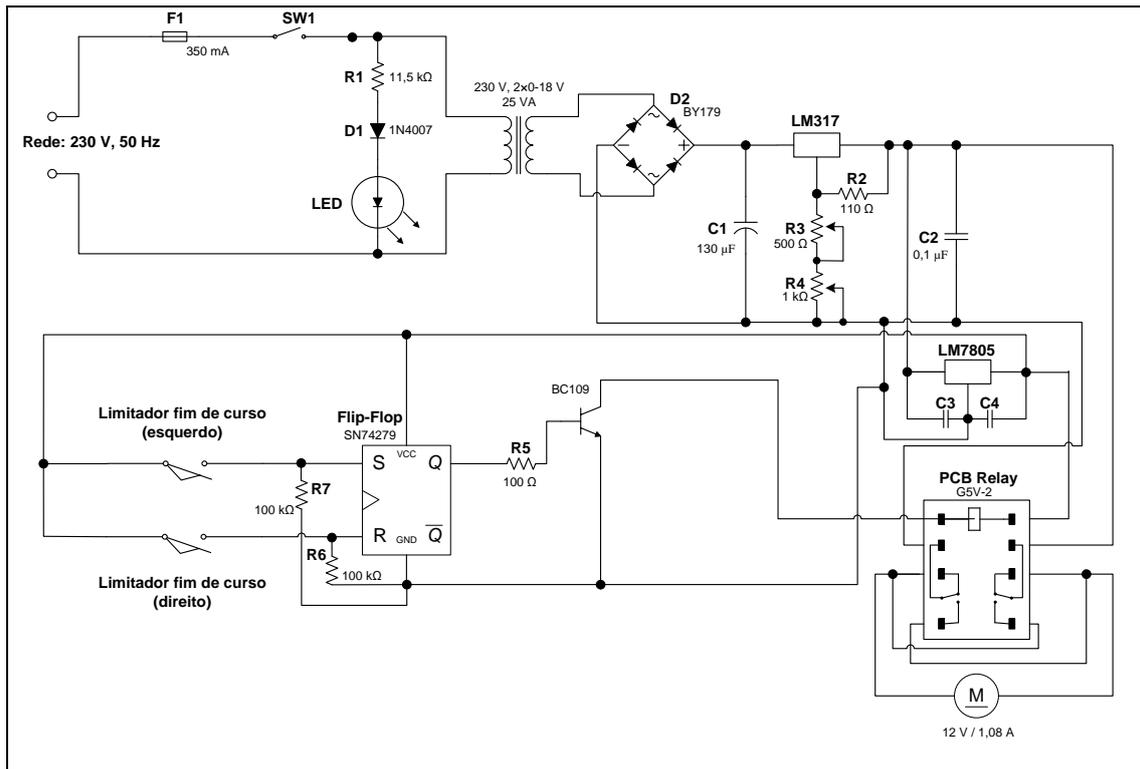


Figura 6.3: Circuito completo da electrónica de controlo da bancada de ensaio.

Os componentes electrónicos foram montados na PCB finalizando a construção da electrónica de controlo da bancada de ensaio. Na Figura 6.4 está ilustrada a PCB correspondente ao circuito electrónico anterior foi desenhada no programa *Fritzing*.

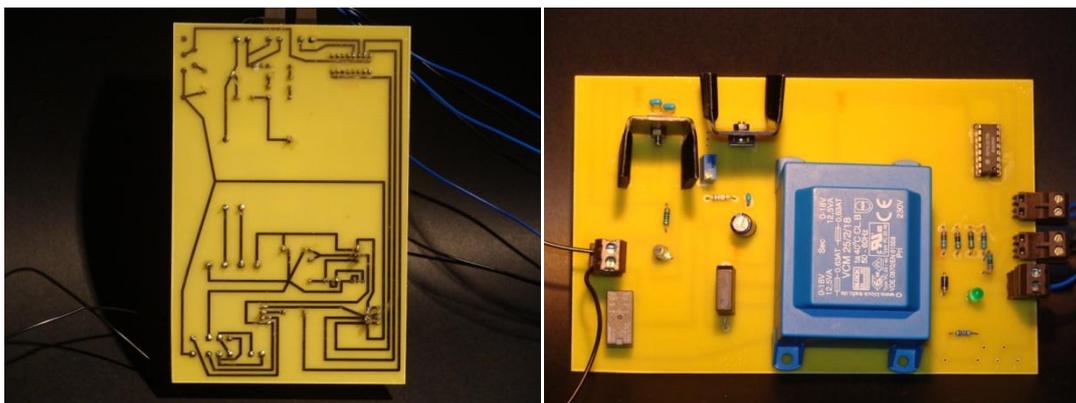


Figura 6.4: PCB após a montagem de todos os componentes electrónicos.

Pretendia-se uma PCB que pudesse ser colocada na bancada de ensaio. Foram colocados dissipadores passivos para ajudar o arrefecimento do regulador monolítico LM7805 e do regulador série LM317.

Capítulo 7 CONCLUSÃO

Foram construídas fugas de permeabilidade de R-134a com taxas de fuga entre 4 e 25 g/ano. Utilizando um sistema de medição de microfluxos determinou-se a permeabilidade de várias membranas ao R-134a verificando-se que a mais adequada a este gás, para a produção de fugas com as taxas de fuga pretendidas, foi a membrana de silicone MVQ. Esta membrana foi caracterizada em termos da permeabilidade ao R-134a assim como para diversas pressões de alimentação e temperaturas.

A definição do sistema de vedação, a utilizar na construção das fugas de permeação, foi a maior dificuldade encontrada neste trabalho. De modo a evitar fugas laterais foram desenvolvidos diversos tipos de anilhas.

Para produzir as fugas de permeação de R-134a foi desenvolvido um sistema de enchimento de fugas. Este sistema, além de aumentar o número de fugas que podem ser produzidas por dia em relação ao sistema anterior, possibilita o enchimento de fugas com outras espécies de gases frigoríficos. As taxas de fuga obtidas permitiram encontrar o coeficiente linear de temperatura. O coeficiente obtido encontra-se dentro dos valores típicos para este tipo de fugas.

Foi encontrada a relação entre a área de permeação e respectiva taxa de fuga verificando-se a possibilidade de construção de fugas de permeação de R-134a em toda a gama necessária.

Pode-se concluir que os objectivos foram alcançados. Com um baixo custo de produção foi possível construir fugas de permeação em condições de comercialização.

A adaptação da bancada de ensaio utilizada nos testes de qualificação dos detectores de fugas de gases frigoríficos permite ao METROVAC oferecer os serviços de qualificação de detectores de fugas conforme a norma EN 14624:2012.

7.1 PERSPECTIVAS FUTURAS

No futuro, devem testar-se e caracterizar-se fugas de permeação de outros gases frigoríficos. Para tal a membrana de silicone MVQ deve ser caracterizada em termos de permeabilidade a esses gases de modo a aferir a sua adequabilidade.

A estabilidade a longo prazo das fugas construídas deve ser caracterizada de forma a concluir que estas fugas de permeação podem ser utilizadas como fugas padrão ou de referência.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Regulamento (CE) N°842/2006 do Parlamento Europeu e do Conselho de 17 de Maio de 2006.
- [2] Regulamento (CE) N° 1516/2007 da Comissão de 19 de Dezembro de 2007.
- [3] “EN 14624 Performances of mobile leak detectors and of room controllers of halogenated refrigerants,” Julho 2005.
- [4] D. Clodic, N. Torbey e F. Fayolle, “Qualification of leak detectors – Calibration of leak artefacts,” em *Colloque à effet de Serre III*, 2002.
- [5] D. Clodic, “Measurement and Control of Refrigerant Leaks,” em *AICARR Conference*, 2000.
- [6] *EN 14624 Performances of mobile leak detectors and of room controllers of halogenated refrigerants*, Janeiro 2012.
- [7] D. Clodic, *Zero Leaks*, ASHRAE, 1998.
- [8] I. Borde, M. Jelinek e N. C. Dalthrophe, “Absorption system based on the refrigerant R134a,” *Int. J. Refrig.*, vol. 18, n.º 6, pp. 387-394, 1995.
- [9] A. McCulloch e A. A. Lindley, “From mine to refrigeration: a life cycle inventory analysis of the production of HFC-134a,” *Int. J. Refrig.*, vol. 26, pp. 865-872, 2003.
- [10] Y. H. Yau e Y. C. Foo, “Comparative study on evaporator heat transfer characteristics of revolving heat pipes filled with R134a, R22 and R410A,” vol. 38, p. 202–211, 2011.
- [11] W. Jitschin, U. Weber e H. K. Hartmann, “Convenient primary gas flow meter,” *Vacuum*, vol. 46, n.º 8-10, pp. 821-824, 1995.
- [12] W. Jitschin, M. Ronzheimer e S. Khodabakhshi, “Gas flow measurement by means of orifices and Venturi tubes,” *Vacuum*, vol. 53, pp. 181-185, 1999.
- [13] W. Jitschin, “Gas flow measurement by thin orifice and the classic Venturi tube,” *Vacuum*, vol. 76, pp. 89-100, 2004.
- [14] G. Boqin e X. Huang, “Investigation of leak detection method by means of measuring the pressure increment in vacuum,” *Vacuum*, vol. 80, pp. 996-1002, 2006.
- [15] P. Otal, J. C. Legras e Boineau, “Étalonnage des fuites d'hélium: méthodes de référence et dissémination de 10-10Pa.m3.s-1 à 10-2Pa.m3.s-1,” *Reveu Française de Métrologie*, vol. 1, pp. 3-9, 2009.
- [16] A. Calcatelli, M. Bergoglio e D. Mari, “Leak detection, calibrations and reference flows: Praticle example,” *Vacuum*, vol. 87, pp. 1538-1544, 2007.
- [17] J. M. Hidalgo e J. L. Segovia, “Leak calibration by comparison with reference standard leaks,” *Vacuum*, vol. 82, pp. 1151-1156, 2008.
- [18] M. Bergoglio, A. Calcatelli e G. Rumiano, “Gas flowrate measurements for leak calibration,” *Vacuum*, vol. 46, n.º 8-10, pp. 763-765, 1995.
- [19] I. Morgado, Tese de Doutoramento: Design and realization of a primary and secondary leak standards for the measurement of leak flow rates of refrigerants, Ecole Nationale Supérieure des Mines des Paris, 2008.
- [20] D. Pražák, J. Zůda e L. Peksa, “Calibration of secondary standard leaks by means of mass comparison,” em *Proceedings in IMEKO 2010 TC3, TC5 and TC22 Conferences Metrology in Modern Context*, Pattaya, Chonburi, Thailand, 2010.
- [21] D. Pražák, J. Zůda, J. Tesař, L. Peksa e M. Vičar, “Perspectives of atmospheric reference leaks calibration by gravimetric method,” *Measurement*, n.º Aguarda publicação, 2012.
- [22] U. Wälchli, A. L. Stöckli, F. Rapp, M. A. Bösch e A. Schmid, “Fundamental leak calibration system for gas leaks with defined pressure difference over the leak element,” *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. 14, n.º 3, pp. 1247-1251, 1996.
- [23] K. Jousten e U. Becker, “A primary standard for the calibration of sniffer test leak devices,” *Metrologia*, n.º 46, pp. 560-568, 2009.
- [24] M. Bergoglio e D. Mari, “INRIM primary standard for microgas-flow measurements with reference to atmospheric pressure,” *Measurement*, 2011.
- [25] F. Boineau, “Characterization of the LNE constant pressure flowmeter for the leak flows rates,”

- PTB - Mitteilungen*, n.º 121, p. 313, 2011.
- [26] I. Morgado, J. C. Legras e D. Clodic, "Primary standard for the calibration of refrigerant leak flow rates," *Metrologia*, n.º 47, pp. 135-145, 2010.
- [27] C. Ehrlich e J. Basford, "Recommended practices for the calibration and use of leaks," *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 10, n.º Vacuum, Surfaces, and Films, pp. 1-17, 1992.
- [28] I. Morgado, P. Ota, J. C. Legras e D. Clodic, "Traçability of refrigerant leak tightness," em *Proceedings in XIX IMEKO World Congress Fundamental and Applied Metrology*, Lisboa, Portugal, 2009.
- [29] Y. Yingzhong e D. Clodic, "Leak flow rate of MAC systems and components 1 - Laboratory tests, fleet tests and correlation factor," *Int. J. Refrig.*, n.º 33, pp. 1465-1477, 2010.
- [30] D. Clodic e A. Zoughaib, "Measurement of leak flow rates of MAC components by infra-red spectrophotometry, and calculations of annual leak flow rates," em *Proceedings in VDA Alternate Refrigerant Wintermeeting*, Saalfede, Austria, 2004.
- [31] C. Jackson Jr e C. N. Sherlock, *Nondestructive Testing Handbook*, vol. 1, American Society for Nondestructive Testing, 1998.
- [32] P. J. Abbott e S. A. Tison, "Commercial helium permeation leak standards: Their properties and reliability," *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 14, n.º 3, pp. 1242-1246, 1996.
- [33] NIST, "NIST webbook," 2011. [Online]. Available: http://webbook.nist.gov/cgi/fluid.cgi?Action=Load&Applet=on&ID=C811972&Type=SatP&Digits=5&THigh=30&TLow=-10&TInc=1&RefState=DEF&TUnit=C&PUnit=bar&DUnit=mol%2Fl&HUnit=kJ%2Fmol&WUnit=m%2Fs&VisUnit=uPa*s&STUnit=N%2Fm. [Acedido em 6 11 2012].
- [34] M. M. Gomes, "Rubberpedia," Rubberpedia, [Online]. Available: <http://www.rubberpedia.com/borrachas/borracha-silicone.php>. [Acedido em 9 11 2012].
- [35] R. B. Simpson, *Rubber Basics*, Shawbury, Shropshire: Rapra Technology Limited, 2002.
- [36] S. S. Products, "Samco Silicone Products," [Online]. Available: http://www.samco.co.uk/public/pdfs/datasheet_6.pdf. [Acedido em 9 11 2012].
- [37] T. C. Merkel, V. I. Bondar, K. Nagai, B. D. Freeman e I. Pinnau, "Gas sorption, diffusion, and permeation in Poly(dimethylsiloxane)," *J. Polym. Sci. Polym. Phys.*, vol. 38, n.º 3, pp. 415-434, 2000.
- [38] H. Lin e B. D. Freeman, "Gas solubility, diffusivity and permeability in Poly(ethylene oxide)," *J. Membrane Sci.*, n.º 239, pp. 105-117, 2004.
- [39] J. J. Shieh e T. S. Chung, "Gas permeability, diffusivity and solubility of Poly(4-Vinylpyridine)," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 37, n.º 20, pp. 2851-2861, 1999.
- [40] G. J. Van Amerongen, "The permeability of different rubbers to gases and its relation to diffusivity and solubility," *Journal of Applied Physics*, vol. 17, n.º 11, pp. 972-985, 1946.
- [41] A. S. Michaels, W. R. Vieth e J. A. Barrie, "Diffusion of gases in polyethylene terephthalate," *Journal of Applied Physics*, vol. 34, n.º 1, pp. 13-20, 1963.
- [42] H. Zhang e A. Cloud, "The permeability characteristics of silicone rubber," em *Proceedings in Coatings and sealants section*, Dallas, 2006.
- [43] Y. Yu, Tese de Doutorado: Generic approach of refrigerant HFC-134a emission modes from mobile air conditioning (MAC) systems, Ecole Nationale Supérieure des Mines des Paris, 2008.
- [44] ON Semiconductor, "LM317 Data Sheet," [Online]. Available: http://www.onsemi.com/pub_link/Collateral/LM317-D.PDF. [Acedido em 3 Janeiro 2013].
- [45] Texas Instruments, "SN74279 Data Sheet," [Online]. Available: <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/sn74279.pdf>. [Acedido em 3 Janeiro 2013].
- [46] OMRON, "PCB Relay Data Sheet," [Online]. Available: http://www.omron.com/ecb/products/pdf/en-g5v_2.pdf. [Acedido em 3 Janeiro 2013].