



UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA – FACULDADE DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA

Célula de Permeação a Temperatura Controlada

Dissertação de Mestrado em Engenharia Física

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa para o Banho Termostatizado em função do grau de Mestre em Engenharia Física

Orientador: Prof. Doutor Orlando Manuel Neves Duarte Teodoro

Joaquim Marcelino da Silva Conde

Monte de Caparica 2010

Agradecimentos

Este foi um projecto que exigiu um esforço tremendo de minha parte, mas também de parte das pessoas que dele fizeram parte. É então para essas pessoas que aqui fica o meu mais sincero agradecimento.

Ao meu professor e orientador Orlando Teodoro, pelo apoio e compreensão. Não só ao longo do projecto, com a paciência e disponibilidade, como também pelo apoio nesta nova fase da minha vida. Muito Obrigado.

À minha família que, ao longo de todo o meu curso, esteve presente para me apoiar mesmo quando nem tudo corria bem. Cheguei à Faculdade e terminei o meu curso graças também ao sacrifício e dedicação de parte deles.

A todos os meus colegas de curso que, sem excepção, estiveram comigo e também me ajudaram nesta etapa. Em especial ao Daniel Martins pela sua disponibilidade e auxílio.

Aos colaboradores do Metrovac, Ana Fonseca, Tiago Batista e David Faria que também me apoiaram e me ensinaram nestes últimos anos.

À Dona Fátima que, com a sua simpatia e força, esteve presente ao longo de todo o curso e, como não podia deixar de ser, na minha fase final.

Ao torneiro António Rodriguez, responsável pela maquinação da Célula de Permeação. Não só pela simpatia mas acima de tudo pela competência; a Célula está exactamente como pretendido.

Como não poderia deixar de ser, a todos os meus amigos que, independentemente da situação souberam estar presentes. Não só nos maus momentos, mas na minha vida. Aproveitei também para destacar o Engenheiro José Martins e a Professora Cátia Valente, duas pessoas extremamente importantes.

Resumo

Devido à importância da manutenção da temperatura num ensaio de permeabilidade, foi criado este projecto para dar apoio aos ensaios já realizados no METROVAC.

Foi desenhada e construída uma Célula de Permeação e um Banho Termostatizado, sendo controlado este sistema por um controlador PID CAL 3300. Para o desenho da Célula de Permeação, foi tida em conta a peça já existente no laboratório e o sistema de processamento de amostras. Quanto ao Banho Termostatizado, este foi construído integralmente utilizando seis Células de Peltier como ponto de partida. Para as Células foi desenvolvido um dissipador a água e foi colocado um dissipador simples do lado contrário. Este será o lado em contacto com a água que estará dentro de um recipiente – tipo calorímetro – feito com Plurioretano Expandido e Araldite. Do banho saem dois tubos que, com a ajuda de uma pequena bomba de água, levam a água até ao interior da Célula de Permeação. A temperatura da Célula é o parâmetro de entrada do controlador PID, que controla as Células de Peltier através do controlo de um Relé de Estado Sólido.

Foram feitos testes de estanquidade, estabilidade e homogeneidade à Célula de Permeação e ensaios de permeabilidade a Hélio utilizando um espectrómetro de massa. Basicamente a amostra é colocada dentro da Célula, é feito vácuo no seu lado inferior e aplicada uma pressão de Hélio de 1bar no lado superior. É medida a taxa de fuga através da amostra em mbar.l/s, sendo este o valor da permeabilidade de cada amostra ao Hélio.

O projecto está operacional e pode ser utilizado, para já, numa gama de temperaturas entre os 10°C e os 60°C.

Abstract

It is extremely important to retain temperature in permeation trials. This project will help METROVAC in permeability measurements, already in progress there, but without temperature control.

A Permeation Cell and a Thermostatic Bath was built, all controlled with a PID CAL 3300. To design the Permeation Cell, was taken in considered the Cell already in use on METROVAC and the samples processing. The Thermostatic Bath was integrally built using six Peltier Cells as starting point. A heatsink was developed with a water circuit inside to retain one side of the Cells at water temperature, and placed a simple heatsink on the other side. This is the side responsible for heating and cooling the water inside an isolated structure done with Plurioretano Expandido and Araldite. It has two tubes on the top of the structure to provide water at wanted temperature to the Permeation Cell, using a small water pump. Temperature of the Permeation Cell is the in parameter on PID controller, which controls the Peltier Cells current using a Solid State Relay.

It was done sealing, temperature homogeneity and temperature stability tests on the Permeation Cell and permeability trials using helium as permeated gas and a mass spectrometer. Basically the sample is placed inside the Permeation Cell, with vacuum on the bottom and 1bar of helium on top. The mass spectrometer reads the flow of helium in units' mbar.l/s, being this value the permeability of each sample.

The project can be used, for now, in a range of temperatures between 10°C and 60°C.

Acrónimos

METROVAC - Laboratório de Tecnologia e Metrologia de Vácuo da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

PID – Proportional–Integral–Derivative

PT100 - Platinum Resistance Thermometers (um tipo)

RS232 - Recommended Standard 232

RS485 - Recommended Standard 485

Índice

Agradecimentos	ii
Resumo.....	iii
Abstract	iv
Acrónimos	v
Índice de Figuras	viii
Índice de Tabelas.....	ix
I. Introdução.....	1
II. Revisão da Literatura.....	3
2.1.Relevância do ensaio de Permeabilidade	3
2.2.Relevância do controlo de Temperatura	4
2.3.Utilização de Células de Peltier	6
III. Metodologia	7
3.1.Célula de Permeação.....	8
3.2.Banho Termostatizado	10
3.2.1.Efeito de Peltier.....	10
3.2.2.Construção e Teste.....	11
3.2.3.Controlador PID.....	14
3.4.Montagem Experimental	14
IV. Resultados Experimentais.....	17
4.1.Calibração dos Termopares.....	17
4.2.Ensaio de Temperatura	18
4.3.Ensaio de Permeabilidade	20
V. Discussão dos Resultados	23
5.1.Calibração dos Termopares.....	23
5.2.Homogeneidade do Banho	25
5.3.Estabilidade do Banho.....	27

5.4.Análise da Permeabilidade.....	28
VI. Conclusão	30
6.1.Perspectivas futuras.....	30
6.2.Orçamento do Projecto.....	31
VII. Referências Bibliográficas	33
VIII. Anexos.....	35
7.1.Projecto da Célula de Permeação	35

Índice de Figuras

Figura 1 - Base da Célula de Permeação projectada a) e construída b).....	8
Figura 2 - Topo da Célula de Permeação projectado a) e construído b).....	9
Figura 3 - Célula de Permeação projectada a) e construída b)	10
Figura 4 - Esquema representativo do efeito de Peltier	11
Figura 5 - Banho Termostatizado projectado.....	12
Figura 6 - Resultados para o arrefecimento do Banho	12
Figura 7 - Resultados para o Aquecimento	13
Figura 8 - Fotografia do sistema de circulação de água.....	13
Figura 9 - Opção de funcionamento do PID – “Reverse” e “Direct”	14
Figura 10 - Circuito do Banho Termostatizado.....	15
Figura 11 - Circuito do Banho Termostatizado.....	15
Figura 12 - Colocação dos termopares para o estudo da homogeneidade a) radial e b) axial...	18
Figura 13 - Resultados da temperatura da Célula de Permeação para o aquecimento	19
Figura 14 - Resultados da temperatura da Célula de Permeação para o arrefecimento	19
Figura 15 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 13°C	20
Figura 16 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 23°C	21
Figura 17 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 33°C	21
Figura 18 - Análise dos resultados para 10°C.....	25
Figura 19 - Análise dos resultados para 40°C.....	26
Figura 20 - Análise dos resultados para os 60°C	26
Figura 21 - Comparação dos valores de permeabilidade.....	29

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Resultados da calibração dos Termopares	17
Tabela 2 - Resultados da temperatura nos ensaios de permeação	22
Tabela 3 - Resultados para a incerteza expandida dos termopares	23
Tabela 4 - Correções feitas aos ensaios da temperatura	24
Tabela 5 - Resultados para a Homogeneidade da Célula de Permeação.....	27
Tabela 6 - Resultados para a estabilidade.....	27
Tabela 7 - Resultados para a incerteza das medições de temperatura	28
Tabela 8 - Análise ao orçamento do projecto	31

I. Introdução

Em termos gerais, em física e engenharia, a permeação é a penetração de um permeado (líquido ou gasoso) através de uma superfície sólida. Este permeado tem sempre a tendência em migrar para a concentração mais baixa seguindo três fases: sorção, difusão e dessorção. Resumidamente, as moléculas do permeado são adsorvidas na superfície do material (sorção), penetram no sólido (difusão) e emergem do lado oposto prosseguindo o seu caminho (dessorção).

Uma vez que a permeação é uma característica do material, ao testar uma amostra é medida a permeabilidade. Evidentemente, a permeabilidade depende da espessura da amostra de filmes e membranas e pode ser medida com qualquer gás ou líquido. O método de medição usa um módulo central, separado pela amostra testada. O gás de teste é alimentado por um lado da célula e o gás permeado é transportado para um detector – por exemplo um espectrómetro de massa. É com base neste conhecimento, de nível mundial, que foi baseado o projecto.

A Célula de Permeação a temperatura controlada, inicialmente, tinha como objectivo ser um dispositivo capaz de realizar medições de permeabilidade para uma gama de temperatura entre -10°C e 80°C , aproximadamente. Contudo, como se verá mais à frente, tal não foi possível. O projecto foi dividido em duas partes:

1. Célula de Permeação – Suporte onde são colocadas as amostras e controlada a temperatura;
2. Banho Termostatizado – Será o responsável por fornecer a temperatura desejada;

Desta forma, foram dois os grandes objectivos neste projecto. Foi desenhada uma Célula de Permeação capaz de responder as necessidades pretendidas, verificada a possibilidade de construção de um Banho Termostatizado (de forma a evitar a sua compra) e encontrado um controlador PID capaz de controlar não só subidas de temperatura mas também descidas. Este último ponto foi importante uma vez que o “habitual” é os controladores funcionarem somente para o aquecimento, actuando quando a temperatura é superior a um valor definido.

Este será um projecto a ser utilizado no METROVAC, um laboratório de Metrologia que realiza ensaios de permeabilidade a diferentes amostras mas ainda não possui um sistema fidedigno de controlo de temperatura. Desta forma, foi portanto necessário testar a homogeneidade e a estabilidade da temperatura na peça, encontrando o erro no controlo da temperatura, além

de obviamente o teste de estanquidade. Com a possibilidade de realizar os ensaios de permeabilidade a temperatura controlada, o METROVAC será um laboratório com maior controlo dos factores externos nestes ensaios, podendo fornecer um serviço de qualidade superior.

II. Revisão da Literatura

Os ensaios de permeação existentes nos vários artigos de revistas e jornais da especialidade são bastante variados. Desde mangueiras de fornecimento de ar até membranas de todo o tipo de material, os estudos apresentam um denominador comum: o estudo da permeabilidade. Muitos destes estudos apresentam controlo de temperatura nos ensaios, havendo mesmo estudos do efeito da temperatura na permeabilidade. Torna-se evidente, à partida, que os ensaios de permeabilidade a temperatura controlada são de extrema importância, evidenciando a pertinência deste projecto.

2.1.Relevância do ensaio de Permeabilidade

Uma vez que este projecto irá auxiliar na medição da permeabilidade de polímeros, é importante analisar a importância deste material no quotidiano. Desde fármacos a alimentos, os polímeros são utilizados como embalagem mas, acima de tudo, como retentor de qualidade. São estas embalagens que mantêm os alimentos frescos ou os fármacos fiáveis por mais tempo. Esta retenção de qualidade tem grande impacto no consumidor mas também no produtor, sendo esta parceria a responsável pela diversidade dos estudos de permeabilidade existentes. Actualmente, existem inclusivamente estudos sobre embalagens comestíveis (Maia, Porte, & De Souza, 2000), analisando-se a sua permeabilidade a oxigénio e dióxido de carbono – entre outros gases.

Geralmente, a medição da permeabilidade é baseada em três métodos: o método de volume variável, o método de pressão variável e o método de aumento de concentração. No método de volume variável, um aumento de volume a pressão constante – que é função do gás permeante – é medido através do deslocamento de um líquido num capilar. No estado estacionário, a taxa de aumento de volume medida através da velocidade do líquido é utilizada para calcular a permeabilidade. A técnica nanométrica, ou método de pressão variável, aplica o princípio da difusão de gás. Quando temos uma diferença de pressão entre dois lados de uma amostra permeável, existe tendência para o gás fluir do lado de maior pressão para o de menor pressão, naturalmente. O aumento de pressão no lado de menor pressão é convertido numa taxa de permeabilidade de gás. O método de aumento de concentração é provavelmente o método mais utilizado neste momento, sendo também este o método utilizado nos ensaios de permeabilidade neste projecto. Este método utiliza a mesma quantidade de pressão nos dois lados da amostra, sendo um destes lados preenchido com uma pressão parcial de gás permeante. Esta pressão parcial faz com que o gás atravesse a amostra

para o lado de menor pressão, onde é detectado através de um analisador, por exemplo um espectrómetro de massa. O fluxo de gás – hélio para este projecto – detectado pelo espectrómetro de massa será o valor da permeabilidade do ensaio (Maia, Porte, & De Souza, 2000).

Existe uma grande quantidade de montagens para medição de permeabilidade. Talvez a mais simples e recente foi desenvolvida para aplicação dupla (Poovarodom & Ngaowthong, 2010). Este projecto utiliza uma base comum, onde se pode acoplar um suporte para membranas – tal como no projecto desta Dissertação – ou um suporte para embalagens. Foram feitas medições de permeabilidade de oxigénio, utilizando um cromatógrafo calibrado, tanto a membranas como a embalagens.

Outro aspecto importante nos estudos de permeação foi encontrado na Dissertação de Walter Junior (Junior, 2007). O autor focou-se no problema ambiental da perda de Hidrocarbonetos, em particular no carregamento e transporte de gasolina. Este diz-nos que as principais técnicas de recuperação de Hidrocarbonetos são a adsorção, a absorção, a condensação e a permeação de vapor, sendo esta última a relevante nesta análise. No processo de permeação de vapor, a recuperação dos compostos orgânicos voláteis ocorre por permeação através de uma membrana selectiva. É a diferença de pressão parcial através desta membrana, que produz a corrente do gás permeado, rico em hidrocarbonetos. O permeado pode então ser enviado a um condensador ou retornar ao reservatório de combustível. A eficiência deste processo de recuperação pode chegar até 99% e possui ainda as vantagens da facilidade de instalação e de operação, tornando-o um dos mais promissores para recuperação de vapores de hidrocarbonetos.

Em suma, os testes de permeabilidade são de extrema importância pois são responsáveis pela evolução da qualidade de vida. Se hoje em dia existem embalagens capazes de reter a qualidade de alimentos ou de nos proteger de produtos tóxicos, processos de recuperação de gases prejudiciais à saúde ou até medicamentos fiáveis por mais tempo é devido aos ensaios de permeação feitos até hoje. No futuro, a tendência será continuar a evoluir, mantendo-se a necessidade de realizar mais testes de permeabilidade a diferentes materiais, condições e permeantes.

2.2.Relevância do controlo de Temperatura

Se variados são os ensaios de permeabilidade, todos – ou quase todos – dão importância ao controlo da temperatura. Em 1999 foi desenvolvido um novo sistema de medição de

permeabilidade (Yeom, Kim, & Lee, 1999). Este projecto apresenta um Célula de Permeação envolta numa espécie de forno, sendo a temperatura controlada dessa forma. Verifica-se desde já uma limitação, só sendo controladas subidas de temperatura. Os resultados apresentados são para a permeação de membranas a água para 30°C, 40°C e 50°C, existindo um aumento assinalável no valor da permeabilidade.

Num outro artigo de 2006 consta um estudo de permeabilidade, entre outras propriedades (Tremblay, Savard, Vermette, & Paquin, 2006). Na sua montagem, o aquecimento é feito através de pastilhas de aquecimento contidas da Célula de Permeação, sendo tudo controlado através de um computador com o auxílio de um termopar.

Tipicamente, a dependência do coeficiente de permeabilidade com a temperatura pode ser modulada através da relação de Arrhenius que consta na equação 1 (Merkel, Gupta, Turk, & Freeman, 2001).

$$K = P_0 \exp\left(-\frac{E_p}{RT}\right) \quad (1)$$

Nesta equação, K representa o coeficiente de permeabilidade, P_0 o chamado factor de frente, E_p a energia de activação da permeação, R a constante do gás e T a temperatura. Para os gases analisados nesta experiência (Merkel, Gupta, Turk, & Freeman, 2001), verificou-se também um aumento da permeabilidade com a temperatura. Este resultado indica também que a energia de activação do Hélio, um dos gases aqui estudados, é positiva.

As equações actuais que descrevem o transporte de gás através de membranas porosas são baseadas em equações semi-empíricas derivadas no século 19 e 20 por Darcy (Pal, Joyce, & Fleming, 2006). Estas equações descrevem o comportamento de vários gases ao atravessarem um meio poroso, como por exemplo hélio atravessando membranas de polímeros. A lei de Darcy descreve a cinética do fluxo de um fluido através de um meio poroso através da permeabilidade (equação 2) (Pal, Joyce, & Fleming, 2006).

$$Q = \frac{K \Delta p}{\mu l} A \quad (2)$$

Nesta equação, Q é a taxa de fluxo, K o coeficiente de permeabilidade referido anteriormente, Δp a diferença de pressão entre os dois lados da membrana, l a espessura da amostra, A a área de permeação e μ a viscosidade do gás. Analisando estas equações, conclui-se que, para este projecto é necessário controlar dois factores. A pressão parcial de hélio no topo da célula e a temperatura.

2.3.Utilização de Células de Peltier

A ideia de se utilizarem Células de Peltier como fonte de calor para o Banho Termostatizado não é nova. Existem outros projectos que utilizam este dispositivo, tal como o de estudo de materiais magnéticos (Basso, Küpferling, Sasso, & Giudici, 2008). Neste estudo foi desenvolvida uma técnica de calorimetria para medir a variação de entropia isotérmica magneto-calórica. O método consiste na utilização de células Peltier como o sensor de fluxo de calor e bomba de calor, ao mesmo tempo. Neste trabalho é descrita a configuração, as equações constitutivas da célula Peltier (como sensores e actuador), e o procedimento de calibração. O calor fornecido pelas Células de Peltier é utilizado para manter a amostra isotérmica, quando campo magnético é alterado.

Sem dúvida que as Células de Peltier são dispositivos compactos e fiáveis bombas de calor de estado sólido, podendo ser controlados facilmente pela variação da potência de entrada. Actualmente no mercado existe uma grande quantidade de combinações que podem ser feitas, sendo a quantidade de calor que as Células de Peltier conseguem remover o parâmetro que define a corrente e a tensão que estas devem suportar.

III. Metodologia

A abordagem seguida para toda a construção deste projecto foi a mais prática, tentando-se sempre reutilizar material já adquirido e em desuso na faculdade. Somente quando necessário complementar o projecto com algum material ou dispositivo extra é que se recorreu ao mercado o que contribuiu para reduzir o seu custo total.

A Célula de Permeação foi desenhada com base na existente em laboratório, mas não só. Foi também tido em conta o tamanho das amostras, dos gaskets e o-rings existentes e até mesmo o tipo e tamanho de parafusos e ligações a utilizar. Tudo isto garantindo que a célula ficaria o mais pequena possível, não sendo bom desenho uma peça que exerça demasiada força sobre o sistema, podendo causar fugas.

O Banho Termostatizado foi o que exigiu maior número de componentes e pormenores. Este deveria ser um sistema bem isolado (não permitindo grandes trocas de calor com o exterior), além de ser alimentado com algo que não só forneça calor ao sistema como também retire – para arrefecimento. A solução foi construir o banho com Plurioretano Expandido (material utilizado no isolamento de interiores em casas) e utilizar Células de Peltier como fonte de calor. A utilização de Células de Peltier para arrefecimento não é novidade, a novidade é a forma de construção do Banho Termostatizado. O normal é utilizar as Células de Peltier existentes no mercado de acordo com o pretendido num determinado projecto ou numa determinada construção. Neste caso foram utilizadas seis Células de Peltier já existentes no laboratório, partindo daqui a construção do Banho Termostatizado. Como é evidente, foi necessário testar primeiro esta solução e só depois se verificou que não era necessário adquirir um Banho Termostatizado – evitou-se um enorme acréscimo no custo total do projecto. Com o problema do Banho Termostatizado resolvido, foi necessário adicionar um sistema de circulação de água que, por agora, consiste numa bomba de água pequena com tubos de silicone com 8mm de diâmetro.

Para o controlo da tensão aplicada às Células de Peltier, foi reutilizado um controlador PID anteriormente utilizado pelo Sandro (Veiga, 2009), também num projecto nesta Faculdade. Este é um PID capaz de controlar subidas e descidas de temperatura e receberá a temperatura a que se encontra a célula através de um termopar tipo K, actuando sobre as Células de Peltier de acordo com o valor de temperatura estabelecido.

3.1. Célula de Permeação

No desenho da Célula de Permeação foram tidos em conta diversos aspectos. O primeiro dos quais prende-se com a peça já existente para realizar os ensaios de permeabilidade. Basicamente, a Célula de Permeação desenvolvida teria também que suportar as amostras actuais e conter uma entrada de gás de um lado e uma ligação KF25 - para ligação a vácuo - do outro. Desde logo, foi necessário garantir a estanquidade da peça, tornando-se evidente que esta foi submetida inicialmente a testes de fugas. Outro aspecto foi o sistema de tratamento de amostras já existente no METROVAC. Todas as amostras recebidas são, quando submetidas ao teste, cortadas em discos de 62mm de diâmetro. Assim sendo, foi boa prática manter o diâmetro que suporta a amostra igual ao da peça já existente. A nova peça, à semelhança da antiga, levou três furos distanciados de 120° para garantir que o ensaio é feito em toda a superfície da amostra. Na figura 1 pode ser visto o desenho e o resultado final da base de Célula de Permeação.

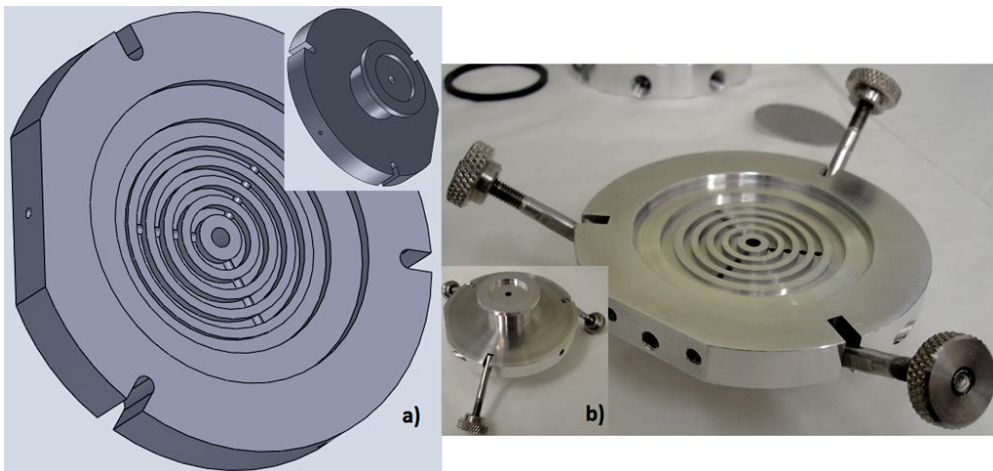


Figura 1 - Base da Célula de Permeação projectada a) e construída b)

Explicando de dentro para fora, foram feitos três cortes para inserir três apertos, distanciados 120° entre si (podem verificar-se os apertos na fotografia final). Ainda na periferia, foi feito um corte para posteriormente se colocar uma dobradiça de dupla face que permita uma abertura para cima e só depois para trás. Segue-se o encaixe para o topo da Célula de Permeação e uma reentrância para colocar o gasket responsável por manter a estanquidade do ensaio. A partir deste ponto estão colocados suportes circulares para garantir que a amostra se mantém plana, não sofrendo grande deformação devido ao vácuo – é possível que se venha a colocar uma rede entre a amostra e estes suportes. De referir ainda que os furos que vão do exterior ao centro da Célula de Permeação foram tapados até ao diâmetro interior do gasket, utilizando um parafuso que aperta um o-ring contra um cilindro de alumínio.

A amostra é então colocada entre a peça referida anteriormente e uma superior. A peça inferior será a responsável por “fornecer” a ligação ao vácuo e o suporte à peça e amostra, e a de cima a responsável por exercer a pressão necessária para garantir a estanquidade do ensaio e, ao mesmo tempo, providenciar o gás com o qual é feito o ensaio de permeabilidade. Será utilizado um gasket em cada peça e será neles que a pressão é feita ao apertar o conjunto.

Para concluir os requisitos da célula, faltava somente inserir um circuito por onde a água, vinda do Banho Termostatizado, passa. Uma vez que o lado inferior da amostra se encontrará em vácuo, este circuito será colocado no topo da amostra, fornecendo a temperatura desejada a partir de cima. A peça superior, responsável apenas por exercer pressão e fornecer o gás, tornou-se mais importante, sendo também a responsável por fornecer a temperatura desejada ao ensaio. A forma encontrada para a inclusão do circuito de água foi dividir esta peça em duas, utilizando-se uma entrada e uma saída de água laterais, com um circuito ao longo do interior de uma primeira peça mais robusta. A segunda serve apenas como tampa, exercendo pressão contra dois o-rings colocados na periferia deste circuito de água, evitando que esta transborde. A figura 2 consegue ilustrar melhor o que foi dito, mostrando também o desenhado e o resultado final.

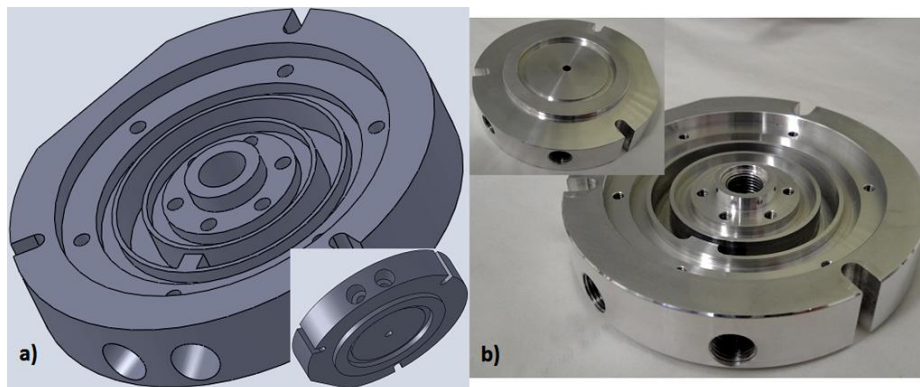


Figura 2 - Topo da Célula de Permeação projectado a) e construído b)

Uma vez mais explicando de dentro para fora, temos o corte que complementa a base da Célula de Permeação e é utilizado para colocar os apertos. Segue-se o encaixe para a tampa, que levará seis parafusos M3 de cabeça de embeber tanto ao longo do diâmetro exterior como ao longo do diâmetro interior. De seguida encontra-se a reentrância para o o-ring de maior diâmetro, a reentrância para o circuito de água e a reentrância para o o-ring de menor diâmetro. Por fim está o furo onde é aparafusado um adaptador para o tubo de entrada de gás. Foi colocado também um obstáculo entre a entrada e a saída da água, para esta circular preferencialmente pelo circuito maior, actuando sobre a totalidade da peça.

As ligações de água utilizadas têm rosca de 1/8 BSPT e foram adquiridas na RS – referência 387-2460. A ligação para o gás é feita utilizando um acessório Swaslock também com rosca 1/8 BSPT e a ligação para vácuo é uma flange KF 25. A peça foi construída totalmente em alumínio e tem uma dobradiça de dupla face para ligar e assegurar o aperto do conjunto. A figura 3 demonstra este conjunto, desenhado e a Célula de Permeação final.

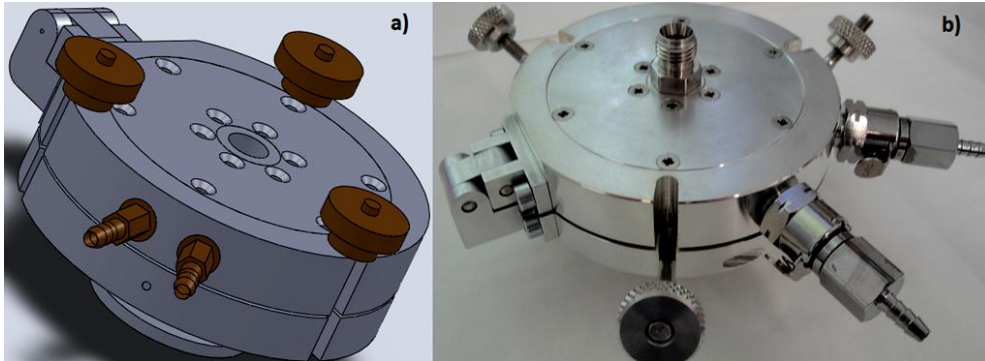


Figura 3 - Célula de Permeação projectada a) e construída b)

3.2. Banho Termostatizado

Foi inicialmente analisada a possibilidade de construir o Banho Termostatizado utilizando como fonte Células de Peltier. Desta forma seria evitada a compra de um Banho Termostatizado industrial, cujo custo acrescia várias centenas ao projecto. As Células de Peltier são dispositivos simples que utilizam o efeito de Peltier para produzir calor de um lado e retirar calor ao outro.

3.2.1. Efeito de Peltier

O efeito Termoeléctrico consiste na conversão directa de diferenças de temperatura em tensão eléctrica e vice-versa. Um dispositivo termoeléctrico gera uma tensão quando há uma temperatura diferente em cada um de seus lados. Inversamente, quando há uma tensão aplicada, cria-se uma diferença de temperatura, conhecendo-se este fenómeno como efeito Peltier.

O efeito Termoeléctrico pode ser usado para gerar electricidade, para medir a temperatura, ou para aquecer ou arrefecer objectos. Tradicionalmente, o termo efeito Termoeléctrico engloba três efeitos identificados separadamente: o efeito Seebeck, o efeito Peltier e o efeito Thomson. Muitas vezes denominado de efeito de Peltier-Seebeck, o efeito Termoeléctrico sofreu uma separação decorrente da descoberta do físico francês Jean Charles Athanase

Peltier (Rowe, 2006). Este físico descobriu que, dado um par termoelétrico com ambas as junções à mesma temperatura e, tendo-se uma fonte de tensão externa, produz-se uma corrente no termopar e a variação das temperaturas nas junções não se dá inteiramente devido ao efeito Joule. Esta variação adicional de temperatura foi então denominada de efeito Peltier, sendo produzida tanto pela corrente proporcionada pela fonte externa como pelo próprio par termoelétrico (figura 4¹). Pode-se afirmar que um dispositivo de efeito Peltier comporta-se de forma inversa a um termopar.

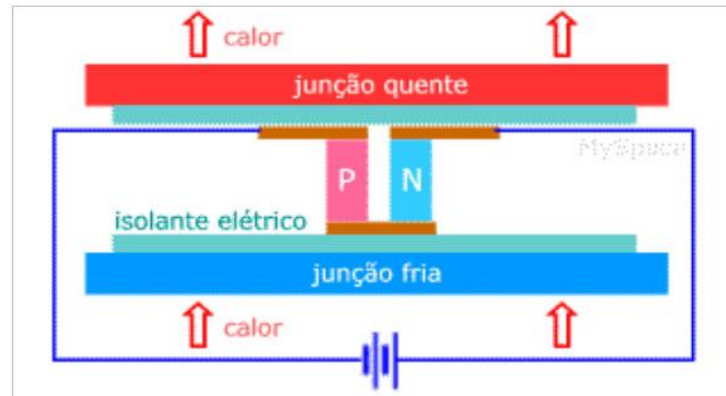


Figura 4 - Esquema representativo do efeito de Peltier

Foram utilizadas neste projecto seis Células de Peltier ligadas em série de forma a aumentar o valor de tensão máxima suportado. Uma vez que cada célula suporta 15,4V e 3,9A, fica-se com um conjunto que suporta 92,4V e 3,9A (Technologies, 2000).

3.2.2. Construção e Teste

Evitando a compra, este banho foi “criado” e testado utilizando Plurioretano Expandido (2 cm de espessura) e Araldite, com base, três lados e tampa – tudo com dupla espessura -, de forma a tentar garantir um bom isolamento térmico. Na face em falta, colocou-se um dissipador de calor para melhor difundir a potência calorífica das Células de Peltier para o banho, também fixado com Araldite. Como, por sua vez, as Células de Peltier necessitam de dissipador, foi construído um dissipador a água que se trata de uma placa de alumínio com um circuito interior (figura 5). Esta pequena construção foi feita unindo duas partes iguais de placa, já com os furos no interior. Depois de ter sido encontrada forma de aparafusar estas peças foram embutidas à pressão duas ligações para mangueira feitas de latão. Este dissipador – totalmente construído na oficina do DF – consegue manter o lado oposto ao utilizado para aquecer/arrefecer o banho a uma temperatura constante: a da água (aproximadamente 23°C).

¹ Retirado do site da MSPC

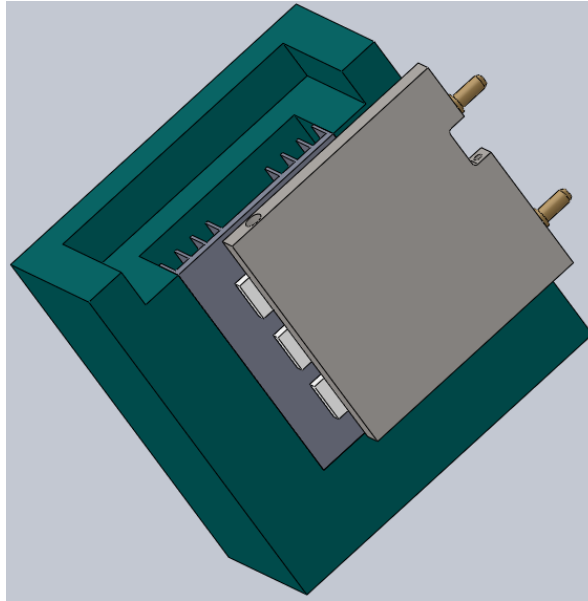


Figura 5 - Banho Termostatizado projectado

Para já, a construção de Pluriuretano Expandido as Células de Peltier e o dissipador a água estão fixos utilizando grampos de aperto e massa térmica para o melhor contacto das Células de Peltier com a superfície dos dissipadores.

Com o Banho Termostatizado definido – com um volume de 400ml –, foram feitos testes de aquecimento e arrefecimento para verificar se este banho seria passível de ser utilizado neste projecto. Abaixo seguem-se os gráficos de temperatura em função do tempo do Banho Termostatizado para uma potência de 90W aplicada às células.

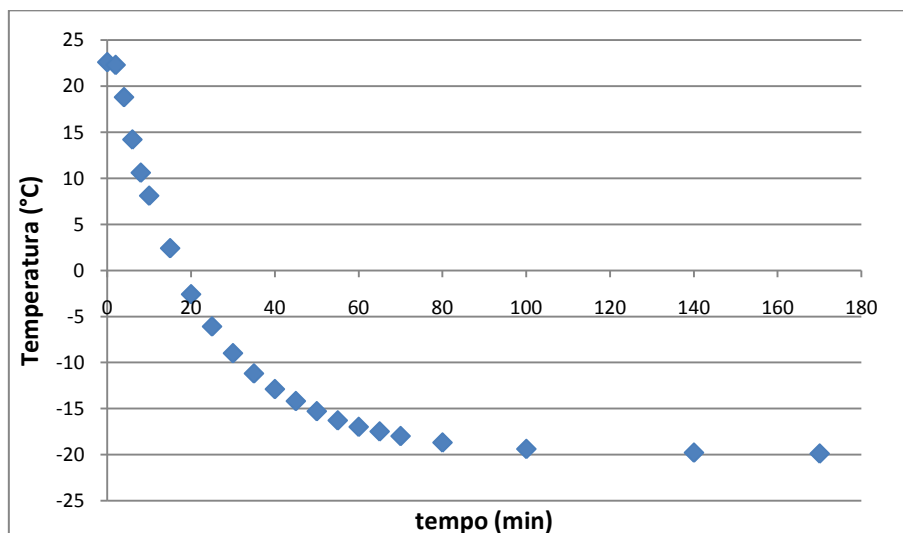


Figura 6 - Resultados para o arrefecimento do Banho

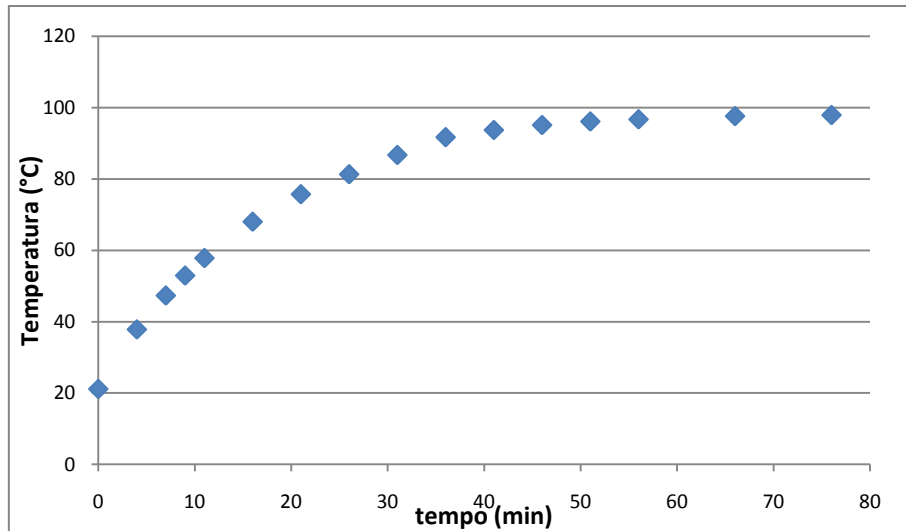


Figura 7 - Resultados para o Aquecimento

Como se pode verificar, em ambos os casos, o Banho Termostatizado criado atingiu um valor, em módulo, muito superior ao necessário para aquecer ou arrefecer a célula. Contudo estes testes foram feitos sem circulação de água o que, dependendo da temperatura exterior e do comprimento dos tubos utilizados, influencia muito a temperatura da Célula de Permeação.

Uma vez que este Banho Termostatizado ficou operacional, foi necessário encontrar uma forma de fazer circular o líquido desde o Banho Termostatizado até à Célula de Permeação. A forma encontrada foi utilizar uma pequena bomba de água adquirida na RS (referência: 480-138) com tubos de silicone também da RS. Esta bomba utiliza 6V de alimentação, que foi fornecida através de quatro pilhas de 1,5V colocadas num suporte existente no laboratório. Este conjunto foi completo com um interruptor, como se pode ver na figura 8.

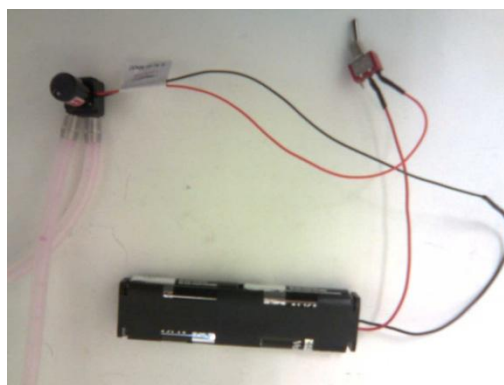


Figura 8 - Fotografia do sistema de circulação de água

3.2.3. Controlador PID

O Controlador encontrado que melhor se adequou a este projecto foi o CAL 3300, da empresa Cal Controls. Este possui inúmeras funcionalidades, sendo a mais importante a possibilidade de funcionar em modo directo e em modo inverso, o que permite controlar não só subidas como descidas de temperatura.

É um Controlador compatível com 9 tipos de termopares diferentes e com a resistência PT100. A medida de temperatura pode ser feita em graus Celsius ou em graus Fahrenheit, com uma resolução de uma décima de grau. Pode não só funcionar em modo ON/OFF como em modo PID. Uma grande vantagem deste controlador é poder-se conectar a computadores. A conexão é feita pelo protocolo MODBUS, sendo as portas séries RS232 ou RS485 os meios físicos de conexão.

O controlo é feito através do accionamento de um relé de estado sólido, que fecha e abre um circuito montado para alimentar as Células de Peltier. O relé utilizado foi adquirido na RS (referência RS 535-3062) e tem a capacidade de suportar 3A ou 200VAC, sendo controlado através da tensão de saída do Controlador PID – 4-10DC e 15mA. Basicamente este conjunto funciona como um circuito que se encontra fechado quando a temperatura se encontra – em módulo – mais baixa do que o pretendido, e abre quando se encontra acima.

O ponto mais importante no controlador encontra-se no nível 3 do seu menu onde podemos escolher o modo de funcionamento (figura 9²). Isto permite controlar também o arrefecimento da Célula de Permeação e não só o aquecimento, como é comum na maioria dos controladores PID. Pode-se ajustar o *setpoint* e um alarme mas, neste projecto apenas se utilizou o valor de *setpoint*, dando apenas importância aos primeiros dois dígitos de cada comando. Colocando esta opção em “reverse” controlam-se aquecimentos e em “direct” controlam-se arrefecimentos.

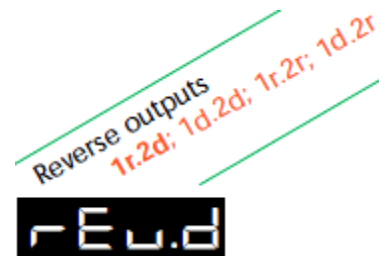


Figura 9 - Opção de funcionamento do PID – “Reverse” e “Direct”

3.4. Montagem Experimental

Nesta secção é explicado como foi feita a montagem para os testes e como se procederá posteriormente aos ensaios de medição da permeabilidade.

² Figura retirada do manual de utilização do PID CAL 3300

Nos testes de temperatura será utilizada uma fonte de alimentação capaz de fornecer até 3A de corrente, ligada a um amperímetro. Por sua vez, este amperímetro irá ligar ao Relé de Estado Sólido – controlado pelo PID – sendo aqui que se conectam as Células de Peltier. Fazendo a corrente passar no sentido directo o banho irá arrefecer, e aquecerá no sentido inverso. Poderá ser adicionado um comutador entre os terminais do Relé e os terminais das Células de forma a inverter o sentido da corrente (comutando entre aquecimento e arrefecimento) – figura 10.

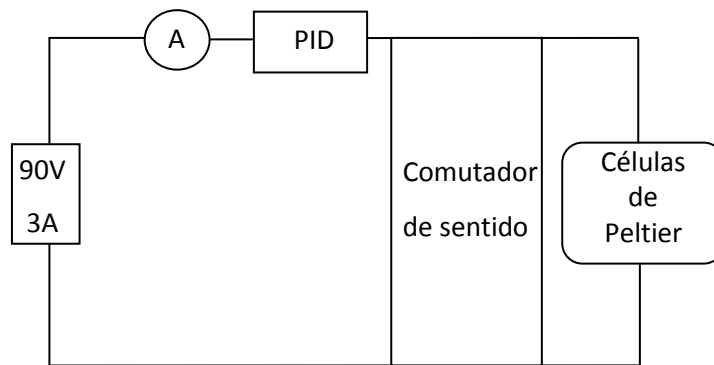


Figura 10 - Circuito do Banho Termostático

Para os ensaios de permeabilidade a técnica a ser utilizada é muito simples. A célula atingirá a temperatura colocada no PID através da água que vai circular desde o Banho Termostático até à mesma, utilizando a bomba de água. O dissipador das Células de Peltier pode ser ligado directamente à torneira e o termopar tipo K do PID pode ser colocado no topo de célula – uma vez que serão feitos testes de homogeneidade. Por sua vez a célula de Permeação conecta-se a uma bomba de vácuo e a uma garrafa do gás a permear. No caso dos ensaios de permeabilidade a He, a célula liga-se directamente ao espectrómetro de massa como se verifica na figura 11.

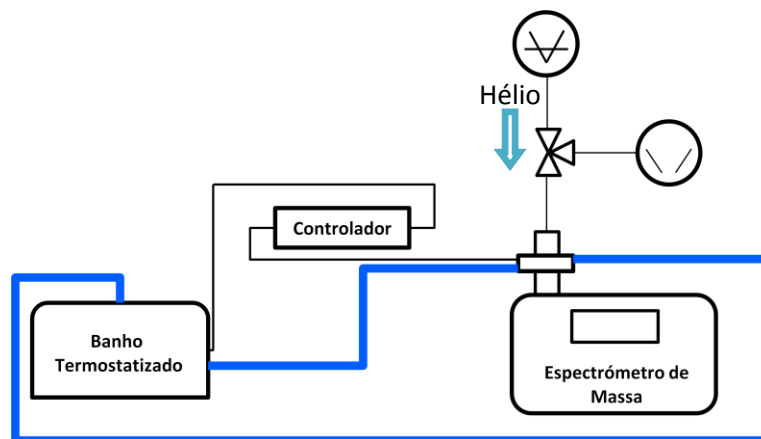


Figura 11 - Sistema de medição de permeabilidade a Hélio

Este será o sistema de testes de permeabilidade seguido. Basicamente, é colocado um *setpoint* no controlador de PID sendo esta a temperatura a que se realiza o ensaio. A amostra é colocada na Célula de Permeação e é feito vácuo nos dois lados, estando um dos quais ligado ao Espectrómetro de massa. Com a tensão de alimentação das Células de Peltier aplicada e as ligações de água feitas, liga-se a bomba de água. A temperatura da Célula de Permeação irá então de encontro ao pretendido, deixando-se esta a estabilizar. Com a temperatura estável junto ao *setpoint* é colocado 1 bar de Hélio no topo da célula, subindo então a taxa de fuga medida pelo Espectrómetro. O valor desta taxa estabilizado é a nossa medida para a permeabilidade da amostra. De notar que o Espectrómetro pode conectar-se a um computador, registando-se também a evolução da taxa de fuga.

IV. Resultados Experimentais

Neste capítulo serão relatados os resultados para a homogeneidade da temperatura na Célula de Permeação e os ensaios de permeabilidade realizados. Para os testes de homogeneidade foram utilizados cinco termopares, sendo portanto todos eles calibrados previamente. Os testes de estanquidade mostraram que a Célula de Permeação não apresenta qualquer fuga e, colocando um disco metálico simulando uma amostra, a permeabilidade apresentada a hélio foi nula, não existindo fuga de gás na periferia.

4.1. Calibração dos Termopares

Na calibração dos Termopares foi utilizado o procedimento técnico PT14 presente no METROVAC (Teodoro, 2008). Foram seleccionados 6 pontos de calibração dentro da gama de temperatura proposta na realização deste projecto (-10°C até 80°C), comparando-se cada termopar com um padrão de referência, a termoresistência PT100Ω. A calibração foi feita da temperatura mais baixa para a mais alta e utilizou-se o banho líquido Venus da Isotech com a unidade de leitura TT1-7 – calibrado anteriormente pela técnica responsável Ana Fonseca. Os termopares estavam conectados à unidade de leitura BlackStack Fluke 1560. Todos os resultados foram introduzidos na folha de registo do procedimento PT14, seguindo-se na tabela 1 o seu resumo.

Tabela 1 - Resultados da calibração dos Termopares

Temperatura do teste (°C)	Número do Termopar	Temperatura média de referência (°C)	Temperatura média do Banho Termostatizado (°C)
-15	1	-15,190	-15,06
	2	-15,189	-13,854
	3	-15,189	-13,844
	4	-15,189	-13,872
	5	-15,190	-13,858
0	1	-0,111	-0,063
	2	-0,111	0,648
	3	-0,111	0,653
	4	-0,112	0,656
	5	-0,112	0,670
25	1	24,962	24,974
	2	24,962	25,021
	3	24,963	25,021
	4	24,963	25,075
	5	24,963	25,057
45	1	44,974	45,112
	2	44,973	44,670
	3	44,973	44,682
	4	44,972	44,782

	5	44,971	44,751
60	1	59,863	60,098
	2	59,864	59,336
	3	59,863	59,359
	4	59,862	59,478
	5	59,862	59,432
85	1	84,557	85,093
	2	84,556	83,906
	3	84,556	83,928
	4	84,558	84,110
	5	84,557	84,034

4.2. Ensaio de Temperatura

Estes ensaios foram utilizados para analisar tanto a homogeneidade radial e axial do Banho Termostatizado, como a sua estabilidade. Foram colocados quatro dos termopares calibrados anteriormente na Célula de Permeação utilizando a unidade de leitura Blackstack Fluke 1560, sendo o primeiro colocado no controlador PID e os restantes na Célula de Permeação. Para as

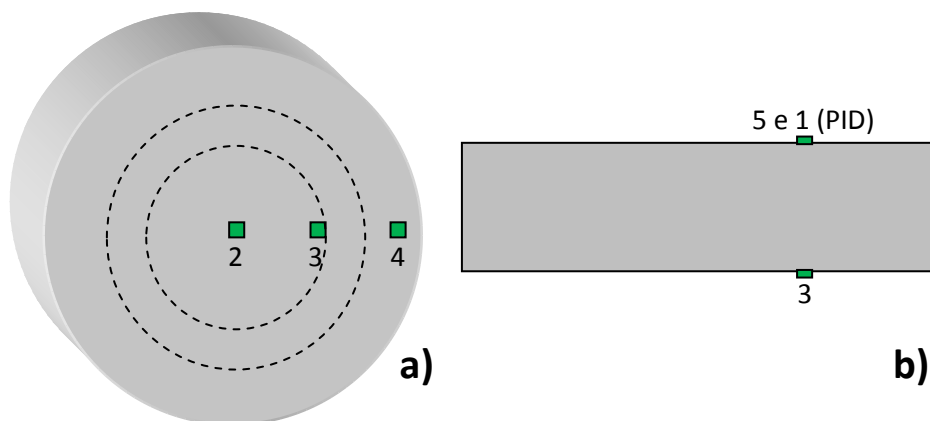


Figura 12 - Colocação dos termopares para o estudo da homogeneidade a) radial e b) axial

medições de homogeneidade radial, foram colocados três termopares ao longo do raio de permeação (figura 12 a)), para o estudo da homogeneidade axial utilizou-se um dos anteriores em comparação com um outro colocado no topo da Célula de Permeação (figura 12 b)). O termopar 2 será utilizado como referência no estudo da homogeneidade radial e o termopar 3 será utilizado como referência no estudo da homogeneidade axial.

Foram iniciados estes testes com o aquecimento da Célula de Permeação e para duas temperaturas diferentes. O procedimento foi simples, colocando-se o *setpoint* nos 40°C e esperando-se estabilizar, realizando-se depois o mesmo procedimento para os 60°C. De seguida foi amplamente aumentado o *setpoint* de forma a verificar o valor máximo que a Célula de Permeação conseguia atingir com este Banho Termostatizado. A figura 13 representa os dados dos resultados da temperatura em função do tempo para as medições referidas.

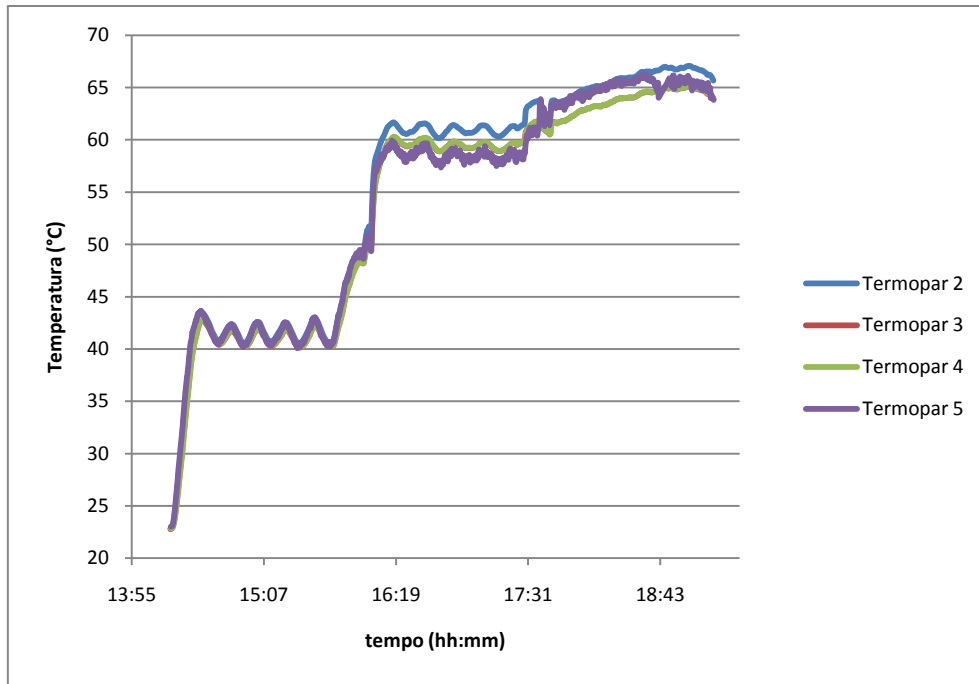


Figura 13 - Resultados da temperatura da Célula de Permeação para o aquecimento

Verificou-se que ainda é possível controlar a temperatura na Célula de Permeação até aos 65°C, sendo este o máximo da Célula de Permeação para subidas temperatura.

Para a diminuição da temperatura, foi colocado o *setpoint* nos 0°C, de forma a verificar o valor mínimo de temperatura atingido. Posteriormente colocou-se o *setpoint* nos 10°C e registou-se os resultados (figura 14).

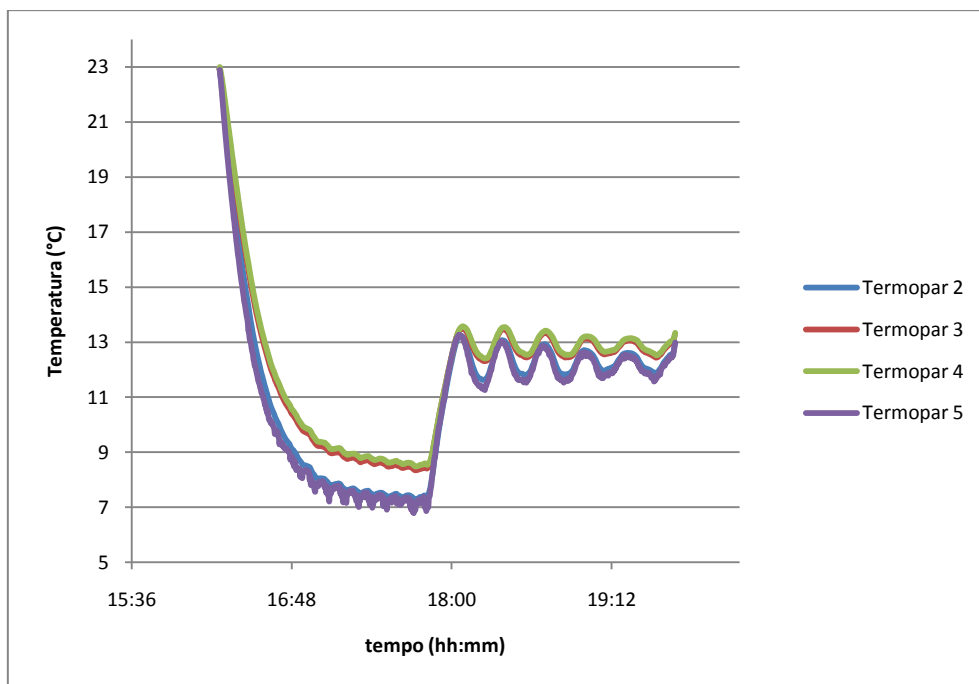


Figura 14 - Resultados da temperatura da Célula de Permeação para o arrefecimento

Ainda seria possível então realizar medições para os 8°C, aproximadamente. Para a descida de temperatura registou-se uma maior discrepância entre o valor de temperatura do PID e os valores medidos pelos termopares.

A referir ainda que estes ensaios foram realizados para uma temperatura ambiente de 23,4°C e uma potência de 90W aplicada às Células de Peltier. A temperatura máxima dentro do Banho Termostatizado foi 88°C e a mínima 3,2°C.

4.3. Ensaio de Permeabilidade

Com a gama de temperatura definida entre os 10°C e os 60°C, foram feitas medições de permeabilidade para três temperaturas diferentes, seguindo o método isostático. Estes ensaios foram feitos todos no mesmo dia, para uma temperatura ambiente de 23,5°C, uma pressão atmosférica de 1014mbar e humidade relativa de 40,5%.

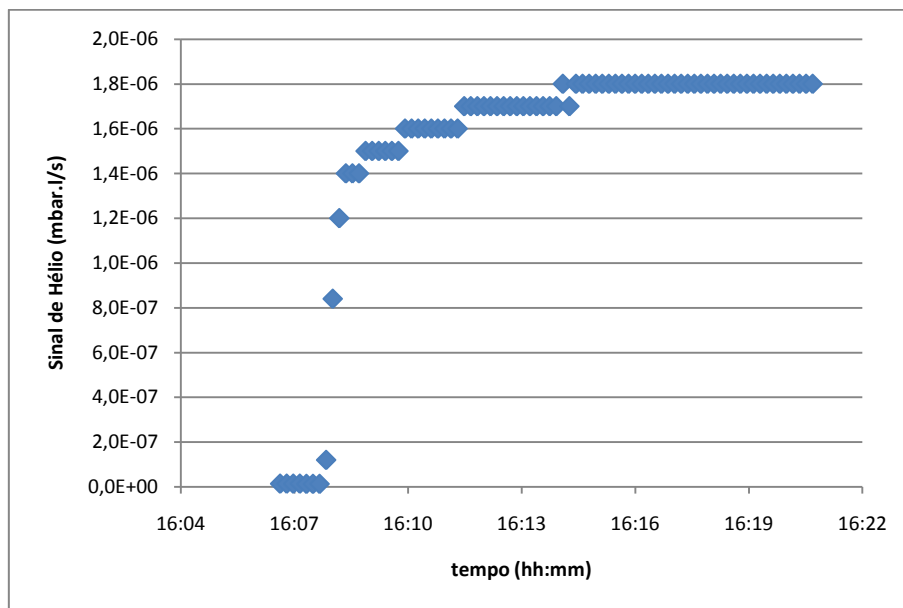


Figura 15 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 13°C

Neste ensaio (figura 15) houve uma pressão inicial na Célula de Permeação de $9,6 \times 10^{-2}$ mbar, preenchendo-se o lado superior da amostra com uma pressão parcial de hélio de 1002mbar.

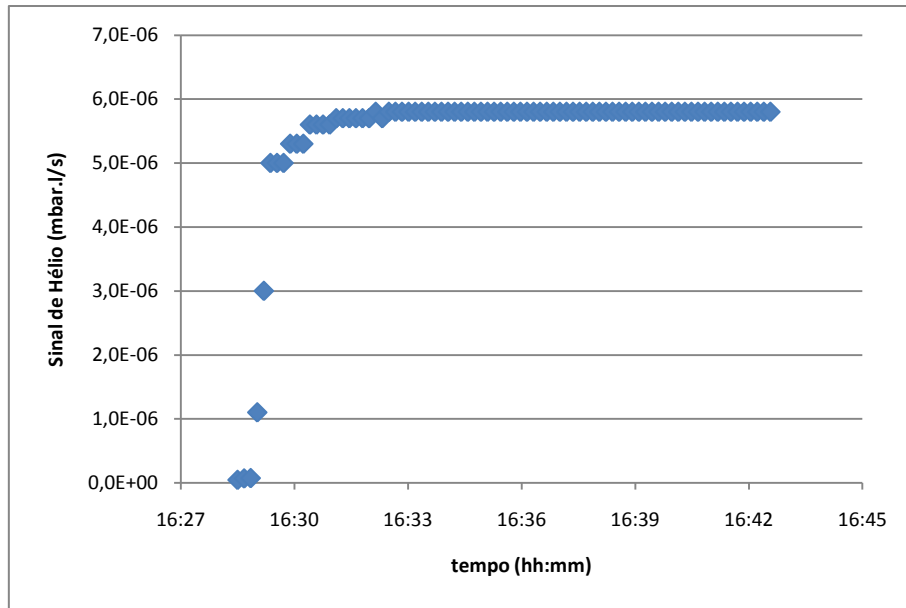


Figura 16 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 23°C

Para este ensaio (figura 16) preencheu-se o topo da amostra com 1015mbar de hélio e houve uma pressão inicial de $9,9 \times 10^{-2}$ mbar.

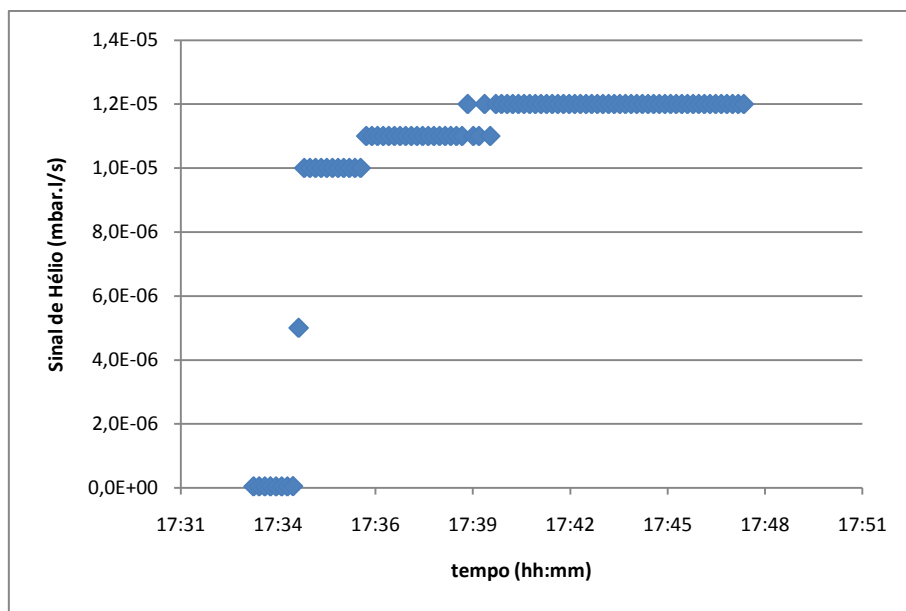


Figura 17 - Resultados de permeabilidade para uma temperatura de 33°C

Neste ensaio (figura 17) existiu uma pressão parcial de hélio de 1010mbar e uma pressão inicial de $1,1 \times 10^{-1}$.

A referir ainda que a temperatura da Célula de Permeação foi monitorizada através de dois termopares colocados no topo da Célula de Permeação. Esses resultados constam da tabela 2.

Tabela 2 - Resultados da temperatura nos ensaios de permeação

Temperatura do ensaio (°C)	Temperatura do Termopar 1 (°C)	Temperatura do Termopar 2 (°C)	Temperatura do Banho (°C)
13	12,7	13,5	7,8
23	23,4	23,7	24,3
33	31,5	32,1	35,8

V. Discussão dos Resultados

Neste capítulo serão analisados todos os resultados do Banho Termostatizado, comparando-os sempre que possível com os pressupostos teóricos e resultados de projectos semelhantes.

5.1. Calibração dos Termopares

Segundo o procedimento PT14 (Teodoro, 2008), são variadas as fontes de incerteza numa calibração de termopares. A incerteza de calibração do termómetro padrão (PT100 Ω), a deriva do termómetro de resistência padrão, a incerteza da unidade de leitura padrão, a deriva da unidade de leitura padrão, a estabilidade do banho, a uniformidade do banho e a resolução do termopar padrão. A deriva é a incerteza que maior dúvida pode levantar, sendo este valor a variação anual nas medições de temperatura aquando da calibração.

Todos estes valores já constavam no METROVAC, quer das calibrações dos padrões, quer das calibrações feitas anteriormente, sendo mais importante referir a utilização das medições da calibração neste projecto. Uma das quais deve-se ao erro na manutenção da temperatura na célula. Como se sabe a temperatura irá oscilar em torno do valor colocado, não se mantendo constante. Este erro consiste na combinação de três valores: a incerteza expandida calculada dos termopares (tabela 3), a homogeneidade do Banho Termostatizado e a estabilidade do Banho Termostatizado.

Tabela 3 - Resultados para a incerteza expandida dos termopares

Temperatura (°C)	Termopar	Incerteza Expandida (°C)
-15	1	0,1492
	2	
	3	
	4	
	5	
0	1	0,1491
	2	
	3	
	4	
	5	
25	1	0,1489
	2	
	3	
	4	
	5	
45	1	0,1489
	2	
	3	
	4	

	5	0,3122
60	1	
	2	
	3	
	4	
	5	
85	1	
	2	
	3	
	4	
	5	

Foi verificado que a maior fonte de incerteza é a homogeneidade do banho onde foi feita a calibração, o banho líquido Venus da Isotech com a unidade de leitura TT1-7. Os valores da incerteza variaram pouco entre termopares, apesar das diferenças observadas na leitura. Uma vez mais este facto deve-se à homogeneidade do Banho Líquido Venus.

Outra utilização destes valores, mais propriamente os medidos, prende-se com a discrepância entre os valores medidos de temperatura. Os termopares foram calibrados sendo colocados todos juntos e à mesma altura no Banho de calibração para que na determinação da homogeneidade seja possível ter um valor de referência, corrigindo os restantes de acordo com a diferença apresentada entre este termopar de referência e os restantes. Desta forma reduz-se o erro na análise da homogeneidade.

As correcções a serem feitas dependem da homogeneidade a ser analisada. Tal como foi referido anteriormente, a referência para a análise de homogeneidade radial é o termopar 2 e a referência para a análise da homogeneidade axial é o termopar 3. Desta forma, na tabela 4 localizam-se as correcções que foram feitas às medidas de temperatura.

Tabela 4 - Correcções feitas aos ensaios da temperatura

Temperatura do ensaio (°C)	Termopar	Correcção na homogeneidade radial	Correcção na homogeneidade axial
0	2	0	-
	3	-0,005	0
	4	-0,008	-
	5		-0,017
25	2	0	-
	3	0	0
	4	-0,054	-
	5	-	-0,036
45	2	0	-
	3	-0,012	0

	4	-0,112	-
	5	-	-0,069
60	2	0	-
	3	-0,023	0
	4	-0,142	-
	5	-	-0,073

Sempre que um valor de temperatura estiver entre algum dos que constam na tabela, considera-se o factor de correcção maior, em conformidade com a norma do laboratório ISO/IEC 17025.

5.2.Homogeneidade do Banho

Corrigidos os valores de temperatura dos termopares, segue-se a análise para as três temperaturas dos testes: 10°C, 40°C e 60°C.

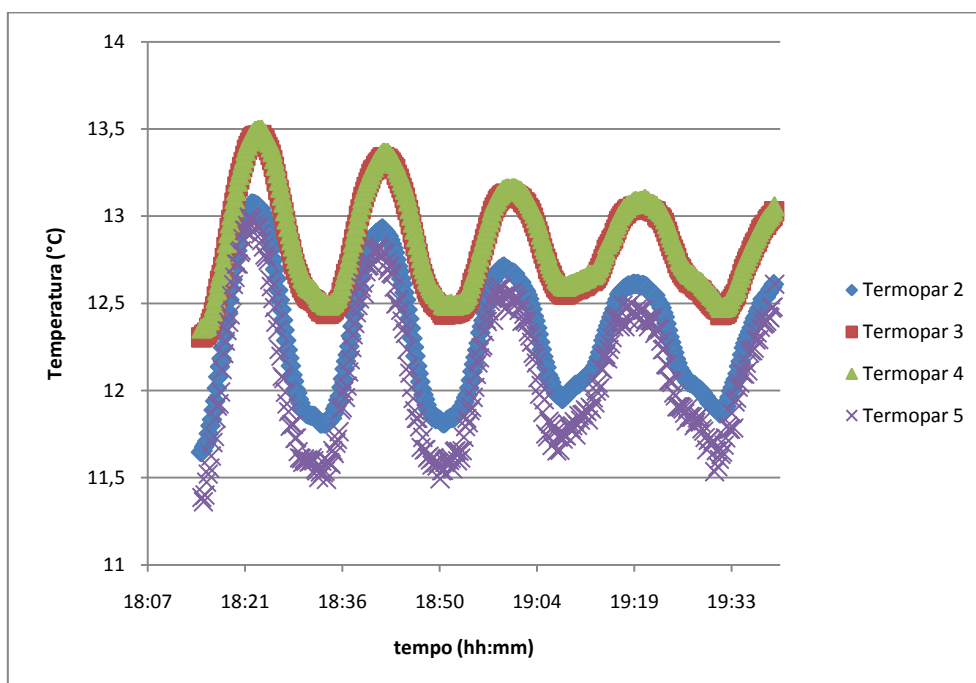


Figura 18 - Análise dos resultados para 10°C

Para esta temperatura (figura 18), verifica-se que os termopares 3 e 4 estão muito próximos, mas são os termopares 2 e 5 os mais próximos do valor de temperatura desejado. Isto explica-se pela colocação do circuito de água na célula. A temperatura está mais próxima do desejado no centro da Célula de Permeação (termopar 2) e no topo, onde a espessura de alumínio da peça entre o circuito de água e o termopar é mais pequena (termopar 5).

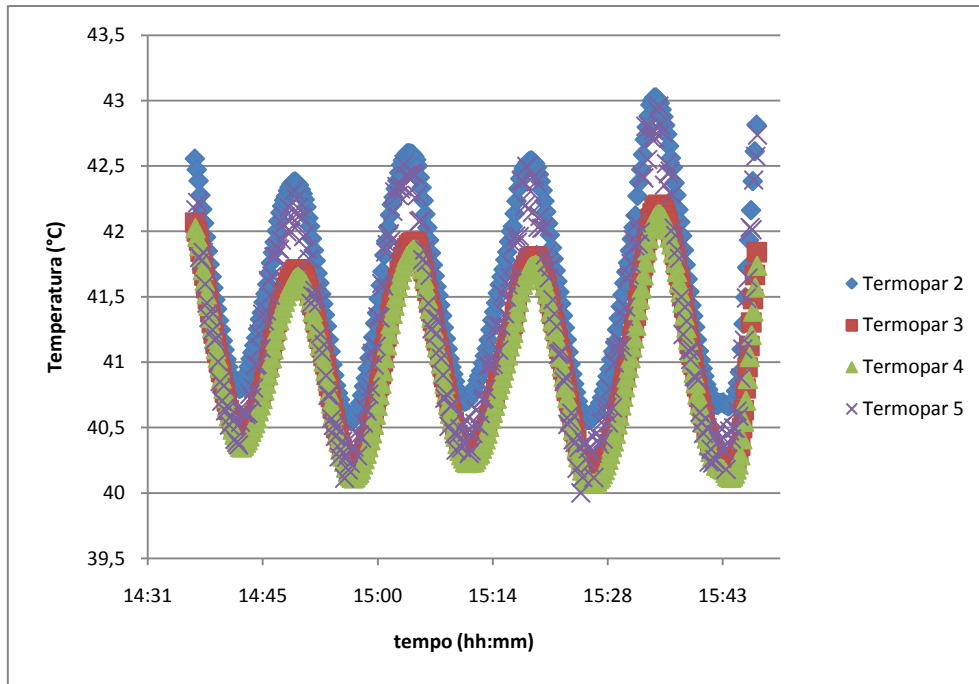


Figura 19 - Análise dos resultados para 40°C

Nesta temperatura (figura 19) verifica-se uma maior aproximação entre os termopares. No entanto, estes oscilam aproximadamente em torno de 41°C, que está 1°C acima do *setpoint*. Apesar de esta diferença ser pequena, será necessário calibrar o controlador PID de forma a no futuro corresponder de forma mais correcta.

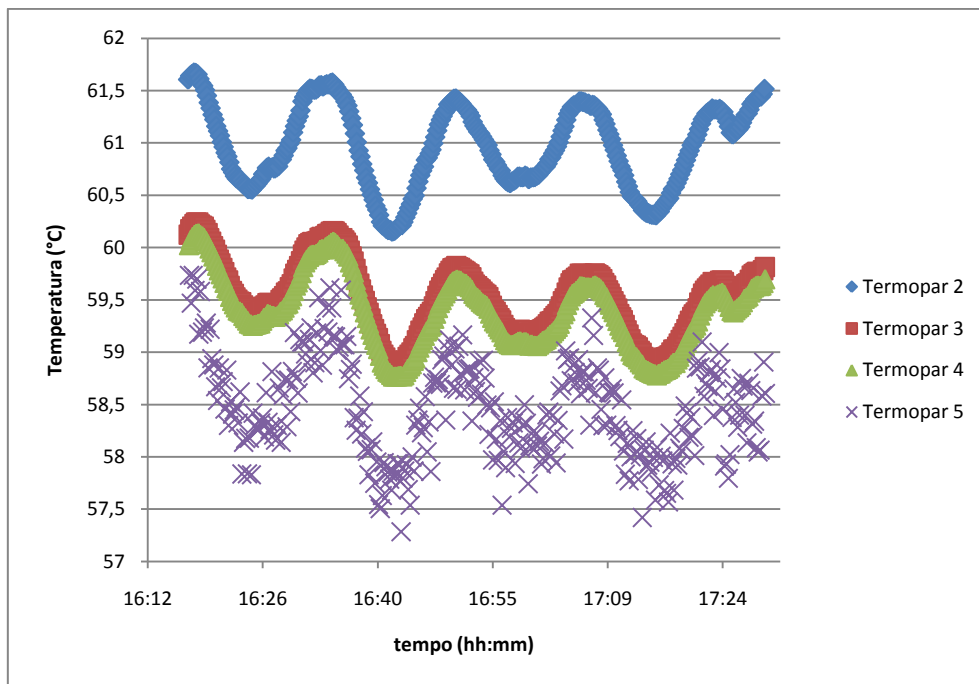


Figura 20 - Análise dos resultados para os 60°C

Para os 60°C verifica-se uma maior discrepância entre termopares (figura 20). Como seria de esperar, o termopar do centro (termopar 2) é o de maior valor, sendo o termopar do topo da Célula de Permeação (termopar 5) o de valor mais baixo. Este último afastou-se do termopar 2 visto que, apesar de estar muito próximo do circuito de água, está em contacto também com o ar, estando sujeito à temperatura ambiente.

O cálculo da homogeneidade é feito utilizando a diferença entre termopares. Para cada ponto foi feita a diferença entre o termopar 2 e o termopar 3, o termopar 2 e o termopar 4 (homogeneidade radial), e o termopar 3 e o termopar 5 (homogeneidade axial). Levando estes aspectos em consideração, foi elaborada a tabela 5.

Tabela 5 - Resultados para a Homogeneidade da Célula de Permeação

Temperatura (°C)	T ₂ - T ₃ máximo (°C)	T ₂ - T ₄ máximo (°C)	T ₃ - T ₅ máximo (°C)
10	0,69	0,75	1,05
40	0,94	0,99	0,95
60	1,69	1,81	1,83

Para cada valor de temperatura, o valor a considerar para a homogeneidade é o maior valor entre as três colunas acima. Assim sendo, estamos perante um Banho Termostatizado pouco homogéneo, sendo grande a contribuição deste factor de incerteza para a incerteza expandida final.

5.3. Estabilidade do Banho

Para o cálculo da estabilidade do Banho, foi analisado cada termopar dentro de cada temperatura. Para cada termopar foi calculada a média, encontram-se posteriormente a maior diferença entre cada ponto de temperatura e esta média. A tabela 6 apresenta os resultados oBanho Termostatizado para a estabilidade dos quatro termopares para diferentes temperaturas.

Tabela 6 - Resultados para a estabilidade

Temperatura (°C)	ΔT_2 máximo	ΔT_3 máximo	ΔT_4 máximo	ΔT_5 máximo
10	0,77	0,64	0,66	0,86
40	1,47	1,19	1,24	1,72
60	0,81	0,72	0,69	1,24

Tal como para a homogeneidade, a contribuição da estabilidade para a incerteza expandida é grande. Contudo, os termopares 3 e 4 apresentam a menor contribuição para a incerteza. Uma vez que estes ensaios foram feitos com a Célula de Permeação aberta ao centro, pode-se afirmar que num ensaio de permeação, com o interior da Célula de Permeação isolado, a contribuição da estabilidade será menor.

A mesma conclusão se pode tirar dos resultados para a homogeneidade. Desta forma, será compensador colocar o termopar no interior do volume onde será feito o ensaio de permeabilidade, reduzindo a incerteza na medição da temperatura.

5.4. Análise da Permeabilidade

Antes da análise aos resultados da permeabilidade, é vantajoso perceber com que erro de temperatura estes ensaios foram feitos. Desta forma, combinando as contribuições para a incerteza expandida (termopar, homogeneidade e estabilidade) para cada temperatura, o Banho Termostatizado teve-se a tabela 7. A referir que a incerteza expandida consiste na raiz quadrada da soma de todas as contribuições ao quadrado.

Tabela 7 - Resultados para a incerteza das medições de temperatura

Temperatura (°C)	Contribuição da homogeneidade	Contribuição da estabilidade	Contribuição do termopar	Incerteza Combinada
10	1,05	0,86	0,15	1,37
40	0,99	1,71	0,15	1,99
60	1,83	1,24	0,31	2,23

Verifica-se que ainda é necessário progredir no desenvolvimento do Banho Termostatizado, uma vez que estes valores são muito grandes para valores de temperatura na ordem das dezenas.

Para uma melhor visualização da variação da permeabilidade com a temperatura, foi construído o gráfico presente na figura 21. O valor da permeabilidade a ser retido é o valor do sinal de hélio no estado estacionário, tal já foi referido anteriormente.

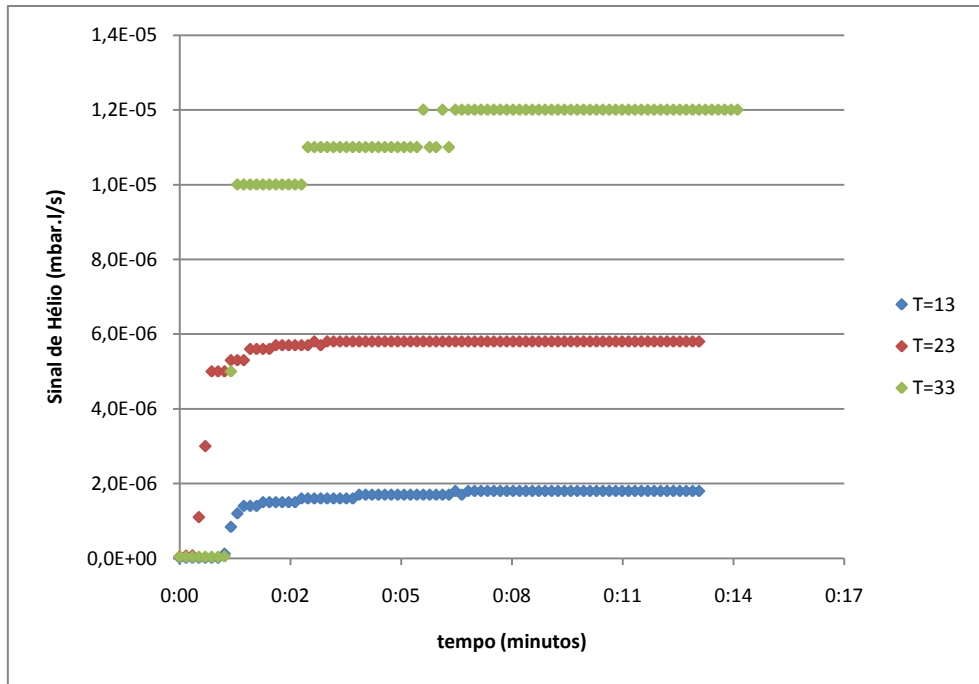


Figura 21 - Comparação dos valores de permeabilidade

Temos a azul o resultado para 13°C, a vermelho para 23°C e a verde para 33°C. De acordo com a teoria e resultados de projectos anteriores, temos um grande aumento do valor da permeabilidade. Apenas com 10°C de diferença na temperatura, o valor de permeabilidade triplicou, abaixo da temperatura ambiente, e duplicou, acima da temperatura ambiente.

Conclui-se então que, como seria de esperar, uma variação na temperatura afecta o coeficiente de permeabilidade o que por sua vez vai afectar o valor do ensaio de permeabilidade. Comprovou-se na prática que a variação de temperatura afecta as medições de permeabilidade, sendo um factor importante a controlar em cada ensaio, o que justifica a utilidade deste projecto.

VI. Conclusão

“A Engenharia Física é um ramo da engenharia sem uma área de actuação específica, pois se pretende formar profissionais versáteis o suficiente para resolver problemas através de uma abordagem interdisciplinar, interagindo frequentemente com outras especialidades” (Mellilo).

Não se poderia deixar de começar a conclusão sem a citação acima. Sem dúvida que este trabalho se inclui num projecto de Engenharia Física. Foram necessários conhecimentos de termodinâmica, de electrónica, de controlo, e até mesmo de construção mecânica para levar avante este projecto e a respectiva Dissertação. Esta é não só uma conclusão de uma Dissertação, é acima de tudo uma conclusão de um Mestrado Integrado em Engenharia Física.

Para já é um dispositivo que apresenta algumas limitações, entre as quais a gama de temperaturas, que fica entre os 10°C e os 60°C. Estas temperaturas foram as testadas, apesar de a peça chegar aos 8°C e 65°C, chegando o banho a atingir os 3°C e os 80°C, respectivamente.

No entanto, o controlo do fornecimento de temperatura pode ser melhorado. Um componente que pode ajudar significativamente é uma bomba de água capaz de fornecer maior quantidade de água por minuto. No entanto, ainda se poderão efectuar estudos sobre o fluxo de água óptimo a correr na Célula de Permeação de forma a reduzir a incerteza na temperatura.

6.1.Perspectivas futuras

Apesar de promissor, este projecto ainda apresenta algumas lacunas. De seguida passo a referir algumas modificações possíveis para ajudar no crescimento deste projecto.

A grande incerteza no controlo da temperatura é sem dúvida a maior lacuna. Para colmatar este problema será necessário colocar uma bomba de água mais eficiente, deixando de parte a bomba comprada que fornece 0,65l/min. Este valor, apesar de o Banho Termostatizado apresentar uma boa gama de temperatura, terá que ser muito superior, circulando a água com maior velocidade nos tubos de forma a uniformizar melhor o Banho Termostatizado.

Outro factor seria alargar a gama de temperatura de utilização do projecto. Para tal existem algumas modificações que podem ser feitas, tais como o tipo de tubo de circulação de água ou até mesmo um isolamento da Célula de Permeação. A bomba de água deve ser capaz também de reter melhor o calor, estando o conjunto bomba + tubos de silicone + Célula de Permeação

a radiar uma grande quantidade de calor. A melhor solução pode passar também por incluir a Célula de Permeação dentro de uma estrutura em vácuo, reduzindo drasticamente o calor perdido.

O Banho Termostatizado, visto ser ainda um protótipo, deve também sofrer algumas alterações. A mais importante prende-se com a sua estrutura, devendo-se colar com cola térmica o conjunto dissipador a água + Células de Peltier + estrutura de Pluriuretano Expandido. A estrutura exterior do Banho Termostatizado pode também ser reforçada com metal, uma vez que o Pluriuretano Expandido é frágil e quebradiço, apesar de bom isolador de calor.

O dissipador a água construído para as Células de Peltier apresenta o problema do gasto de água. Sendo a água uma fonte cada vez mais problemática nos dias que correm, seria vantajoso encontrar uma forma de a reaproveitar. Outra resolução para este problema seria encontrar outra forma de dissipar o calor das células utilizando um dissipador diferente – por exemplo ventoinhas. No entanto, não seria um dissipador à altura deste construído.

A colocação do termopar do PID pode ser modificada, incluindo-se uma ligação desde o interior do ensaio de permeabilidade até ao exterior, pensando-se sempre na manutenção da estanquidade da Célula de Permeação.

Uma vez que o controlador PID se pode conectar a um computador, é possível implementar um programa – talvez em Labview – para automatizar o processo de controlo da temperatura e medição da permeabilidade.

6.2.Orçamento do Projecto

Para a realização deste orçamento, tive em conta dois cenários diferentes. Existe a possibilidade de adquirir um Banho Termostatizado, evitando-se os gastos na sua construção. A tabela 8 pretende transmitir os custos associados a um projecto desta natureza. Considerei que, em média, um Engenheiro sem muita experiência cobra 30€ por hora para a realização de um projecto sobre o qual já possui algum conhecimento.

Tabela 8 - Análise ao orçamento do projecto

Produto	Componente	Custo unitário (€)	Quantidade	Custo ao Projecto (€)
Célula de Permeação	Conexão de água 1/8 BSPT male	15,68	2	31,36

	Construção	600	-	600
	Acessórios para Vácuo	-	-	50
Banho Termostatizado construído	Insert para mangueira	14,67	2	29,34
	Célula de Peltier	39,22	6	235,32
	Pluriuretano Expandido	2,89/m ²	11m ²	32
	Bomba de água	51,4	1	51,4
	PID Cal Controls #3300	173,13	1	173,13
	Relé de Estado Sólido	29,63	1	29,63
	Acessórios extra	-	-	50
Compra de Banho Termostatizado	Banho Termostatizado	3000	1	3000
Mão-de-obra	Projecto da Célula de Permeação	30/hora	40	1200
	Construção do Banho Termostatizado		16	480
	Montagem e testes		24	720

É possível então apresentar dois orçamentos: com a construção de um Banho Termostatizado o projecto fica a 3682,18€ e com a compra fica a 5601,36€. Com a melhoria do Banho Termostatizado construído, calculo que o projecto nunca ficará acima de 4500€, cabendo ao cliente a escolha entre estes dois orçamentos.

Com o Banho Termostatizado construído com Células de Peltier o consumo energético é menor, mas o gasto de água é maior pois o dissipador de água necessita de água corrente. Contrariamente, um Banho Termostatizado adquirido consome maior energia mas é o seu único gasto. No entanto, seja qual for a escolha, a garantia será de um dispositivo de medição de permeabilidade a temperatura controlada fiável e funcional.

VII. Referências Bibliográficas

Basso, V., Küpferling, M., Sasso, C. P., & Giudici, L. (2008). A Peltier cell calorimeter for the direct measurement of the isothermal entropy change in magnetic materials. *SCIENTIFIC INSTRUMENTS* 79 .

Junior, W. B. (2007). *Recuperação de hidrocarbonetos voláteis de correntes gasosas por permeação de vapor*. Rio de Janeiro.

Maia, L. H., Porte, A., & De Souza, V. F. (2000). Filmes comestíveis: aspectos gerais, propriedades de barreira a umidade e oxigênio. *B.CEPPA, Curitiba* , 105-128.

Mellilo, P. (s.d.). O Banho Termostatizado em Outubro de 2010, de Engenharia: <http://www.patriciamellilo.com.br/engenharia-2.htm>

Merkel, T. C., Gupta, R. P., Turk, B. S., & Freeman, B. D. (2001). Mixed-gas permeation of syngas components in poly(dimethylsiloxane) and poly(1-trimethylsilyl-1-propyne) at elevated temperatures. *Journal of Membrane Science* 191 , 85-94.

MSPC. (s.d.). *Dispositivos de efeito Peltier*. O Banho Termostatizado de http://www.mspc.eng.br/eletro/peltier_110.shtml

Pal, L., Joyce, M. K., & Fleming, P. D. (2006). A simple method for calculation of the permeability coefficient of porous media. *Tappi Journal* .

Poovarodom, N., & Ngaowthong, C. (2010). A Simple Permeation Test Cell for Dual Application. *Kasetsart J. (Nat. Sci.)* , 107-115.

Rowe, D. (2006). *Thermoelectrics Handbook Macro to Nano*. Taylor & Francis Group.

Technologies, L. (2000). *Thermoelectric Handbook*. Melcor.

Teodoro, O. M. (2008). *Calibração de termômetros em meio líquido*. Campus de Caparica: METROVAC.

Tremblay, P., Savard, M. M., Vermette, J., & Paquin, R. (2006). Gas permeability, diffusivity and solubility of nitrogen, helium, methane, carbon dioxide and formaldehyde in dense polymeric membranes, using a new on-line permeation apparatus. *Journal of Membrane Science* 282 , 245-256.

Veiga, S. M. (2009). *Porta substratos para um sistema de pulverização catódica. Aplicação na oBanho Termostatizadoença de TiO*. Lisboa.

Yeom, C. K., Kim, B. S., & Lee, J. M. (1999). Precise on-line measurements of permeation transients through dense polymeric membranes using a new permeation apparatus. *Journal of Membrane Science* 161 , 55-66.

VIII. Anexos

7.1. Projecto da Célula de Permeação

