

Análise de Gases Residuais por Espectrometria de Massa  
e  
Medição de Caudais Mássicos

Trabalho realizado por: Eng. Adélio M. M. Mendes

Dezembro de 1992



Universidade do Porto  
Faculdade de Engenharia  
Biblioteca 4

Nº  
CDU 66(047.3)/LEO 1992/MEN 2  
Data 13 / 10 / 2009

## PARECER

### RELATIVO AO DESEMPENHO DO LICENCIADO ADÉLIO MIGUEL MAGALHÃES MENDES NO ÂMBITO DO PROGRAMA PRODEP.

O licenciado ADÉLIO MIGUEL MAGALHÃES MENDES, desenvolveu um trabalho subordinado ao título "Análise de Gases Residuais por Espectrometria de Massa e Medição de Caudais Mássicos", no âmbito do programa PRODEP, durante os meses de Outubro, Novembro e Dezembro de 1992, na empresa Criolab Lda. O Eng. Adélio mostrou ser uma pessoa muito competente e metódica, tendo sido capaz de levar a bom termo o trabalho proposto. Este estudante domina agora a técnica de análise por espectrometria de massa mas também o próprio instrumento, onde demonstrou ser capaz de efectuar com competência a sua manutenção. Na medição de caudais mássicos de gases pela técnica do "hot-wire" o Eng. Adélio domina os princípios físicos subjacentes e é capaz de efectuar com rigor as medições. Demonstrou ainda ser capaz de efectuar a manutenção do instrumento.

Sendo estes os objectivos do presente estágio, dou parecer favorável ao trabalho realizado pelo referido licenciado.

Porto, 9 de Setembro de 1993



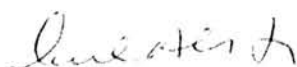
Eng. Joaquim José Albuquerque, Sócio Gerente

PARECER

RELATIVO AO DESEMPENHO DO LICENCIADO ADÉLIO MIGUEL MAGALHÃES  
MENDES NO ÂMBITO DO PROGRAMA PRODEP.

O trabalho desenvolvido pelo licenciado ADÉLIO MIGUEL MAGALHÃES MENDES, no âmbito do programa PRODEP, "Análise de Gases Residuais por Espectrometria de Massa e Medição de Caudais Mássicos", durante os meses de Outubro, Novembro e Dezembro de 1992 na empresa Criolab Lda, demonstra sem duvida que o estagiário passou a dominar a técnica de análise por espectrometria de massa e compreendeu e domina a medição de caudais mássicos usando a técnica de "hot-wire". Sendo estes os objectivos do presente estágio, dou parecer favorável ao trabalho realizado pelo referido licenciado.

FEUP, 8 de Setembro de 1993



Carlos Albino Veiga da Costa, Prof. Associado da FEUP

## Introdução

O presente trabalho consta da descrição dos princípios físicos subjacentes à espectrometria de massa e dos principais campos de aplicação desta técnica de análise. O autor realizou um extenso trabalho experimental com um espectrometro de massa quadrupolar (Dataquad, Spectramass), na análise quantitativa de gases de diferentes composições.

É ainda feita a descrição do princípio físico subjacente à medição de caudais mássicos de gases pelo processo "hot wire". O autor descreve pormenorizadamente o funcionamento deste instrumento, apresentando os algoritmos de cálculo necessários quando o instrumento não foi calibrado para as condições de operação. Foi feito um extenso trabalho experimental com este instrumento.

## ANALISE DE GASES RESIDUAIS

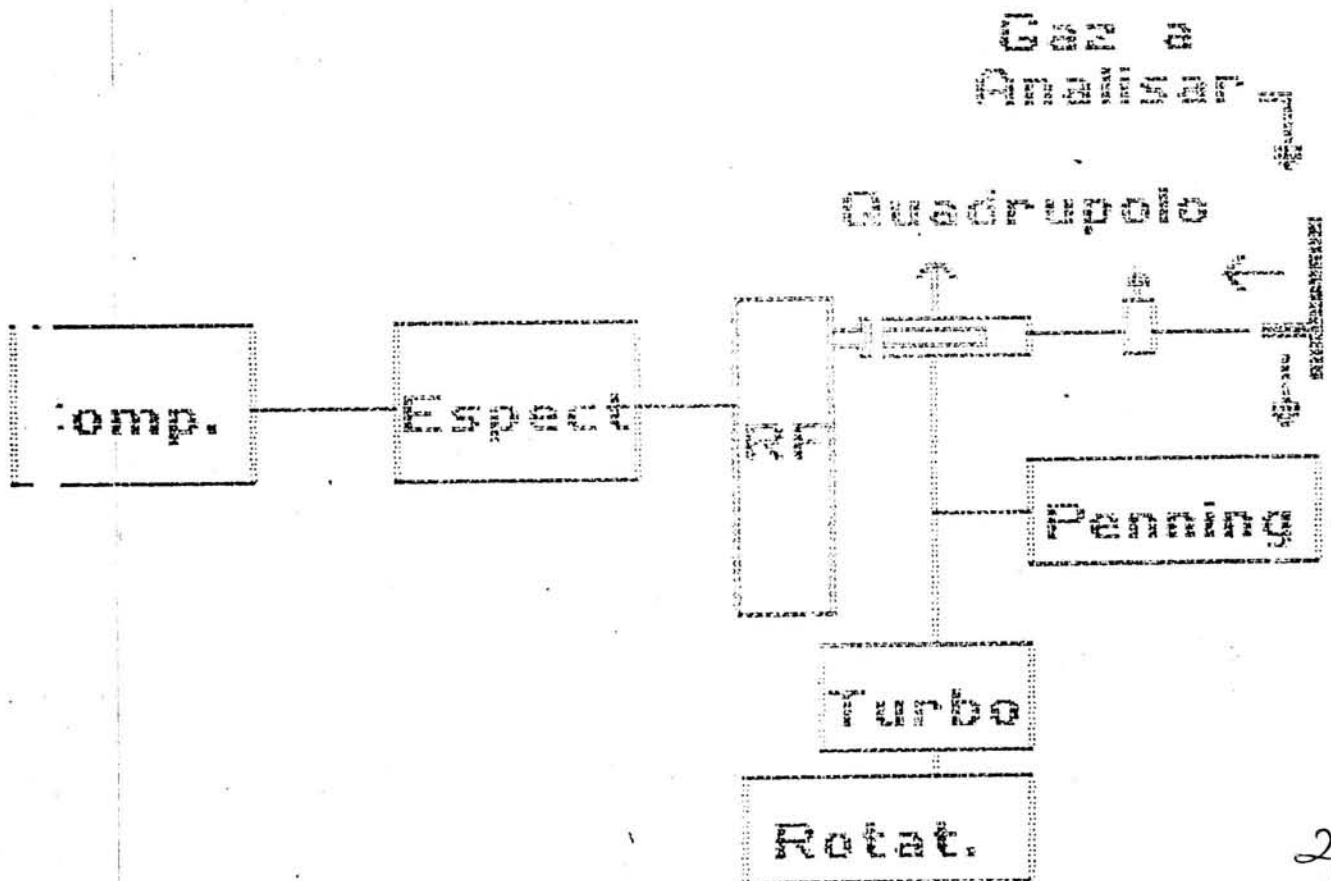
Uma forma previligiadoa de analise quantitativa e qualitativa de gases simples é por espectrometria de massa.

Habitualmente muito dispendiosos, os Espectrometros de Massa conheceram um abaixamento de preço muito grande com a introducao recente do quadrupolo.

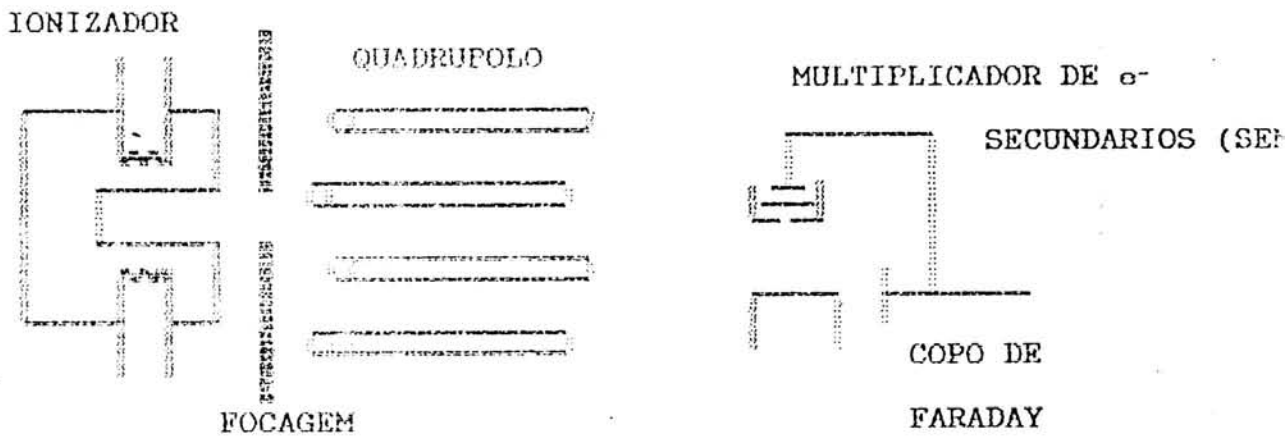
Um espectrometro de massa é constituído por uma unidade de ionização, um filtro e uma unidade de detecção.

Um Espectrometro de massa cujo filtro seja um quadrupolo é conhecido por Espectrometro de Massa Quadrupolar.

Esquemáticamente ele pode ser representado como na figura 1.



Estas tres unidades encontram-se instaladas numa camara - Camara de Deteccao - a muito baixo vacuo ( $\leq 10^{-7}$  mbar normalmente) figura 2.



$$P_n = \frac{I_n^+}{S_n}$$

$P_n$  = pressão parcial de n

$I_n^+$  = corrente iónica medida de n, [A]

$S_n$  = sensibilidade de n, [A/mbar]

- ionização relativa
- espectro de fundo

O gas a analisar é introduzido na camara, onde é inonizado na unidade de ionizacao. Os ioes positivos formados, sao enviados para o filtro - Quadrupolo.

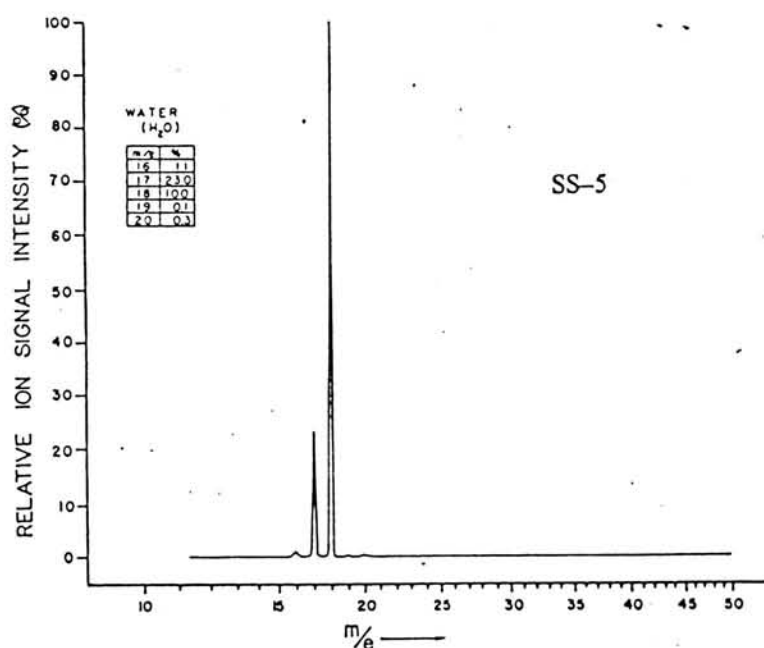
O quadrupolo é formado por quatro rods, submetidos diagonal-

mente a um potencial electrico constante e variavel, respectivamente.

Selecionando convenientemente a frequencia do potencial variavel, é possivel fazer com que a trajetoria de todos os iões seja instavel, excepto a dos iões que queremos analisar - os iões com a razao massa/carga electrica seleccionada.

Os iões com esta razao passam pelo filtro e chegam à unidade de deteçcao, que mede a corrente ionica que está a chegar. Esta corrente ionica é directamente proporcional a pressao parcial do gas que lhe deu origem.

Um gas tem um espectro caracteristico, formado pelos diferentes iões gerados na unidade de ionizacáo - figura 3.





Este espectro é a impressão digital do gás.

Bibliotecas com muitos milhares de espectros, existem e estão disponíveis sob a forma de programas.

Da comparação do espectro obtido para uma dada análise com os disponíveis numa biblioteca de espectros, é possível identificar os gases que constituem a mistura em estudo.

Estes instrumentos, podem ainda executar análises qualitativas.

Para tal é necessário fazer uma calibração para cada gás em estudo.

Um só ponto de calibração é normalmente suficiente, dada a grande linearidade destes instrumentos.

## MEDICAO DE CAUDAIS MASSICOS DE GASES

Existem diferentes formas de medir o caudal massico de uma corrente gasosa.

O processo de que hoje vamos falar e usado habitualmente para medir correntes de misturas gasosas simples ou complexas a pressoes baixas ou moderadas.

Este processo, conhecido por "hot wire" (capilar quente), baseia a medicao do caudal sobre uma derivacao capilar a corrente principal, figura 1 e 2

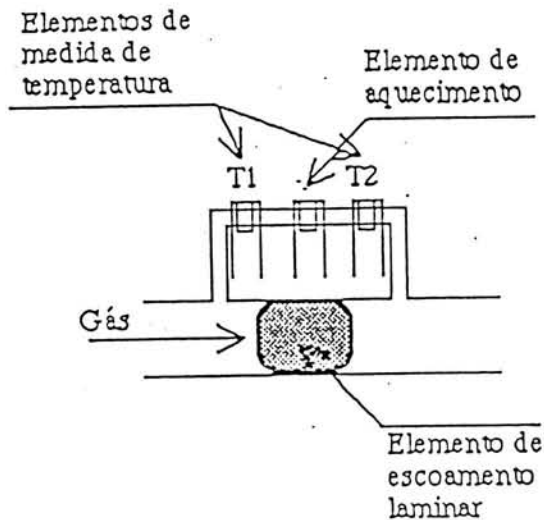


figura 1

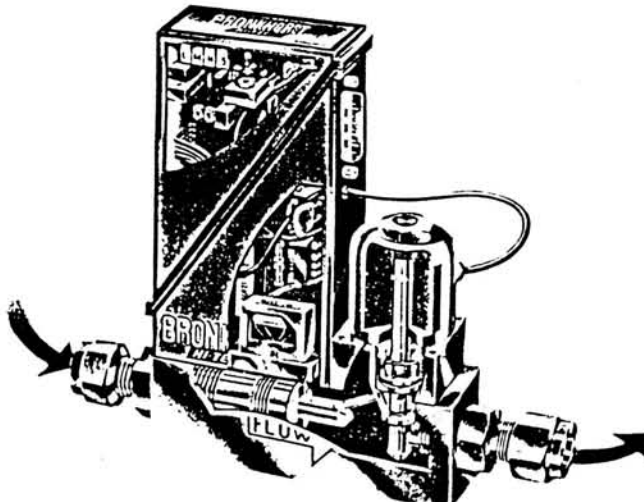


figura 2

## TRANSDUTORES DE CAUDAL MASSICO

Os transdutores de caudal mássico usados tem uma derivação capilar à corrente principal, figura 1. A corrente principal escoo laminarmente através do elemento de escoamento laminar. No capilar estão montados dois sensores de temperatura, T1 e T2, e um elemento de aquecimento. Para caudal nulo, T1 e T2 lêem, em principio, a mesma temperatura. Para caudal nao nulo, T1 e T2 medirão temperaturas diferentes. A amplitude dessa diferença é directamente proporcional ao caudal de gás que circula no capilar. Por sua vez, o caudal que circula no capilar é proporcional ao caudal que circula no elemento de escoamento laminar e assim, ao caudal mássico total que circula no medidor [Comunicação interna da High-Tech].

A leitura do caudal volúmico, feita através deste principio, depende das características físicas do gás nomeadamente das suas capacidade calorífica e massa específica:

$$\Delta T_{\text{sinal}} = K \cdot C_p \cdot P \cdot \varnothing_v$$

onde  $\Delta T_{\text{sinal}}$  é o sinal lido no transdutor, ou seja, a diferença entre a temperatura lida em T1 e T2, K uma constante,  $C_p$  capacidade calorífica, P massa específica do gás e  $\varnothing_v$  o debito volúmico. O debito volúmico vem normalmente expresso em  $l_n/\text{min}$  (litros normais por minuto), ou seja, em débito volúmico referido à pressão de uma atmosfera e a temperatura de 0°C. Assim, se por exemplo o valor lido

for 10.5 l<sub>n</sub>/min para uma corrente gasosa a pressao de 1 atm e a temperatura de 25°C, num transdutor que tenha sido calibrado para o gas em causa e para a mesma temperatura, o caudal volumico que se encontra a passar e (admitindo comportamento de gas perfeito):

$$\phi_v = \frac{\phi_v^o \times 298.15}{273.15} = 11.5 \text{ l}_n / \text{min} \quad (1)$$

sendo  $\phi_v^o$  o valor do caudal volumico lido pelo transdutor. Se este tivesse sido calibrado para outra temperatura, seria ainda necessario contar com o efeito na variacao da capacidade calorifica do gas:

$$\phi_v = \frac{\phi_v^o \times C_p^T \times T}{C_p^T \times 273.15} \quad (2)$$

sendo  $T_0$  a temperatura de calibracao do transdutor em graus Kelvin e  $T$  a temperatura actual. Se o gas a ser medido for ainda diferente do gas usado na calibracao, o caudal volumico actual devera ser calculado do seguinte modo:

1 - Conversao do debito volumico lido para a temperatura e pressao de referencia usando as tabelas dos factores de correccao (existem tabelas fornecidas pelos fabricantes [High-Tech, SN 89 2796] para 107 gases diferentes, tendo como gas de referencia o azoto, para 20°C e 1 atm), por applicacao da equacao (2);

2 - Applicacao do factor de correccao gas de calibracao/azoto, atraves da equacao seguinte:

$$\phi_v = \frac{\phi_v|_{T=20^\circ\text{C}, P=1\text{atm}}}{C} \quad (3)$$

sendo  $C$  o factor de correccao. Obtemos assim o debito volumico se o gas a ser medido fosse o azoto a  $20^{\circ}\text{C}$  e  $1 \text{ atm}$ .

3 - Aplicacao do factor de correccao azoto/gas a ser medido, usando a equacao seguinte:

$$\phi_v = \phi_v|_{T=20^{\circ}\text{C}, P=1\text{atm}, N_2} \times C \quad (4)$$

O debito volumico agora obtido, corresponde ao gas a ser medido para  $20^{\circ}\text{C}$  e  $1 \text{ atm}$ .

4 - Conversao do debito volumico para a pressao e temperatura actuais por aplicacao da equacao (2). Tratando-se de uma mistura, o factor de correccao devera seguir a expressao:

$$\frac{1}{C_{\text{mis}}} = \sum_{i=1}^N \frac{y_i}{C_i} \quad (5)$$

sendo  $C_{\text{mis}}$  o factor de correccao para a mistura,  $C_i$  o factor de correccao para o componente  $i$ ,  $Y_i$  a fraccao molar de  $i$  e  $N$  o numero de componentes da mistura.

Para sistemas onde a composicao, pressao e temperatura mudem, estes transdutores tornam o calculo dos debitos volumicos complicado



FACULDADE DE ENGENHARIA  
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000101467