



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E
DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
E CIÊNCIA DE MATERIAIS**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

JOELMA ANASTÁCIO CARVALHO

**CONSTRUÇÃO DE UM FORNO TUBULAR ROTATIVO
UTILIZANDO LÂMPADAS HALÓGENAS PARA A
SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS**

FORTALEZA-CE

2011

JOELMA ANASTÁCIO CARVALHO

**CONSTRUÇÃO DE UM FORNO TUBULAR ROTATIVO
UTILIZANDO LÂMPADAS HALÓGENAS PARA A
SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS**

Dissertação de mestrado apresentada como pré-requisito para a obtenção do grau de Mestre, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará.

Orientador: Prof. Dr. José Marcos Sasaki

Co-orientador: Prof.Dr. Samuel Jorge
Marques Cartaxo

FORTALEZA-CE

2011

JOELMA ANASTÁCIO CARVALHO

**CONSTRUÇÃO DE UM FORNO TUBULAR ROTATIVO
UTILIZANDO LÂMPADAS HALÓGENAS PARA A
SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS**

Dissertação submetida à coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Federal do Ceará, como requisito para a obtenção do grau de mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Aprovada em: _____/_____/_____

BANCA EXAMINADORA:

Prof.Dr. José Marcos Sasaki (Orientador)
Universidade Federal do Ceará

Prof.Dr. Lisandro Pavie Cardoso
Universidade Estadual de Campinas

Prof.Dr. Marcelo José Gomes da Silva
Universidade Federal do Ceará

AGRADECIMENTOS

A Deus por tudo que ele tem concedido em minha vida.

Ao professor José Marcos Sasaki por sua orientação, compreensão, atenção e acima de tudo paciência na realização deste trabalho.

Ao Professor Samuel pela sua co-orientação.

Aos professores do curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais por terem contribuído para a minha formação, direta ou indiretamente.

À GELITA® pelo fornecimento da gelatina utilizada neste trabalho.

Aos colegas e amigos do Laboratório de Raios-X: Zilma, Erandir, Joseane (Jôse), Nizomar, Paulo Victor Eufrásio, Paulo Victor, Daniel, Núbia, Luelc, Rafael, Elvis e principalmente Joel pela enorme ajuda e apoio na parte mecânica desta pesquisa.

Ao Thiago Rodrigues, pioneiro no estudo de forno utilizando lâmpadas halógenas, que deixou a importante contribuição para a continuidade desta pesquisa.

Aos amigos que passaram pelo Laboratório de Raios-X e que hoje seguem seus caminhos: Eulivana (Vana) e Thiago Rodrigues.

Aos colegas de turma, Halison, Neuman e Zilma pela cumplicidade.

Ao Daniel Guedes (aluno do PET da Engenharia Química)

Ao Sr Edmar, funcionário da eletrônica;

Aos funcionários da mecânica, Sr.Sales e em especial Sr.Ronaldo pelo apoio e dedicação.

Ao funcionário da refrigeração Sr Ismael por sua imensa disposição, dedicação e brilhantes idéias para o progresso desta pesquisa.

Aos professores Lisandro Pavie Cardoso e Marcelo José Gomes da Silva pela participação na banca.

À CAPES pelo suporte financeiro.

EM ESPECIAL

Aos meus pais, José Carvalho e Fátima, pelo amor, apoio e incentivo.

Aos meus irmãos, Emanuelle, Diana, Derijane e Denilson

Aos meus sobrinhos: Diêgo, Thwanny e Diogo

A minha amiga e irmã Zilma pela sua compreensão, dedicação e por me suportar nos momentos de stress.

Ao meu amigo Joel que sempre permaneceu junto a mim nesta pesquisa.

Dedico este trabalho a DEUS e aos meus pais *José Carvalho (in memorian) e Fátima*, minhas fontes de inspiração e admiração.

“Os que esperam em DEUS
renovarão as suas forças, subirão
com asas como águias; correrão,
e não se cansarão; caminharão, e
não se fatigarão.”

(Isaías 40.31)

RESUMO

O presente trabalho trata do estudo, construção e teste de um forno tubular rotativo, para a calcinação e obtenção de óxidos metálicos a partir do processo sol-gel protéico convencional. A abordagem da pesquisa visa aumentar a eficiência energética com o propósito de reduzir o dispêndio de energia e de tempo na obtenção de nanopartículas, utilizando-se 6(seis) lâmpadas halógenas de tungstênio de base bilateral com 1000W/220V cada uma. Este forno é capaz de realizar síntese com boa homogeneização pela rotação do pó durante a calcinação com o diferencial do uso de lâmpadas halógenas, que possibilitam um elevado aquecimento e resfriamento da amostra. Os componentes foram capazes de resistir a elevadas temperaturas, dotados de difícil oxidação, e os isolantes térmicos eficientes por sua baixa condutividade térmica a fim de obter baixas perdas de calor pelas paredes do forno. O processo de montagem foi marcado por várias melhorias em relação ao projeto original, visto que a princípio o forno não contava com o sistema de refrigeração e sua utilização melhorou a eficiência e conservação das lâmpadas halógenas. Os resultados da pesquisa evidenciam a eficiência do forno de lâmpadas halógenas em relação ao forno a resistência quanto ao tamanho da partícula e sua homogeneização, bem como quanto a perda de calor. Neste último item atingindo um rendimento melhor em torno de 50% comparado ao forno a resistência elétrica.

Palavras-chave: forno, gelatina, sol-gel, lâmpada halógena, nanopartículas.

ABSTRACT

This paper deals with the study, construction and testing of a rotary tube furnace for calcinations and obtaining metal oxides from the conventional sol-gel protein process. The research approach aims to increase energy efficiency in order to reduce the expenditure of energy and time to obtain nanoparticles, using 6 (six) bilateral basis tungsten halogen lamps with 1000W/220V each one. This furnace is able to perform synthesis with good mixing by rotation of the powder during calcination with the differential use of halogen lamps, which enables a high heating and cooling of the sample. The components were able to withstand high temperatures, equipped with hard oxidation, and the efficient thermal insulation by low thermal conductivity in order to obtain low heat loss through the walls of the oven. The assembly process was marked by several improvements over the original design, since the beginning, the oven did not have the cooling system and its use has improved efficiency and conservation of halogen lamps. The research results show the better efficiency of the furnace of halogen lamps in comparison to the resistance furnace on the particle size and its homogeneity, as well as the loss of heat. In this last item reaching a better yield around 50% compared to electric resistance furnace.

Keywords: oven, gelatin, sol-gel, halogen lamp, nanoparticles.

RÉSUMÉ

Cet article traite de l'étude, la construction et l'essai d'un four tubulaire rotatif pour calcinations et l'obtention des oxydes métalliques et la protéine sol-gel classique. La démarche de recherche vise à accroître l'efficacité énergétique afin de réduire la dépense d'énergie et de temps pour obtenir des nanoparticules, à l'aide de 6 (six) lampes halogènes 1000W/220V base bilatérale avec chacun d'eux. Ce four est en mesure d'effectuer la synthèse avec un bon mélange par rotation de la poudre lors de la calcination avec l'utilisation différentielle des lampes halogènes, qui permet à un chauffage à haute et le refroidissement de l'échantillon. Les composants ont été en mesure de supporter des températures élevées, équipé d'oxydation dur, et l'isolation thermique efficace par une faible conductivité thermique afin d'obtenir une faible perte thermique à travers les parois du four. Le processus d'assemblage a été marqué par plusieurs améliorations par rapport à la conception d'origine, depuis le début, le four n'a pas eu le système de refroidissement et son utilisation a permis d'améliorer l'efficacité et la conservation des lampes halogènes. Les résultats du sondage montrent l'efficacité de la fourniture de lampes halogènes par rapport à la fourniture de résistance sur la taille des particules et de son homogénéité, ainsi que la perte de chaleur. Dans ce dernier point pour atteindre un meilleur rendement autour de 50% par rapport à four électrique à résistance.

Mots-clés: four, la gélatine, sol-gel, lampe halogène, les nanoparticules

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Espectro ótico da lâmpada halógena	14
Figura 3.2 - Curva espectral gerado pelo Programa Black Body Radiation, que ilustra a emissão da lâmpada halógena com temperatura de cor de 3400K	15
Figura 3.3-Visão Esquemática do Forno de Lâmpadas Halógenas Adaptado de Rodrigues (2006).....	16
Figura 3.4 - Perfil do Forno de Lâmpadas Halógenas com suas respectivas dimensões	17
Figura 3.5 - Foto da lâmpada halógena com solda prata nos terminais.....	17
Figura 3.6 - Ilustração do esquema funcional do forno adaptado de Rodrigues (2006).....	18
Figura 3.7 -Foto do forno de lâmpada halógena.....	18
Figura 3.8 - Parte traseira do controlador	19
Figura 3.9 - Foto do sistema de rotação com suas respectivas partes	21
Figura 3.10-Ciclo do sistema de refrigeração.....	22
Figura 3.11-Serpentina	24
Figura 3.12-Ilustração do (a) sistema de refrigeração do forno constituído de condensador e compressor, (b) local de refrigeração dos conectores e suas dimensões.....	25
Figura 3.13- Foto do sistema de refrigeração do forno tubular (direita) e foto do trocador de calor que encapsula os contatos das lâmpadas halógenas (esquerda).....	25
Figura 4.1- Esquema do Balanço de Energia.....	30
Figura 4.2- Esquema de transferência de calor onde a taxa transferida por condução através da parede do forno é dissipada ao ambiente por convecção e radiação	30
Figura 4.3- Processos de transferência convectiva de calor. (a) Convecção natural (b) Convecção forçada.	33
Figura 4.4 - Ilustração do espectro da radiação eletromagnética.....	34
Figura 4.5- Ilustração do comprimento de onda com energia eletromagnética do filamento de tungstênio..	35
Figura 4.6 - Esquema das dimensões do forno.....	37
Figura 4.7-Condutividade térmica de quatro tipos de lã de rocha para várias temperaturas.....	37

Figura 4.8 - Condutividade térmica da lã de rocha versus temperatura .	38
Figura 4.9 - Forno com termopares acoplados para obtenção das medidas: carcaça metálica, placa refletora e centro no interior do forno.	39
Figura 4.10 -Ilustração dos pontos em que foi efetuada a medição de temperatura externa do forno.....	40
Figura 4.11 - Ilustração da geometria, equação de correlação e restrição do sistema.....	42
Figura 4.12- Gráfico gerado a partir dos valores de $g\beta/v^2$ e temperatura extraído da tabela 4.1.....	43
Figura 4.13 - Condutividade térmica do ar versus temperatura extraído da tabela 4.2.....	45
Figura 4.14 Fluxo de calor por convecção, temperatura da carcaça metálica versus temperatura de programação 100°C ,300°C, 500°C e700°C.....	46
Figura 4.15 - Ilustração da temperatura externa e interna do forno.	48
Figura 4.16 - Taxa de transferência de calor por condução versus temperatura de programação..	53
Figura 5.1 - Fluxograma da obtenção das nanopartículas de Óxido de Níquel.....	55
Figura 5.2 - Fluxograma da obtenção das nanopartículas de Ferrita de Níquel.....	56
Figura 6.1- Difratograma de raios-X da lâmpada halógena de tungstênio - quartzo amorfo (sílica vítrea)	62
Figura 6.2 - Representação gráfica do coeficiente convectivo “h”	67
Figura 6.3 - Perfil de temperatura para três taxas de aquecimento 5°C/mim,10°C/min e 15°C/min.....	69
Figura 6.4 - Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiO 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência.....	71
Figura 6.5: Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiO 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência (resultados atuais).....	72
Figura 6.6 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência.	73
Figura 6.7- Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência (resultados atuais).....	74
Figura 6.8 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas.	74
Figura 6.9 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h com rotação (8 rpm) no forno de lâmpadas halógenas.	75

Figura 6.10- Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiFe ₂ O ₄ 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência.	76
Figura 6.11- Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiFe ₂ O ₄ 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas.	76
Figura 6.12- Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiFe ₂ O ₄ 400°C/2h com rotação reduzida no forno de lâmpada halógena.	77
Figura 6.13 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência.	78
Figura 6.14 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas.	79
Figura 6.15- Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h com rotação reduzida no forno de lâmpadas halógenas.	79
Figura 6.16 - Figura 6.16 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência para os picos {111}{222}, {333}, {444}.	80
Figura 6.17 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas para planos cristalográficos {111}{222}, {333}, {444}.	80
Figura 6.18- Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 400°C/2h com rotação reduzida (10rpm) no forno de lâmpadas halógenas para os picos {111},{222}, {333} e {444}	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Dimensões das partes do sistema rotativo do forno de lâmpada halógena	21
Tabela 4.1- Valores típicos para condutividade térmica de isolantes.....	32
Tabela 4.2 - Propriedade Termodinâmica do Gás: ar seco à pressão atmosférica	43
Tabela 4.3 - Valores da literatura para coeficiente de emissividade do aço inoxidável.....	47
Tabela 4.4 - Perdas totais de um forno à resistência levando em conta convecção e radiação.....	50
Tabela 4.5 – Coeficiente convectivo por temperatura.....	52
Tabela 6.1 - Tabulação dos resultados da fluorescência da lâmpada halógena.....	62
Tabela 6.2 - Tabela referente ao intervalo de tempo obtido no estado estacionário para cada temperatura de programação.	63
Tabela 6.3 - Tabulação referente aos resultados obtidos a partir da função gerada no Origin de 100°C, 300°C, 500°C e 700°C	63
Tabela 6.4 - Tabulação referente aos resultados obtidos para temperaturas de 100°C, 300°C, 500°C e 700°C.....	64
Tabela 6.5 - Valores da literatura para o coeficiente de transferência convectiva de calor.....	64
Tabela 6.6 - Perdas totais de um forno de lâmpadas halógenas levando em conta convecção e radiação	65
Tabela 6.7 - Tabulação dos resultados da condutividade, resistência térmica e temperatura interna do aço inox polido utilizado nesta pesquisa	65
Tabela 6.8 - Medição de temperatura: interna e externa do isolante térmico.....	66
Tabela 6.9 - Valores dos coeficientes convectivos em relação a temperatura da carcaça metálica do fornoLH	66
Tabela 6.10 - Tabulação dos dados obtidos referente ao teste de tempo necessário para que a temperatura no interior do tubo de alumina atinja o estado permanente para temperatura de programação 100°C, 300°C, 500°C e 700°C no forno à resistência EDG 1300°C	67
Tabela 6.11 - Tabulação dos dados obtidos referente ao teste de tempo necessário para que a temperatura no interior do tubo de alumina atinja o estado permanente para temperatura de programação 100°C, 300°C, 500°C e 700°C no forno de lâmpadas halógenas	68

Tabela 6.12 - Tamanho de partícula de NiO calculados pela equação de Scherrer de amostras calcinadas em diferentes fornos e diferente velocidade de rotação a 350°C por 3h	72
Tabela 6.13 - Tamanho de partícula obtidos para amostras calcinadas a 350°C/3h, calculados pela largura dos picos, extraídos pelo refinamento de estrutura Rietveld	73
Tabela 6.14 - Comparação quanto à dimensão da partícula de NiFe ₂ O ₄ calculado pela equação de Scherrer.....	77
Tabela 6.15 - Comparação quanto à dimensão da partícula de NiO por Williamson-Hall	81
Tabela 6.16 - Comparação quanto à dimensão da partícula de NiFe ₂ O ₄ por Scherrer e Williamson Hall de NiFe ₂ O ₄ calcinada 400°C 2h	82

LISTA DE SÍMBOLOS E CONSTANTES

K	condutividade térmica do material (W/m.K)
A	área perpendicular ao fluxo de calor (m ²)
Δt	intervalo de tempo
ΔT	variação de temperatura
q_{cond}	taxa de transferência de calor por condução
q_{conv}	taxa de transferência de calor por convecção
q_{rad}	taxa de transferência de calor por radiação
h	coeficiente convectivo
$RT_{\text{lã}}$	resistência térmica da lã de rocha
$RT_{\text{aço}}$	resistência térmica do aço
L	comprimento do forno
D'	diâmetro do forno
π	pi ($\pi = 3,141592654\dots$)
T	temperatura de filme
T_1	temperatura interna do forno (placa refletora- isolante térmico)
T_2	temperatura externa do forno
T_{2i}	temperatura interna da carcaça metálica do forno
T_{prog}	temperatura de programação
N_{ul}	número de Nusselt para regime laminar
Gr_L	número de Grashof em relação ao comprimento do forno
Gr_D	número de Grashof em relação ao diâmetro do forno
Pr	número de Prandtl
φ	ângulo de inclinação do forno
g	aceleração da gravidade
β'	coeficiente de expansão volumétrica
ν	viscosidade cinemática
T_{∞}	temperatura ambiente
ε'	emissividade do aço inox
σ	constante de Stefan-Boltzmann ($5,67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2$)

$K_{\text{aço}}$	condutividade térmica do aço
P_p	perda total de um forno à resistência (convecção e radiação)
λ	comprimento de onda da radiação de raios-x
k	coeficiente de forma do ponto da rede recíproca
β	largura a meia altura (FWHM)
β_{exp}	largura experimental
β_{inst}	largura instrumental
ε	microdeformação
θ	ângulo de Bragg
D	distância interplanar
LH	lâmpada halógena

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 4.1 – Balanço de energia.....	29
Equação 4.2 – Lei de Fourier	31
Equação 4.3 – Lei de resfriamento de Newton.....	33
Equação 4.4 – Taxa de emissão de uma superfície de área A e emissividade ϵ'	35
Equação 4.5 – Perda térmica (convecção e radiação)	36
Equação 4.6 – Resistência térmica	38
Equação 4.7 – Número de nusselt correlação para cilindro inclinado de comprimento L.....	41
Equação 4.8 – Número de Grashof	42
Equação 4.9 – Transferência de calor por radiação.....	46
Equação 4.10 – Perdas totais de um forno a resistência (convecção e radiação).....	49
Equação 5.1 – Tamanho da partícula por scherrer	57
Equação 5.2 – Largura a meia altura	58
Equação 5.3 – Método de Williamson-Hall	58
Equação 5.4 – Equação da reta.....	59
Equação 5.5 – Coeficiente linear e angular da reta	59

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	IV
RESUMO	VII
ABSTRACT	VIII
RESUMÉ	IX
LISTA DE FIGURAS	X
LISTA DE TABELAS	XIII
LISTA DE SÍMBOLOS E CONSTANTES	XV
LISTA DE EQUAÇÕES	XVII
1 INTRODUÇÃO	01
1.1 Introdução Geral	01
1.2 Objetivo	04
1.2.1 Objetivo Geral	04
1.2.2 Objetivos Específicos	04
1.3 Revisão Bibliográfica	04
2 ASPECTOS TEÓRICOS: FORNOS	09
2.1. Mecanismos de Aquecimento	09
2.2. Tipos de Fornos Elétricos	10
2.3 Comparação Entre Fornos à Resistência e Fornos com Lâmpadas Halógenas	11
3 FORNO TUBULAR DE LÂMPADA HALÓGENA	13
3.1 Projeto do Forno e Escolha do Material	13
3.2 Montagem do Forno Lâmpadas Halógenas	13
3.3 Projeto e Montagem do Sistema de Rotação	19
3.4 Projeto e Montagem do Sistema de Refrigeração	21
3.5 Controle da Atmosfera no Interior do Tubo de Alumina	26
3.6 Controlador de Potência das Lâmpadas	26
3.7 Sensor de Temperatura	27
4 ASPECTOS TEÓRICOS DO FORNO: ANÁLISE ENERGÉTICA	29
4.1 Introdução	29
4.2 Transferência de Calor no interior do Forno Tubular L.H	31
4.2.1 Condução	31
4.2.2 Convecção	32
4.2.3 Radiação	34
4.2.4 Aquecimento por Radiação e Convecção	35
4.3 Perdas de Energia do Forno Tubular Lâmpadas Halógenas	36
4.3.1. Perdas de Calor Através das Paredes.....	36
4.3.2 Primeiro Modelo Utilizado para Caracterização do Forno.....	40
4.3.3 Transmissão de calor pela radiação	46
4.3.4 Segundo Modelo Utilizado para Caracterização do Forno.....	50
4.4 Temperatura Interna e Externa no Isolamento Térmico	53
4.5 Tempo de Aquecimento	53
5 TESTES DO FORNO	55
5.1 Preparação de Amostras	55
5.2 Síntese e Caracterização de Óxidos	56
5.2.1 Difratorômetro de Raios-X	56
5.2.2 Equação de Scherrer	57

5.2.3	Gráfico de Williamson-Hall	58
6	RESULTADOS E DISCUSSÕES	60
6.1	Caracterização Forno	60
6.2	Caracterização de Óxidos	70
6.2.1	Óxido de Níquel	70
6.2.2	Ferrita de Níquel.....	75
7	CONCLUSÕES E SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	83
7.1	Conclusões	83
7.2	Sugestão de Trabalhos Futuros.	85
	REFERÊNCIAS	86

1 Introdução

1.1 Introdução Geral

Fornos consistem de equipamentos capazes de transferir o calor necessário gerado por uma fonte de calor ao material analisado com eficiência energética, uniformidade e segurança, podendo ser utilizado para calcinação, tratamento térmico, fusão, secagem e outras finalidades.

Dentre os vários tipos de fornos é possível classificá-los quanto ao método de geração de calor em: combustão e elétrico. No primeiro caso, os fornos citados utilizam combustíveis tais como: petróleo, carvão e gás natural para seu funcionamento; já no último utilizam a energia elétrica.

Este trabalho está apresentado em 7 (sete) capítulos, o primeiro consiste numa introdução geral, abordando o conceito de forno como também sua classificação e aplicação, o objetivo do trabalho, a motivação para executá-lo e uma revisão bibliográfica; o segundo capítulo relata os mecanismos de aquecimento, tipos de fornos elétricos e apresenta-se uma comparação entre fornos à resistência elétrica e fornos utilizando lâmpadas halógenas (LH); o terceiro capítulo compreende o projeto e montagem da parte mecânica do forno de lâmpada halógena (LH), sistema de rotação e refrigeração bem como a parte elétrica do forno, com uma análise geral do controlador de potência das lâmpadas halógenas; o quarto, apresenta uma análise energética do forno; o quinto mostra os testes para caracterização de óxidos; o sexto capítulo aborda os resultados e discussões a cerca da caracterização do forno e da caracterização de amostras e por último, o sétimo capítulo traz conclusões gerais e sugestão de trabalhos futuros.

É importante destacar que o objeto desta pesquisa é um tipo de forno elétrico que utiliza radiação de lâmpadas halógenas como fonte de aquecimento, o qual neste trabalho denomina-se em geral como fornos radiantes.

Conforme Diniz (1992), a principal desvantagem dos fornos a resistência para determinadas aplicações é o seu mecanismo de aquecimento, pois embora apresente radiação, os principais mecanismos são condução e convecção. Estes dois mecanismos de transporte de energia térmica através da matéria são considerados bastantes lentos. Como a resistência elétrica utilizada nesses fornos não é uma boa fonte

de radiação, este problema pode ser contornado ou minimizado pela utilização de lâmpadas halógenas, que tem como principal mecanismo de aquecimento a radiação. Os fornos baseados em lâmpadas halógenas elevam suas temperaturas rapidamente, assim como também se resfriam rapidamente.

Assim, diante das desvantagens do forno à resistência e em busca de um equipamento mais eficiente surgiram várias indagações: Como construir um forno com maior eficiência na síntese de nanopartículas? Como atingir uma melhor homogeneidade da amostra? Como reduzir o dispêndio de energia?

Tais questionamentos levaram à confecção de um forno do tipo tubular, versátil, que possibilita um rápido aquecimento e excelente controle de temperatura. Para alcançar essas características, a construção de um forno exige um estudo minucioso sobre a transferência de calor. As aplicações típicas do forno confeccionado são calcinação e sinterização, podendo ainda, o referido equipamento ser utilizado para a determinação de resíduo, cristalização, queima de cerâmica, tratamento térmico e outras finalidades. Importante destacar que o forno tubular de lâmpadas halógenas está sendo utilizado basicamente para a calcinação de amostras com o propósito de obter óxidos nanoparticulados.

O estudo de nanopartículas traz benefícios dentro das diversas áreas do conhecimento, pois o processo de redução das partículas altera as propriedades físicas e químicas dos compostos, bem como suas aplicações também se modificam, conforme as novas propriedades encontradas. Corroborando tal afirmação, Leite *et al.*, (2005), afirmam que [...] “ O principal interesse em materiais nanoestruturados, com partículas essencialmente menores que 100 nm, deve-se ao fato de que suas propriedades físicas e químicas dependem fortemente da forma e do tamanho de partícula”.

Ressalta-se que o estudo de partículas com tamanho extremamente reduzido é bastante complexo, tanto do ponto de vista experimental quanto do teórico, pois há grande dificuldade na sua caracterização através das técnicas convencionais. Além disso, é importante a obtenção de amostras homogêneas, cuja distribuição de tamanho seja estreita, ou que apresente uma maior uniformidade.

A fim de produzir nanopartículas mais homogêneas, desenvolveu-se um forno tubular rotativo com lâmpadas halógenas. Trata-se de uma unidade polivalente, que alcança altas taxas de aquecimento e resfriamento, e um excelente controle de

temperatura, ideal para o aquecimento de soluções para se chegar a partículas de tamanho reduzido.

O forno objeto deste trabalho, desenvolvido no Laboratório de Raios-X (LRX), advém de pesquisa continuada acerca da produção de partículas nanométricas pelo uso do método sol-gel protéico realizado por Meneses *et al.*, (2006). Vários trabalhos desenvolvidos e em desenvolvimento no âmbito do uso deste método para fabricação de nanopartículas no LRX, pode ser verificado através dos estudos realizados por Maia (2005) e Maia *et al.*, (2006).

O equipamento atual resultou de outros protótipos nos quais foram implementadas várias modificações, conseqüências dos estudos realizados. Alguns trabalhos precederam ao atual modelo do forno denominado por JSZT-2009, segundo destacam os seguintes autores Carvalho (2008), Meneses *et al.*, (2006), Rodrigues *et al.*, (2006).

Assim, confeccionou-se um forno compacto e capaz de realizar síntese com boa homogeneização pela rotação do pó durante a calcinação. Este forno traz, ainda, para os projetos em desenvolvimento no laboratório uma diminuição nos tempos de síntese e resfriamento da amostra, e conseqüentemente um menor dispêndio de energia no processo. Este forno tubular possibilita a calcinação de amostras com faixas de temperatura variando de: 200°C - 1000°C, ressaltando-se que todos os testes foram realizados na faixa de 100°C a 700°C.

Até a obtenção final das nanopartículas, as etapas de laboratório que são necessárias são: preparação, calcinação, lavagem da amostra e secagem, até a obtenção de nanopartículas. A caracterização das referidas amostras é obtida pelo uso do Método Rietveld de refinamento de estrutura cristalina que utiliza medidas dos padrões de difração de raios-X em amostras policristalinas, Rietveld (1967).

A técnica de caracterização por difração de raios-X tem se mostrado, ao longo de vários anos, uma ferramenta indispensável para acompanhar os estados de cristalização de estruturas e detectar mudanças estruturais microscópicas, além de permitir a determinação de estruturas cristalinas.

O grande diferencial deste forno comparado com os fornos à resistência elétrica, na obtenção de nanopartículas, são as lâmpadas halógenas, pois elas são capazes de emitir uma grande quantidade de radiação infravermelha, este tipo de radiação possibilita um rápido e elevado aquecimento/resfriamento da amostra, que

aliado ao sistema de rotação traz para esta pesquisa uma melhor homogeneização da amostra, o que a torna inovadora nesse tema.

A construção deste forno consiste em uma alternativa melhorada na produção de nanopartículas, funcionando como importante ferramenta de pesquisa para o mundo acadêmico e quiçá ser utilizado para a produção de nanopartículas em larga escala.

1.2 Objetivo

1.2.1 Objetivo Geral

Projetar e construir um forno tubular com adaptação rotativa, utilizando como fonte de calor lâmpadas halógenas, capaz de obter a homogeneização das partículas durante a sua calcinação com redução da utilização de energia durante o processo.

1.2.2 Objetivos Específicos

Com a finalidade de alcançar o objetivo geral exposto foram estabelecidos e perseguidos os seguintes objetivos específicos: identificar o material mais adequado e econômico para a produção do forno; viabilizar a rotação e inclinação; controlar a temperatura e o tempo de calcinação; acelerar o processo de queima e reduzir o dispêndio de energia e de tempo, realizar testes e caracterizar o equipamento.

1.3 Revisão Bibliográfica

Stansfield (1914) afirma que um forno elétrico pode ser descrito como um aparelho no qual os materiais podem ser submetidos a elevada temperatura pela dissipação de energia elétrica.

Segundo Martins, Toledo e Silveira (1975), os principais fornos elétricos classificam-se, quanto ao processo pelo qual o calor é gerado, em: fornos a resistência, fornos a arco, fornos de indução e fornos por aquecimento dielétrico.

De acordo com Krieger (2004), os fornos utilizados para tratamento térmico são responsáveis pela sucessão de processos de aquecimento e resfriamento os quais o material é submetido com o intuito de modificar suas propriedades mecânicas. Esses materiais são tratados em diversas temperaturas e em diversas velocidades de aquecimento e resfriamento.

Geselbracht *et al.*, (2000), Puig-Molina *et al.*, (2001) e Capitán *et al.*, (1999) utilizam fornos na síntese de materiais e sua caracterização pela técnica da difração de raios-X. Em geral, esses fornos são desenvolvidos utilizando a resistência como fonte de aquecimento. Entretanto, conforme Zanetti *et al.*, (2001); Kimura *et al.*, (2000), recentemente fornos com lâmpada halógena tem sido usado especialmente para sínteses e estudos cinéticos.

O texto de autoria de Diniz (1992) evidencia as vantagens do uso das lâmpadas halógenas como fonte de aquecimento:

As maiores vantagens das lâmpadas halógenas são: para operar e manter são baratas, oferecendo um bom controle em baixas temperaturas (de 400 C a 625 C) e em altas temperaturas (em alguns processos como certas oxidações rápidas, exigem temperaturas de até 1250C), com resposta muito rápida(...)

Diniz (apud CAVARSAN, 2005) afirma que os principais mecanismos de aquecimento existentes na câmara de processo em um forno para tratamento térmico rápido são: a convecção e a condução térmica através do gás. Esses dois mecanismos de transporte de energia térmica através da matéria são considerados bastantes lentos. Portanto, devido à grande massa térmica do gás existente na câmara de processo, um forno térmico terá baixas taxas de aquecimento. Pode-se também transmitir calor através de radiação, que é mais rápido, mas a resistência elétrica utilizada nos fornos convencionais, não é uma boa fonte de radiação. O autor afirma ainda que por este motivo, a utilização dos fornos a resistência elétrica impõe sérias limitações para o controle dos processos de fabricação de dispositivos semicondutores de dimensões reduzidas e de lâminas com diâmetros grandes.

Segundo Lujan (1991) um forno a resistência elétrica aquece um gás existente no interior deste, aquecendo assim a amostra; já um forno para aquecimento térmico rápido deve ter predominante um mecanismo de aquecimento por radiação. O autor ainda destaca que os fornos a resistência elétrica não representam boa fonte de radiação. As radiações mais usadas para o aquecimento rápido são: lasers, fontes de micro-ondas, resistência de grafite, lâmpada de arco-voltáico e lâmpadas halógenas de tungstênio, sendo as três últimas mais utilizadas, porém as lâmpadas halógenas são de uso predominante em sistemas de aquecimento rápido.

Lu *et al.*, (2004), afirmam que os efeitos da radiação infravermelha são bem rápidos quando se trata do controle de tamanho de partícula e endurecimento por precipitação em alumínio AA2618 forjados. Os autores afirmam ainda que após a realização de um pré-aquecimento a 425°C em um forno de radiação infravermelha foi possível encontrar tamanhos de partículas da ordem de 27-32 μm , enquanto amostras produzidas no forno a resistência apresentaram partículas grossas com dimensões de aproximadamente 40 μm . Os referidos resultados confirmam que o tratamento térmico utilizando radiação infravermelha leva a uma melhor eficiência energética como também a um baixo custo de produção.

Jin e Liu (2006) afirmam que na maioria das condições de transformação de materiais são necessários tratamentos térmicos para realizar as transformações de fases desejadas e adaptar à morfologia do material. No tratamento térmico em um forno a resistência elétrica há o crescimento de partículas, visto que este tipo de forno apresenta um aquecimento lento e taxas de resfriamento que levam aos tempos de aquecimento prolongado.

Outro ponto ainda destacado pelos referidos autores é que, nos últimos anos, a aplicação do processamento térmico rápido (RTP) mostrou-se consideravelmente importante em materiais magnéticos, principalmente após o desenvolvimento extensivo de baixa dimensão de materiais magnéticos, incluindo, as nanopartículas, nanofios e filmes finos. A técnica RTP tem sido usada para controlar a cristalização de fases amorfas, as transições de fase, a redução do tamanho de partícula, o isolamento da partícula e a textura cristalográfica.

Yoo *et al.*, (2002) concluíram que como os filamentos de tungstênio usados nas lâmpadas são de baixa massa térmica a resposta térmica das lâmpadas é rápida, assim como a rampa de aquecimento e resfriamento. Utilizando-se de um sistema RTP,

os 'Wafers' foram recozidas com temperaturas acima de 1000° C por menos de 60s enquanto em fornos à resistência elétrica puderam ser recozidos com temperatura aproximadamente 900° C durante 10-20 minutos.

Quanto ao superaquecimento dos componentes, Lujan (1991) adverte que a temperatura máxima dos contatos, recomendada pelo fabricante é de 250°C. Com o uso de ar comprimido conseguiu manter a temperatura ligeiramente abaixo de 250°C, o que evitou a queima das lâmpadas, logo, desde que haja um sistema de refrigeração que consiga manter a temperatura abaixo de 250°C as lâmpadas serão preservadas.

Meneses *et al.*, (2006) construíram um forno compacto usando lâmpadas halógenas como fonte de calor para uso no LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron) em experimentos de Espectroscopia de Absorção de Raios-X, o mesmo pode ser utilizado na cinética assim como em estudos de transição de fase com tratamento térmico até 1000K com ou sem fluxo de gás. As principais vantagens encontradas neste forno foram: a possibilidade de executar medidas com taxas de aquecimentos diferentes, o controle de taxas de resfriamento e um eficiente controle no processo de aquecimento.

Rodrigues *et al.*, (2006) mostraram através de estudos que o forno utilizando lâmpadas halógenas como fonte de aquecimento apresentou-se eficiente para a síntese de nanopartículas de NiO para uma temperatura variando entre 300°C-700°C. As partículas obtidas apresentaram tamanho entre 5nm e 43nm, e uma boa uniformidade comparada com as obtidas com outros fornos a resistência elétrica.

Chu *et al.*, (2005), afirmam que elevadas taxas de aquecimento e resfriamento da técnica RTP levou a redução dos tamanhos de partículas em comparação com o tratamento térmico utilizando forno a resistência. Pode-se concluir que o recozimento térmico rápido leva a um melhor endurecimento magnético em comparação com o forno a resistência, porque a alta taxa de aquecimento e curto tempo de recozimento na RTP resultam em melhor controle de nanoestruturas de materiais. Relatam ainda que taxas de aquecimento até 200K/s foram adotados no processamento térmico rápido e foi observado que o endurecimento magnético pode ser realizado em um tempo tão curto como o recozimento em 1 s. Acredita-se que esta técnica pode ser estendida com sucesso para o processamento de nanocompósitos e outros, onde o refinamento de partículas são necessárias para um melhor desempenho.

Jin e Lui (2006) relatam em seu trabalho Processamento Térmico Rápido de Materiais Magnéticos, a comparação da morfologia das partículas das amostras

recozidas a 600°C em forno a resistência e no sistema de RTP. Eles afirmaram ainda que o tamanho médio de partículas das amostras recozidas no forno RTP foi de 40 nm sendo muito mais uniforme e menor do que comparado ao (60 nm) da amostra recozida no forno a resistência elétrica.

Diniz (1992) afirma que as lâmpadas halógenas de tungstênio produzem bons perfis de temperatura/tempo nos ciclos rápidos dos processamentos, com o objetivo de obter uma boa uniformidade de aquecimento da superfície do substrato em processo com uma grande quantidade de energia. A fim de aumentar a eficiência de aquecimento introduziu-se refletores para direcionar a radiação e maximizar a transferência de energia.

Merece destaque o resultado obtido por Rodrigues (2006), que em um forno baseado em quatro lâmpadas halógenas com 1000W cada uma, conseguiu obter uma taxa de aquecimento de 100° C por minuto utilizando somente 50% da potência das lâmpadas. Ele destaca que o sistema programável possibilita uma melhor performance no aquecimento (*ramps and plateaus*), ou seja, rampas e linhas retas que unem pontos com iguais valores de temperatura °C (isotermas). Como o forno sob estudo utiliza este mesmo sistema de controlador, módulo de potência e termopar acredita-se que ele é capaz de atingir taxas de aquecimento maiores permitindo assim uma redução de tempo e temperatura de obtenção das nanopartículas.

2 Aspectos Teóricos: Forno

2.1 Mecanismos de Aquecimento

A transferência de calor é de fundamental importância para todos os ramos da engenharia, destacando os problemas relacionados aos projetos de fornos, regeneradores, conversores, etc.

É importante frisar que um corpo nunca contém calor e este por sua vez é um fenômeno transitório que cessa quando não existe mais um gradiente de temperatura.

Os diferentes processos de transferência de calor são três: condução, convecção e radiação, podendo ser reconhecidos da seguinte forma: a transferência de calor por condução ocorre quando há transferência de energia de uma região de alta temperatura para uma de baixa temperatura, que pode ocorrer no meio permanente ou estacionário podendo ser um sólido ou um fluido, em virtude de um gradiente de temperatura; já a transferência de calor por convecção ocorre quando há transferência de energia entre uma superfície e um fluido em movimento, em virtude do gradiente de temperatura entre eles; quanto a transferência de calor por radiação, esta ocorre quando, na ausência de um meio interveniente, existir uma troca líquida de energia (emitida na forma de ondas eletromagnéticas) entre duas superfícies a diferentes temperaturas.

A pertinência deste tópico deve-se ao fato de que o forno desenvolvido aponta os três mecanismos de aquecimento: condução, convecção e radiação. Este último mecanismo é o mais rápido para o aquecimento, por não depender do transporte de calor pela matéria. Com o propósito de conseguir altas taxas de aquecimento utiliza-se lâmpadas halógenas de tungstênio.

Transferência de calor consiste na transferência de energia de uma região para outra devido a uma diferença de temperatura. Os mecanismos de transmissão de calor denominados condução e radiação dependem somente do gradiente de temperatura, enquanto o mecanismo denominado de convecção depende do gradiente de temperatura e do transporte de massa.

Kreith e Bohn (2003) afirmam que a transmissão de calor por convecção classifica-se em: convecção natural e forçada, tendo em vista o modo de motivação do fluxo. A primeira acontece quando o fluido move-se em consequência das diferenças de densidades causadas devido à variação de temperatura no fluido, enquanto a segunda ocorre quando algum agente externo tais como: bombas, ventiladores são utilizados para o movimento do fluido. O forno construído apresenta ambas as convecções, a natural na parte interna do forno e a forçada dentro do tubo de alumina, entretanto, este projeto detém-se em estudar a transferência de calor através da convecção natural.

Destaca-se ainda que o principal mecanismo pelo qual o calor é transferido para a amostra no interior do forno ocorre por trocas radiantes entre superfícies. O calor é gerado através de resistências elétricas que acionam as lâmpadas halógenas.

Segundo Jin e Lui (2006), a radiação é o mecanismo de transferência de calor dominante em sistemas de lâmpada.

Ainda segundo Kreith e Bohn (2003), os três mecanismos de transferência de calor podem ainda aparecer em forma combinada, ou seja, o calor é transferido devido os vários mecanismos que operam simultaneamente.

2.2 Tipos de Fornos Elétricos

Os fornos, quanto à produção de calor usando energia elétrica, se classificam em: fornos a resistência elétrica, fornos de indução eletromagnética, fornos a arco elétrico e fornos usando radiação infravermelha.

No forno a resistência elétrica, a corrente elétrica percorre um fio metálico e quando isso ocorre há liberação de energia calorífica, ou seja, dá origem a produção de calor (efeito Joule).

O forno de indução baseia-se no princípio de indução eletromagnética. Este forno contém um gerador com motor de acionamento, uma bateria de condensadores e uma câmara de aquecimento, essa câmara possui na parte externa à bobina de indução. Neste tipo de forno a produção de calor ocorre quando ao aplicarmos uma tensão ao primário do transformador uma corrente elétrica elevada é induzida no secundário que

produzirá uma quantidade de calor elevada. Este forno é utilizado na indústria para fundir metais.

O forno a arco elétrico é constituído de uma carcaça de aço feita de chapas grossas soldadas de modo a formar um recipiente cilíndrico. Neste tipo de forno é aplicada uma tensão elevada entre dois eletrodos que estão posicionados bem próximos um do outro, quando a rigidez dielétrica é rompida um arco elétrico salta entre os dois eletrodos. O interessante nesses fornos é que eles são capazes de desenvolver elevadas temperaturas sendo utilizados nos ferros de soldar por pontos e na fundição de metais.

Os fornos por radiação infravermelha baseiam-se na emissão de radiação através de lâmpadas apropriadas. Consiste em um processo de aquecimento que submete os objetos à incidência de raios infravermelhos emitidos por uma ou várias lâmpadas. São utilizados, por exemplo: em estufas e na secagem de pinturas.

Os fornos que utilizam LH como fonte de aquecimento prevalecem em relação aos fornos a resistência elétrica, pois nesse tipo de forno não é necessário o sistema de vácuo para que o forno funcione, a não ser que deseje o aquecimento em vácuo. Outra vantagem do forno de lâmpadas halógenas é que permite realizar etapas durante o processo de aquecimento, com um controle preciso de tempo e temperatura de cada etapa através de um controle sobre a potência das lâmpadas.

Ainda conforme Jin e Lui (2006), a energia calorífica para uma lâmpada halógena de tungstênio até 100kW pode ser utilizada para elevar temperatura até 1200°C com uma taxa de aquecimento até 300°C/s. Amostras podem ser depositadas em ‘*wafer*’ ou em tubo de quartzo sobre ‘*wafer*’. No interior da câmara de aquecimento existe um gás inerte para proporcionar uma atmosfera inerte aumentando assim a taxa de resfriamento.

2.3 Comparação entre Fornos à Resistência e Fornos com Lâmpadas Halógenas

Nos fornos elétricos que utilizam resistência como fonte de aquecimento há a transformação de energia elétrica em térmica, a qual se denomina efeito joule. Este princípio ocorre da seguinte forma: um condutor metálico, ao ser percorrido por uma corrente elétrica, se aquece, o calor é produzido pela corrente que atravessa o fio

metálico, deve-se aos choques dos elétrons contra os átomos do condutor. Quando ocorrem esses choques, a energia produzida pela movimentação média de oscilação de todos os átomos se eleva. O que se verifica através do aumento da temperatura do condutor.

Normalmente, várias fontes de radiação são utilizadas para síntese de nanopartículas. Os fornos a resistência elétrica têm os três mecanismos de transferência de calor, porém o aquecimento por radiação nesse forno não é tão eficiente em relação à radiação emitida pelas lâmpadas halógenas do forno construído nessa pesquisa, pois esse tipo de forno permite um rápido aquecimento da amostra.

Portanto, o grande problema dos fornos a resistência de não obter uma boa fonte radiante de energia, pode ser contornado ou minimizado pela utilização das lâmpadas halógenas de tungstênio no interior do forno tubular desenvolvido nessa pesquisa. É importante destacar que este tipo de fonte de calor garante à amostra um aquecimento mais eficaz trazendo uma redução do tamanho e uma melhor homogeneização da amostra sob análise.

A resistência elétrica utilizada nos fornos a resistência, não é uma boa fonte de radiação. Assim, devido a grande massa térmica do gás existente na câmara de processo, um forno a resistência elétrica terá baixíssimas taxas de aquecimento. Este problema pode ser solucionado utilizando fornos que tem a radiação como principal mecanismo de aquecimento. Esta pesquisa utiliza uma radiação proveniente de uma fonte radiante de energia, lâmpadas halógenas, esta permite elevar e resfriar a temperatura rapidamente, por radiação, quando a fonte radiante é desligada.

3 Forno Tubular de Lâmpada Halógena

3.1 Projeto do Forno e Escolha do Material

Após o satisfatório desempenho do forno tubular com inserção de duas lâmpadas halógenas para calcinação de amostras desenvolvidas pela equipe do laboratório de raios-X, projetou-se um forno tubular rotativo com inserção de seis lâmpadas halógenas, capaz de produzir partículas mais homogêneas através da rotação do pó durante a calcinação, além de reduzir o tempo de calcinação dessas amostras. Esta etapa foi de fundamental importância, uma vez que vários desenhos foram necessários a fim de se definir e posteriormente adquirir material adequado e definitivo para a construção do forno.

Na escolha dos materiais adequados para a construção do forno tubular foram considerados os seguintes critérios: capacidade de otimizar a relação custo/benefício, facilidade de manutenção, capacidade de resistência a corrosão e oxidação. Buscou-se, ainda, materiais resistentes quanto a durabilidade, resistentes ao calor e materiais isolantes com baixa condutividade térmica.

3.2 Montagem do Forno Lâmpadas Halógenas

O forno tubular projetado e construído contou com 6 (seis) lâmpadas de 190 milímetros de comprimento, cada lâmpada com uma potência de 1000W(220V), com 12 conectores de pressão, revestimento interno de lã de rocha e externo em chapas de aço inoxidável, controlador de temperatura EURO THERM 2416, módulo de potência e termopar tipo K.

As lâmpadas halógenas foram escolhidas devido a sua simplicidade (não é necessário o sistema de vácuo), maior versatilidade (melhor controle de temperatura como também a possibilidade de criação de etapas de aquecimento), além de dar continuidade a trabalhos desenvolvidos pela equipe do laboratório de raios-X. É válido

ressaltar que a maior versatilidade das lâmpadas, só ocorre desde que haja um bom ajuste dos três parâmetros de controle PID (Proporcional-Integral-Derivativo).

Pode-se destacar ainda, vantagens adicionais das lâmpadas halógenas como: luz altamente eficiente e pequena, brilhante e uniforme ao longo de toda vida; energia infravermelha (90% da energia total; alta eficiência energética, ou seja, melhor desempenho com maior fluxo luminoso resultando em menor potência); maior eficiência luminosa e fontes mais compactas. Esse tipo de lâmpada possibilita uma grande quantidade de energia visível e infravermelha a partir de uma pequena fonte de luz. Algumas lâmpadas halógenas podem ser usadas para aplicações especiais, onde pequenas quantidades de energia ultravioleta são requeridas.

Segundo Campregher (2003), as lâmpadas halógenas emitem radiação com comprimentos de onda que vão do infravermelho ao ultravioleta cobrindo, assim, todo o espectro visível. No entanto para esta pesquisa, apenas a radiação infravermelha é interessante, pois esta radiação gera calor com maior rapidez, sendo responsável pelo aquecimento do tubo de alumina.

As lâmpadas halógenas possuem um amplo espectro conforme mostra a Figura 3.1, porém a maior parte de radiação produzida encontra-se na faixa do espectro ótico infravermelho. Para a maioria das aplicações de aquecimento industrial, a região no espectro infravermelho apresenta a mais alta eficiência de aquecimento. É importante frisar que a radiação das lâmpadas halógenas utilizadas encontra-se no espectro ótico de ondas curtas.

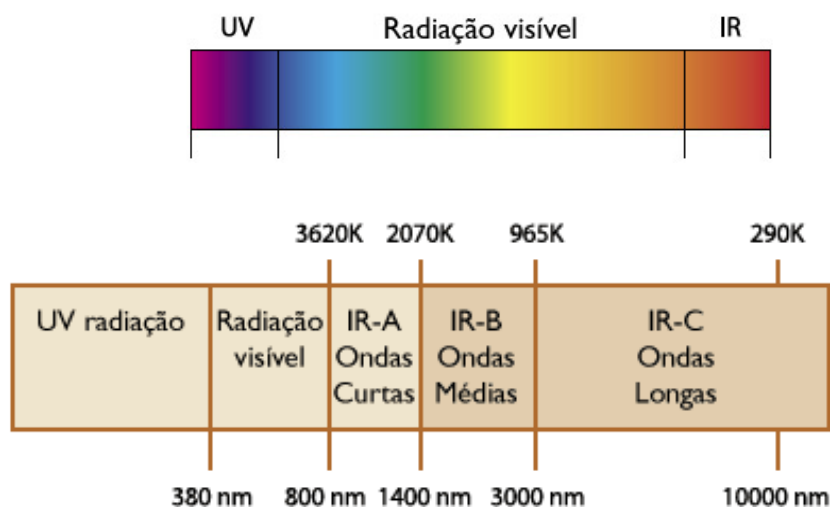


Figura 3.1 - Espectro ótico da lâmpada halógena.
Fonte: www.akarilampadas.com.br.

Conforme Neto (2009), a lâmpada halógena OSRAM de 1000W de potência apresenta uma temperatura de cor igual a 3400K, indicando que seu espectro de emissão na referida temperatura deve se aproximar ao de um corpo negro. A figura abaixo mostra que a lâmpada halógena apresenta seu pico de emissão em 8823Å na região do infravermelho próximo (ondas curtas).

Analisando a Figura 3.2 pode-se verificar que a maior faixa do pico corresponde ao infravermelho significando uma maior vantagem quando se quer trabalhar com temperaturas elevadas.

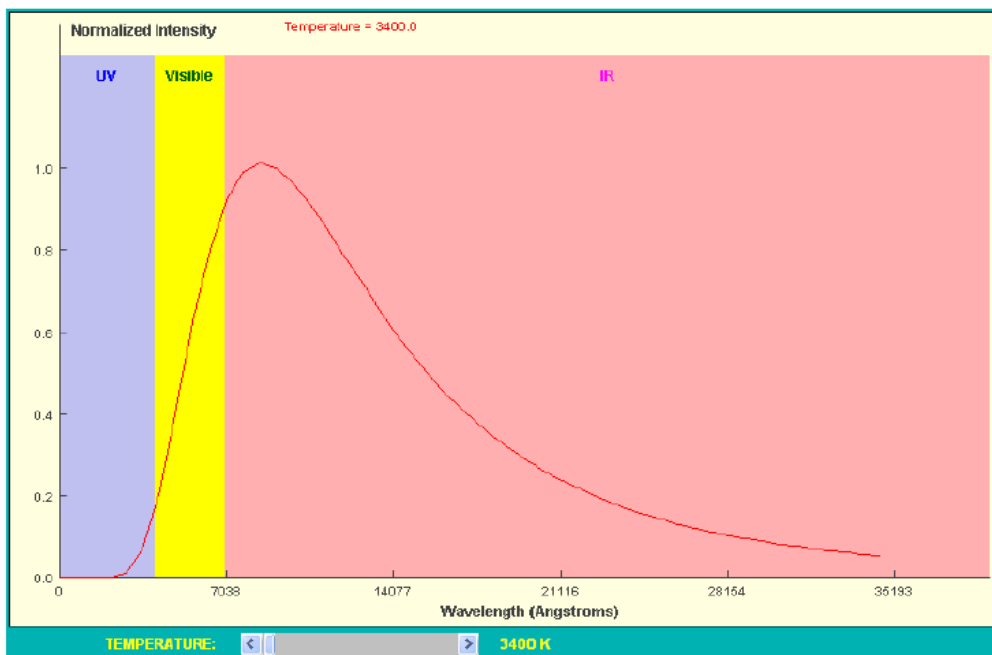


Figura 3.2- Curva espectral gerado pelo Programa Black Body Radiation, que ilustra a emissão da lâmpada halógena com temperatura de cor de 3400K.
Fonte: Neto, D.P, (2009).

O forno é constituído de quatro semi-discos conforme a Figura 3.4, onde todos os componentes internos são fixados trazendo uma maior facilidade para a sua manutenção. Os semi-discos são fixados através de parafusos, que por sua vez estão fixados nas laterais do forno, evitando que a parte interna fique solta. As lâmpadas estão distribuídas simetricamente no interior do forno. Essa distribuição garante uma radiação uniforme na amostra, produzindo um aquecimento homogêneo, ou seja, favorece uma melhor concentração de calor na amostra, que se localiza no centro do forno. As lâmpadas são fixas pelos discos, onde se encontram fixos os conectores. O revestimento interno constituído por uma camada de 40 mm de espessura de lã de rocha envolvendo

os trocadores de calor e 38 mm entre a carcaça metálica e a placa refletora. As paredes do forno foram confeccionadas de aço de 2,0 mm de espessura, na forma cilíndrica, o revestimento utilizado internamente (lã de rocha) auxilia na concentração de calor dentro do forno, impedindo, portanto a dissipação de calor para fora do forno. No centro dos discos encontra-se o tubo de alumina conforme mostra a Figura 3.3, no fundo do tubo a amostra é inserida para posterior calcinação.

A extremidade fechada do tubo de alumina é colocada no centro do forno, local onde há concentração de uma grande quantidade de energia térmica e um melhor controle da temperatura interna pelo termopar. Desta forma, o rápido aquecimento da amostra é atribuído principalmente pela radiação proveniente das lâmpadas. O tubo de alumina usado para calcinação de amostras possui 300 mm de comprimento, 35 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, e encontra-se inserido no forno como se observa na Figura 3.3.

A montagem do forno foi feita pela soldagem das peças utilizando-se o processo de soldagem TIG (solda a arco sob gás com eletrodo de tungstênio), e esse tipo de solda foi utilizado para que a união das chapas possa ocorrer com um melhor acabamento do forno.

O forno conta com placas refletoras de aço inox polidas com o propósito de obter um maior aproveitamento da radiação emitida pelas lâmpadas, já que este material apresenta coeficiente de emissividade baixo, permitindo assim um maior desempenho na reflexão para o tubo de alumina. A curvatura da placa refletora de aço inox é no formato côncava cilíndrica e foi obtida em um equipamento chamado calandra que serve para curvar chapas.

A seguir apresenta-se na Figura 3.3 uma ilustração do interior do forno:

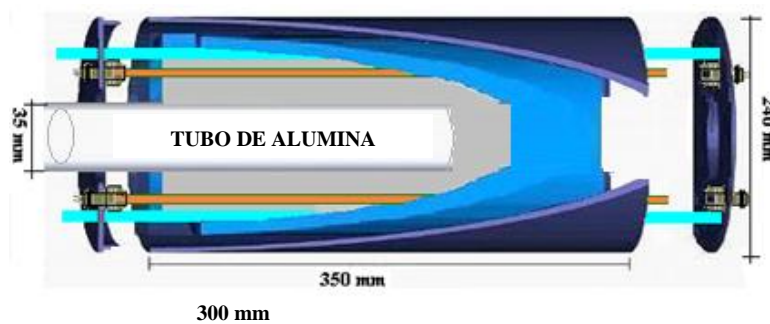
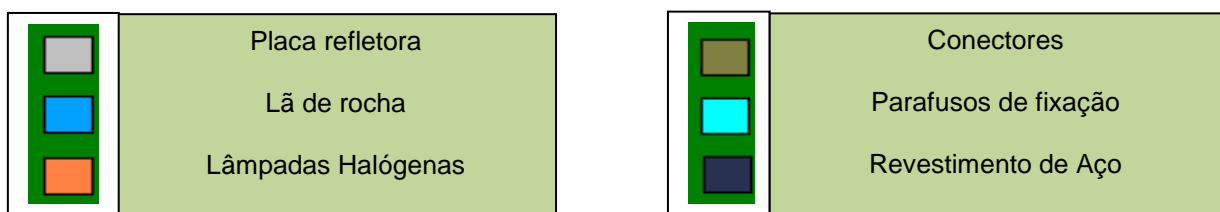


Figura 3.3 - Visão Esquemática do Forno de Lâmpadas Halógenas Adaptado de Rodrigues (2006)



A Figura 3.4 mostra o perfil do forno tubular rotativo de lâmpadas halógenas com suas respectivas dimensões, como também indica a localização da placa refletora e da lã de rocha, ou seja, isolante térmico utilizado.

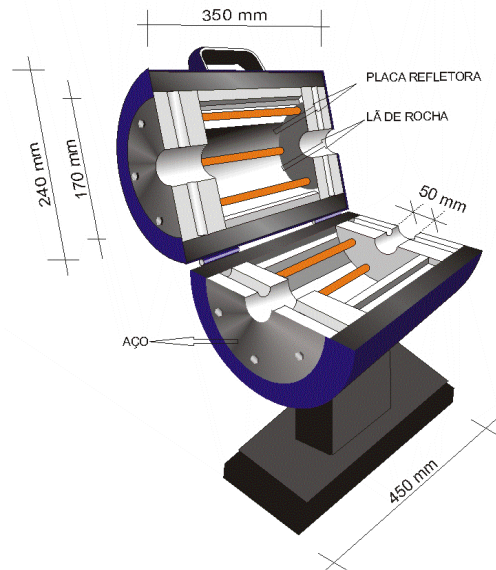


Figura 3.4 - Perfil do Forno de Lâmpadas Halógenas com suas respectivas dimensões.

Foi realizada uma soldagem com solda prata nos terminais das lâmpadas halógenas com o propósito de preservá-las contra temperaturas indesejáveis conforme se observa na Figura 3.5.



Figura 3.5 - Foto da lâmpada halógena com solda prata nos terminais.

Conforme se observa na Figura 3.6, o sistema elétrico do forno é constituído de seis lâmpadas ligadas em paralelo entre si; um relé de estado sólido que é responsável pela função liga/desliga das lâmpadas; um sensor de temperatura representado por T (termopar) que mede a temperatura no interior do forno e um controlador interligado ao termopar cuja função é fazer o controle da temperatura.

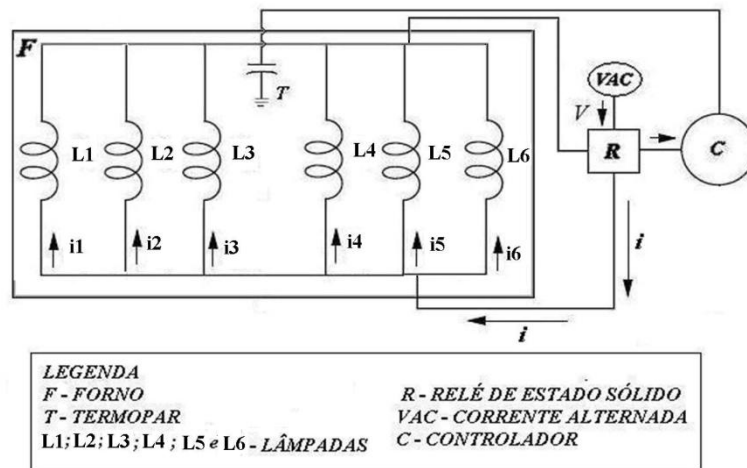


Figura 3.6 - Ilustração do esquema funcional do forno adaptado de Rodrigues (2006).

A Figura 3.7 é uma foto do forno objeto desta pesquisa, o qual se encontra finalizado diante da proposta apresentada neste trabalho.



Figura 3.7 – Foto do forno de lâmpada halógena.

A alimentação utilizada para o forno é monofásica (220V) conforme mostra a Figura 3.8 e foram utilizados dois relés de estado sólido.

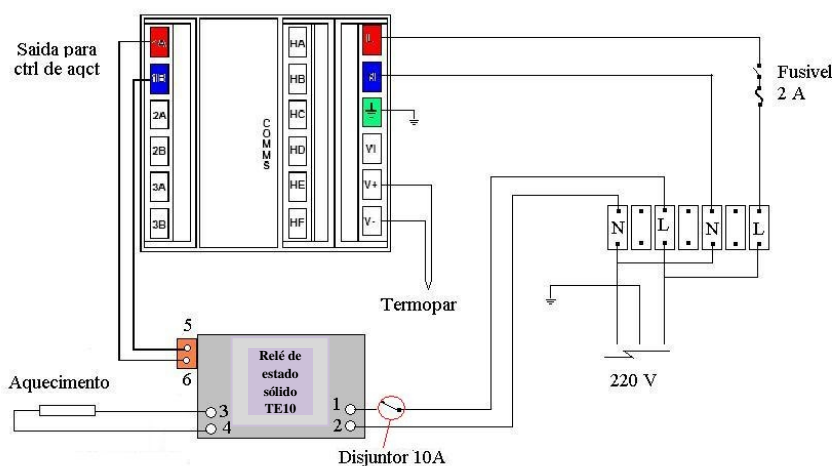


Figura 3.8 - Parte traseira do controlador.

É importante ressaltar que os testes e as calcinações foram realizadas com 5(cinco) lâmpadas, equipamento responsável pelo acionamento das lâmpadas. Foram usados dois relés de estado sólido de 20A, 240V para o controle de 5 lâmpadas.

3.3 Projeto e Montagem do Sistema de Rotação

O forno conta com um sistema de rotação de fácil manuseio, visto que o dispositivo de ajuste de rotação encontra-se acoplado ao próprio equipamento. É válido ressaltar que o sistema desenvolvido para a homogeneização da amostra foi adaptado a partir do mecanismo de um roto-evaporador [Rotavapor RE-111, Büchi, Flawil/Schweiz e Fisatom, sendo que o primeiro foi cedido pelo LAFMIQ (laboratório de química da UFC)] enquanto o segundo foi adquirido através de recurso do projeto.

É importante ressaltar que o sistema rotativo possui uma base onde é permitida a regulagem de altura com a qual se deseja trabalhar. A Figura 3.9 mostra a foto do sistema de rotação e suas respectivas partes.

Na parte onde ocorre o encaixe do tubo existe uma peça cilíndrica que envolve o tubo de alumina, esta por sua vez é fixada com outra já instalada no rotoevaporador para ser enroscado. Na parte traseira do evaporador foi confeccionada uma peça também em latão onde há dois pequenos orifícios, o primeiro onde é colocada uma mangueira de nylon para injeção de gases enquanto que no segundo é instalada uma mangueira para exaustão do gás, conforme mostra a Figura 3.9(a).

O novo sistema de rotação permite efetuar regulagem da velocidade de rotação por um potenciômetro. É possível programar a rotação no próprio equipamento, ou seja, o próprio motor do equipamento é capaz de proporcionar a rotação do tubo de alumina com boa precisão, deixando o projeto mais simples.

Junto a peça traseira conectada ao evaporador rotativo, foi fixado um tubo de alumina com 400 mm de comprimento e 4mm de diâmetro externo e 2mm interno Figura 3.9(b), por onde o gás entra com o propósito de mudar a atmosfera de calcinação.

O sistema de fixação foi confeccionado em latão e fixado a um evaporador rotativo por quatro *o-rings* normais e dois de “viton” com intuito de vedar o máximo possível o equipamento para que não ocorra vazamento de gases. Nessa peça foi feita uma abertura cilíndrica com o propósito de receber o tubo de alumina. Para um melhor desempenho foi inserido um total de 4(quatro) anéis confeccionada em bronze alternado com *o-rings*, como se observa na Figura 3.9(c).

Na parte abaixo do motor tem uma abertura onde é feita uma peça cilíndrica em latão para que ocorra a rolagem do tubo de alumina. Dentro desta peça cilíndrica tem uma peça em teflon. Existe também outra peça em teflon em forma circular que apresenta alguns orifícios, sendo um deles, centralizado. No orifício central por onde passa o tubo de alumina, ocorre a injeção do ar comprimido para dentro do tubo, e onde fica depositada a amostra, enquanto os demais orifícios com diâmetro inferior estão localizados ao redor do orifício central e servem para a exaustão do gás.

As vedações presentes no sistema que recebe o tubo de alumina foram realizadas utilizando “*o’ring*” de “viton”, pois apresentam bom desempenho em elevadas temperaturas, sendo capazes de suportar cerca de 430°C, seu tamanho é de 35mm de diâmetro, totalizando dois *o-rings*, que estão posicionados no início e no final da peça de latão. Todos os *o-rings* juntamente com os anéis de bronze são alternados entre si para que ocorra uma melhor vedação do sistema conforme Figura 3.9(c).

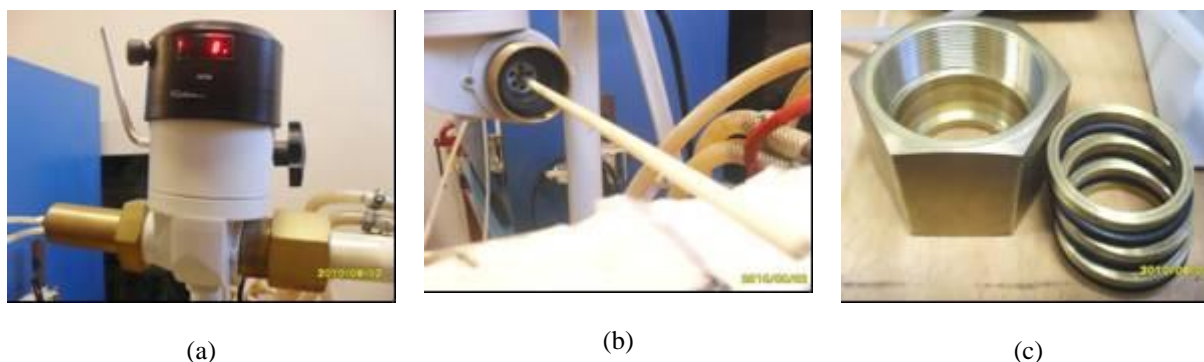


Figura 3.9 - Foto do sistema de rotação com suas respectivas partes: (a) parte em latão acoplado ao tubo de alumina, (b) tubo de alumina por onde ocorre a injeção do ar atmosférico e (c) peça hexagonal em latão, anéis de bronze e oringues para vedação do tubo de alumina.

A Tabela 3.1 apresenta as dimensões das partes que compõem o sistema de rotação do forno tubular de lâmpadas halógenas na qual se observa dimensões compatíveis de acordo com o roto-evaporador adquirido.

Tabela 3.1- Dimensões das partes do sistema rotativo do forno de lâmpada halógena.

Descrição	Diâmetro Interno (mm)	Espessura (mm)	Comprimento (mm)
Oringues	40	4	
Aneis em bronze	40	4	
Peça hexagonal	48	5	25
Peça traseira -latão	39		70

3.4 Projeto e Montagem do Sistema de Refrigeração

Refrigeração consiste na remoção de calor de um determinado espaço ou material com o intuito de obter a redução e manutenção de temperatura abaixo da temperatura ambiente, ou seja, significa diminuir a temperatura (esfriar) constantemente o ambiente escolhido a fim de conservá-lo frio. Para se obter o corpo frio é necessário retirar o calor do mesmo que se deseja resfriar, para isso é preciso que haja transferência de calor para outro corpo de menor temperatura, Stoecker e Jabardo (2002).

Em um sistema de refrigeração, o resfriador consiste em qualquer líquido resfriado pelo refrigerante e bombeado pela serpentina de resfriamento para absorver calor. Nesta pesquisa a água é o líquido refrigerante do forno enquanto o gás Freon é o

fluido refrigerante do sistema de refrigeração. O gás Freon é o responsável pela refrigeração da água enquanto ela refrigera os trocadores de calor. Assim, qualquer fluido utilizado para absorver calor que circula no trocador de calor do qual o calor é retirado chamamos de meio refrigerante, e temos como exemplo: água, salmora, etc.

O ciclo de refrigeração é representado por um circuito fechado onde o gás refrigerante se transforma sucessivamente em líquido e vapor e que permite absorção de calor a baixa temperatura e pressão pela sua evaporação e a rejeição de calor a alta temperatura e pressão pela condensação. Desta forma, o sistema de refrigeração é composto pelos seguintes componentes fundamentais de refrigeração que são: compressor, condensador, tubo capilar ou válvula de expansão e evaporador.

A seguir apresenta-se, na Figura 3.10, o diagrama do circuito fechado de refrigeração com os seus respectivos passos de operação.

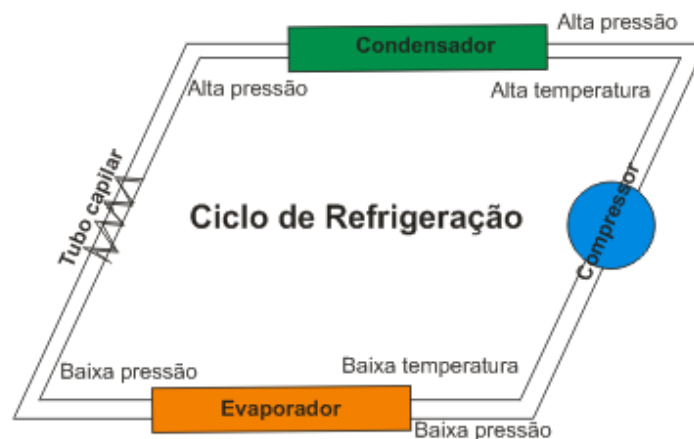


Figura 3.10 - Ciclo do sistema de refrigeração.

O compressor é um dos componentes do sistema de refrigeração, ele é o responsável pela injeção de energia necessária para que ocorra a troca de calor, é através dele que ocorre a aspiração e compressão do fluido refrigerante que se encontra a baixa pressão da linha de sucção e, em seguida, comprime em direção ao condensador a alta pressão e temperatura na fase gasosa. Na passagem do compressor para o condensador, a água se encontra no estado de vapor super aquecido tanto a alta pressão como a alta temperatura.

Outro constituinte do ciclo é o condensador, que permite que o fluido refrigerante proveniente do compressor realize a troca térmica com o ambiente externo,

ocorrendo, desta forma, a liberação do calor absorvido no evaporador e no processo de compressão. É através do condensador que acontece uma transformação de vapor para líquido, isto é, o vapor é condensado e esta transformação ocorre quando a pressão está elevada. Quando o fluido refrigerante sai do condensador indica que perdeu calor para o meio externo.

A válvula de expansão ou tubo capilar é um tubo de cobre que tem a função de reduzir a pressão do sistema e controlar o fluxo do fluido refrigerante recebido pelo evaporador. É neste momento que o fluido refrigerante em estado líquido ao passar pela válvula de expansão inicia a etapa de redução de pressão, pois o fluido refrigerante estando a baixa pressão consegue voltar a entrar no evaporador possibilitando assim a repetição do ciclo de refrigeração. Ao sair da válvula de expansão o fluido dá início ao processo de absorção de calor. Em seguida, o fluido refrigerante é evaporado à baixa pressão e temperatura. Para que ocorra esta evaporação é necessário que o fluido refrigerante absorva o calor do ambiente interno do refrigerador.

Enfim, vem o evaporador que é o agente direto de resfriamento e também responsável pelo recebimento do fluido refrigerante que sai da válvula de expansão, em estado líquido a baixa pressão e temperatura, ocorrendo assim a evaporação do fluido, que por sua vez absorve o calor da superfície da tubulação do evaporador. Ele é composto por uma câmara, tubo ou serpentina na qual o fluido refrigerante evapora no interior.

É válido ressaltar que após a saída do fluido do evaporador é iniciado um novo ciclo. Quando o fluido se encontra a baixa pressão e temperatura encontra-se em estado gasoso, é aspirado pelo compressor, finalizando assim o ciclo de refrigeração e dando início a outro ciclo.

A seguir apresenta-se na Figura 3.11, a ilustração de uma serpentina similar àquela utilizada no forno, equipamento localizado dentro da unidade de resfriamento.

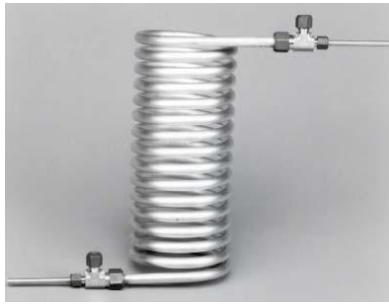


Figura 3.11 - Serpentina

A refrigeração busca manter os conectores das lâmpadas refrigerados, a fim de conservar os contatos numa temperatura segura para viabilizar o bom funcionamento da lâmpada. Também foi projetada e construída uma estrutura metálica com a finalidade de comportar todo o sistema de refrigeração, tais como: compressor, condensador, bomba d'água, tanque de resfriamento. É válido destacar que o sistema de refrigeração é à base de água.

O sistema de refrigeração é composto por uma unidade condensadora de 8.000 BTUS, marca BRASTEMP[®] com reservatório de 45 litros, relé acionado por sistema digital para controle e monitoramento da temperatura, bomba d'água para circulação do líquido refrigerante (solução de água destilada / álcool etílico) e trocadores de calor que encapsulam os terminais das lâmpadas. Os trocadores de calor fabricados em cobre, juntamente com uma camada de pasta térmica envolvendo os contatos das lâmpadas servem para protegê-los quanto a temperaturas indesejáveis.

Os componentes do sistema de refrigeração mostrados na Figura 3.12(a) constam de: compressor, condensador, reservatório de água, bomba d'água, mangueira trançada multi-uso com diâmetro de 3/8" equivalendo à 19,52mm, 8 braçadeiras para mangueira regulável, as braçadeiras foram inseridas com o propósito de adquirir uma melhor fixação das mangueiras para evitar vazamento de água.

A Figura 3.12(b) ilustra os seis trocadores de calor contidos no interior do forno que encapsularam os terminais das lâmpadas halógenas, bem como suas dimensões.

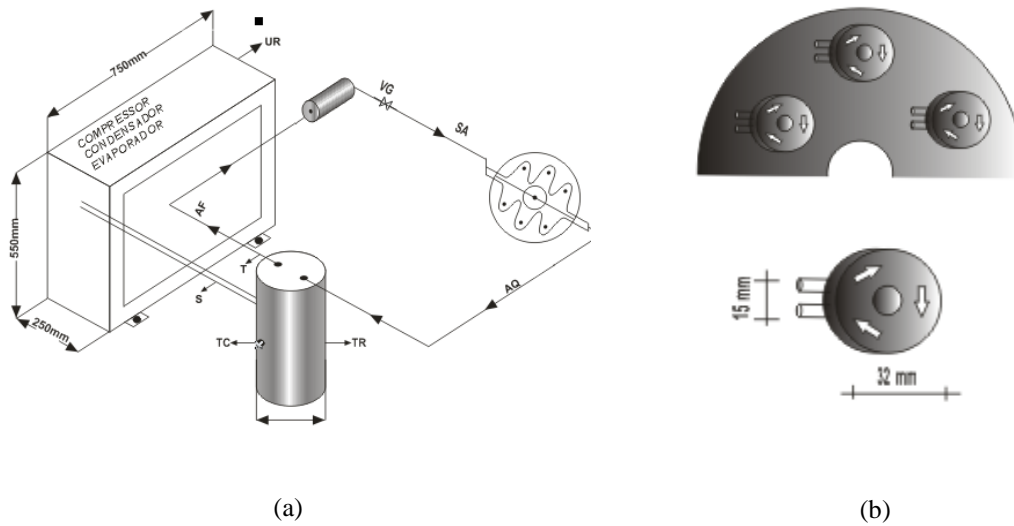
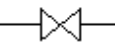


Figura 3.12 - Ilustração do (a) sistema de refrigeração do forno constituído de condensador e compressor, (b) local de refrigeração dos conectores e suas dimensões.

- | | |
|-----------------------------------|--|
| S → Serpentina \varnothing 1/2" | AQ → Água quente |
| T → Tubo PVC \varnothing 25 mm | UR → Unidade de refrigeração |
| TC → Termopar para Líquido | TR → Tanque de resfriamento |
| SA → Saída de Ar | VG → Válvula de gaveta  |
| AF → Água fria | |

A Figura 3.13 exibe a foto do sistema de refrigeração acoplado ao forno tubular rotativo de lâmpadas halógenas, como também a foto de um dos trocadores de calor inserido no interior do forno.



Figura 3.13 - Sistema de refrigeração do forno tubular (direita) e trocador de calor que encapsula os contatos das lâmpadas halógenas (esquerda)

3.5 Controle da Atmosfera no Interior no Tubo de Alumina

Através de um compressor de membrana é injetado ar dentro do tubo de alumina com a finalidade de criar uma atmosfera oxidante. Outros gases tais como argônio e nitrogênio também podem ser usados para mudar a atmosfera interna. Porém, como o objetivo deste trabalho consiste em formar óxidos metálicos, optou-se pelo ar comprimido, tendo em vista que este gás favorece a formação do óxido, já que o gás oxigênio ocupa o segundo lugar nos gases que compõem o ar comprimido. A formação do óxido ocorre devido ao oxigênio ser um elemento eletronegativo e por apresentar uma maior tendência em ligar-se com o metal do sal, ocorrendo assim a formação do óxido.

O fluxo deste gás permite a retirada dos gases de queima do material como também ajuda na formação do óxido. A exaustão do ar comprimido injetado se dá através de uma mangueira de silicone conectada a peça cilíndrica construída em latão a qual é acoplada ao tubo de alumina. O gás é injetado para o interior do tubo de alumina a temperatura de aproximadamente 25°C com uma vazão variando entre 5mL/min e 10mL/min.

As vedações presentes no sistema que recebe o tubo de alumina foram realizadas utilizando “*o’ring*” de viton, por apresentarem bom desempenho em elevadas temperaturas além de permitir uma excelente vedação a fim de conter qualquer vazamento de gás que possa prejudicar a amostra ou o equipamento.

3.6 Controlador de Potência das Lâmpadas

O controlador de temperatura ou processo utilizado nesta pesquisa foi o Eurotherm 2416, trata-se de um controlador muito versátil, pois possui uma alta estabilidade e dimensões reduzidas, (ordem de 48mmx48mmx150mm). Consta de uma construção modular que aceita até 3(três) *plug-in* módulos I/O e módulo de comunicação. Importante destacar que é possível realizar sua configuração de acordo

com o trabalho a ser realizado, embora seja necessário a execução de procedimentos de alta complexidade conforme manual do equipamento.

Outra vantagem deste tipo de controlador é que ele possibilita alterar a potência de trabalho das lâmpadas. Por exemplo: todas as atividades do forno estão sendo realizadas utilizando-se 50% da potência das lâmpadas ampliando assim a sua vida útil.

3.7 Sensor de Temperatura

A medição da temperatura é normalmente realizada através de termopares de fios ou sistemas de pirômetro incluindo um pirômetro óptico, um fotodiodo detector ou um radiômetro.

Segundo Diniz (1992), os pirômetros ópticos baseiam-se no fenômeno da radiação térmica emitida por corpos opacos: toda vez que uma radiação incide sobre um corpo opaco, ele reflete e absorve parcialmente esta radiação.

O pirômetro óptico é um sensor térmico que é sensível aos comprimentos de onda da radiação emitida pela amostra em processo, que está relacionada diretamente com sua temperatura.

Termopares são instrumentos capazes de medir temperatura, eles são constituídos de dois fios condutores metálicos diferentes unidos e soldados em uma de suas extremidades. Ao submeter suas extremidades a temperaturas diferentes, a composição química dos metais gera uma força eletromotriz da ordem de mV.

Os termopares utilizados nesta pesquisa foram do tipo K (cromel-alumel) constituído por fios, cuja junção destes dois metais é feita por uma pequena esfera de dimensão bastante reduzida. A escolha por este tipo de sensor de temperatura foi por apresentar bons resultados quando utilizados em atmosferas oxidantes ou inertes. A faixa de operação desse tipo de termopar compreende -200°C e 1250°C e um fator preponderante para o uso deste termopar nesta pesquisa foi o seu baixo custo.

Diniz (1992), afirma que uma grande vantagem dos termopares como sensor de temperatura é que eles realizam medidas em um grande intervalo de temperatura com

boa precisão, inclusive abaixo dos 600°C, onde os pirômetros de infravermelhos não podem ser utilizados.

É importante relatar que a medição da temperatura do forno é realizada por um termopar tipo K inserido dentro da câmara de aquecimento, localizado ao lado do tubo de alumina. Aquele por sua vez é ligado ao controlador Eurotherm 2416, para indicar a temperatura de operação.

4 Aspectos Teóricos do Forno: Análise Energética

4.1 Introdução

Incropera e DeWitt (1992) afirmam que a transferência de calor consiste em energia térmica em trânsito devido a uma diferença de temperatura. Assim, sempre que ocorrer uma diferença de temperatura em um dado corpo ou entre corpos, a transferência de calor obrigatoriamente existirá.

Conforme Incropera e DeWitt (1992), fluxo de calor por condução é a taxa de transferência de calor na direção x por unidade de área perpendicular à direção da transferência, e é proporcional ao gradiente de temperatura, dT/dx , nesta direção.

A termodinâmica e a transferência de calor têm uma grande relação, pois são em grande parte complementares. Segundo Incropera e DeWitt (1992), a transferência de calor é uma extensão da termodinâmica, pois considera a taxa na qual a energia é transportada. Além do mais, em várias análises da transferência de calor, a primeira lei da termodinâmica (a lei da conservação da energia) tem um papel importante. De acordo com a primeira lei em qualquer instante, deve haver um equilíbrio entre todas as taxas de energia, medidas em joules por segundo (W). De outra forma, a primeira lei deve também ser obedecida em qualquer intervalo de tempo (Δt).

Na Figura 4.1 constam os três termos da taxa de transferência de calor na superfície interna do forno em uma base de área unitária. Esses termos são: a condução pela parede do forno (q_{cond}), a convecção da superfície para o fluido (q_{conv}) e troca líquida de radiação entre superfície externa e as vizinhanças (q_{rad}) conforme Equação 4.1. Portanto o balanço de energia assume então a seguinte forma:

$$q_{cond} - q_{conv} - q_{rad} = 0 \quad (4.1)$$

Quando se tem elevadas temperaturas, a contribuição de transferência radiante de calor da superfície externa do forno é significativa, daí deve-se considerar o valor de q_{rad} na Equação 4.1. É importante destacar que os termos descritos na Figura 4.1 se referem às taxas de transferência de calor.

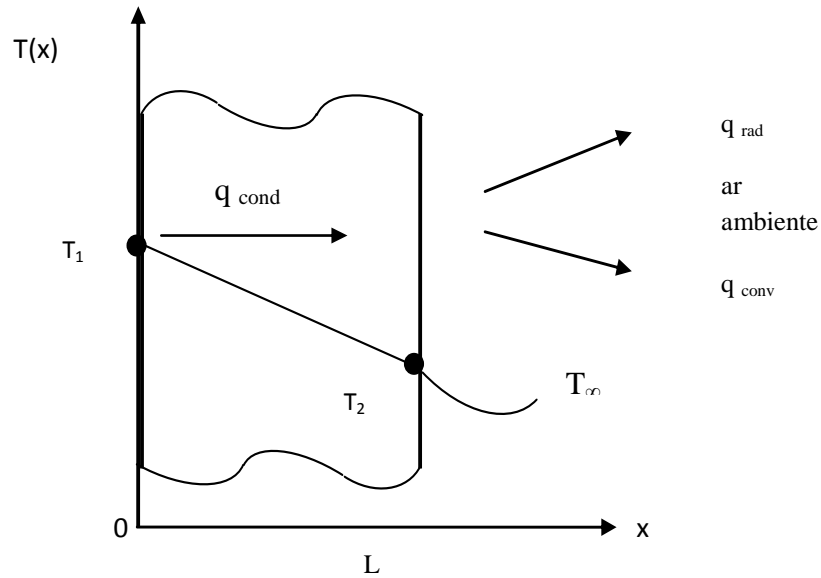


Figura 4.1- Esquema do Balanço de Energia.

A Figura 4.2 mostra um esquema das resistências térmicas através da parede do forno tubular de lâmpadas halógenas.

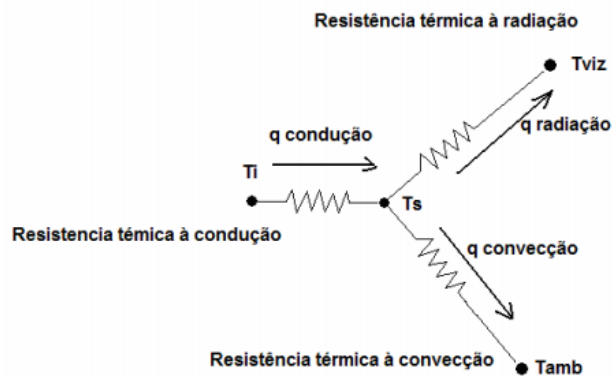


Figura 4.2 - Esquema de transferência de calor onde a taxa transferida por condução através da parede do forno é dissipada ao ambiente por convecção e radiação.

4.2 Transferência de Calor no interior do Forno Tubular L.H

4.2.1 Condução

Diante de uma diferença de temperatura em um meio sólido, o calor irá da região de temperatura mais elevada para a mais baixa. Quando isso ocorre significa que parte da energia cinética de vibração do corpo de temperatura mais elevada se transfere para as moléculas do corpo de temperatura mais baixa provocando assim um aumento em seus movimentos vibratórios, elevando a temperatura do corpo que antes apresentava baixa temperatura. As moléculas constituintes desse corpo permitem que a energia se propague, criando assim um fluxo por condução.

É importante destacar que este mecanismo de calor, condução, faz-se presente em várias partes do forno tais como: placa refletora - isolante térmico - carcaça metálica, como também no tubo de alumina. Este mecanismo é o único que possibilita a transmissão de calor em sólidos opacos; já nos fluidos assume um importante papel, pois esta transmissão apresenta-se de forma combinada com a convecção, ou em alguns casos com a radiação.

A taxa de transmissão de calor por condução é proporcional ao gradiente de temperatura dT/dx multiplicado pela área A através da qual o calor é transferido Kreith e Frank (1997). A condução ocorre com uma densidade de fluxo (q , $W.m^{-2}$) que é descrita pela Lei de Fourier:

$$q \propto A \frac{dT}{dx} \quad (4.2)$$

Para tornar a relação acima em uma igualdade acrescenta-se a constante de proporcionalidade K que é uma propriedade de transporte conhecida como a condutividade térmica ($W/m.K$) e é característica do material da parede do forno.

Portanto, a taxa de transferência de calor por condução pode ser obtida multiplicando-se o fluxo de calor pela área perpendicular à direção de transferência de calor, que nesta pesquisa é na direção radial.

$$q = -KA \frac{dT}{dx}, \text{ (Lei de Fourier), onde } q = \text{ taxa de calor por condução}$$

K = Condutividade térmica do material (W/m.K);

A = Área perpendicular ao fluxo de calor (m²);

$\frac{dT}{dr}$ = Gradiente de temperatura na direção radial (K/m).

É válido ressaltar que a constante de condutividade térmica indica a facilidade com que o calor se transmite através do material, quanto menor for o valor desta constante o material torna-se melhor isolante térmico. Por isso utilizou-se lã de rocha como isolante térmico nesta pesquisa por esse material apresentar valor de condutividade relativamente baixo, sendo assim um bom isolante, com intuito de reduzir as perdas de calor.

O isolamento térmico é utilizado para conservar a temperatura de um determinado ambiente, seja para evitar a entrada do calor no ambiente isolado como para evitar a perda do calor para o ambiente externo. A escolha do isolante deverá levar em consideração principalmente sua aplicação, o ambiente no qual ele será colocado, a facilidade de aplicação e manutenção e claro os custos de aplicação.

A Tabela 4.1 mostra algumas condutividades térmicas de isolantes térmicos para a temperatura ambiente.

Tabela 4.1- Valores típicos para condutividade térmica de isolantes.

Material	Condutividade térmica (W/m.K)
Espuma de poliuretano	0,024
Lã de Vidro	0,043
Fibra de Vidro	0,048

Fonte: Resnick, Halliday e Krane. Física 2, 1996.

4.2.2 Convecção

A transferência de calor por convecção ocorre entre uma superfície e um fluido em movimento, quando os mesmos apresentarem temperaturas distintas. Este mecanismo consiste em transferir energia térmica através da ação combinada de

condução de calor proporcionando assim, armazenamento de energia e movimentação da mistura. É importante destacar que este tipo de mecanismo de transferência de calor ocorre principalmente entre uma superfície sólida e um fluido.

O propósito no problema de convecção é determinar o coeficiente de transferência de calor convectivo, para isso requer encontrar funções universais em termos de parâmetros adimensionais pertinentes.

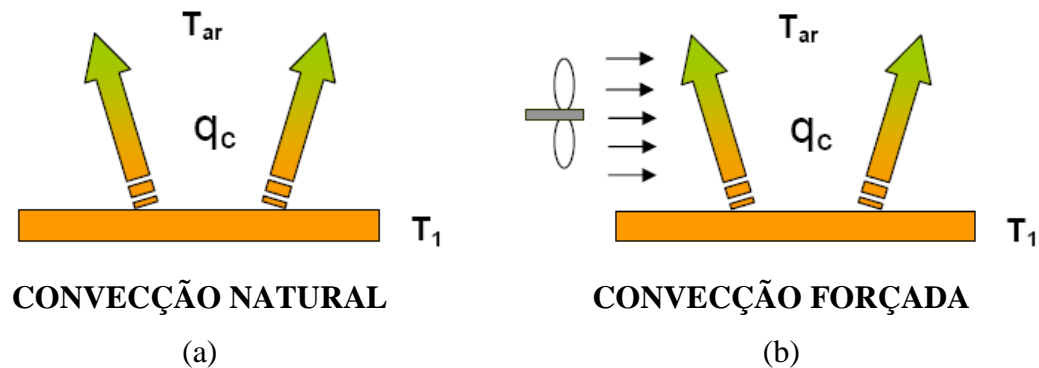


Figura 4.3 - Processos de transferência convectiva de calor. (a) Convecção natural (b) Convecção forçada.

Fonte: Çengel, Yunus A. Heat and mass transfer, 2007.

Segundo Kreith e Bohn (2003), “a transferência de calor por convecção depende da densidade, viscosidade e velocidade do fluido, bem como de suas propriedades térmicas (condutividade térmica e calor específico). Enquanto na convecção forçada a velocidade normalmente é imposta sobre o sistema por uma bomba ou ventoinha e pode ser especificada diretamente, na convecção natural ela depende da diferença de temperatura existente entre superfície e o fluido, do coeficiente de expansão térmica do fluido (que determina a variação de densidade por unidade de diferença de temperatura) e do campo de força do corpo que, em sistemas localizados na Terra, é simplesmente a força da gravidade.”

Esta pesquisa abrange os dois processos de transferência convectiva de calor, porém apenas a natural é estudada.

Como a temperatura da carcaça metálica é superior a temperatura do fluido (ar ambiente) tem-se que haverá uma transferência de calor por convecção da superfície metálica do forno para o fluido. É importante destacar que a taxa de transferência de calor convectiva é obtida através da Lei de resfriamento de Newton.

$$q = hA(T_2 - T_\infty) \quad (4.3)$$

onde, h : é o coeficiente de transferência de calor por convecção;

A : área de contato entre o sistema e o meio;

T_2 : Temperatura da superfície metálica do forno;

T_∞ = Temperatura ambiente.

4.2.3 Radiação

Kreith e Bohn (2003) trazem que a definição para radiação térmica consiste em energia radiante emitida por um meio em virtude de sua temperatura. De outro modo pode-se afirmar que a emissão de radiação térmica é regida pela temperatura do corpo emissor. A faixa de comprimento de onda englobada pela radiação térmica se localiza aproximadamente entre 0,1 e 100 μm . Essa faixa normalmente é subdividida em ultravioleta, luz visível e infravermelho. Utiliza-se a Lei de Stefan-Boltzmann para obter a taxa de transferência de calor por radiação.

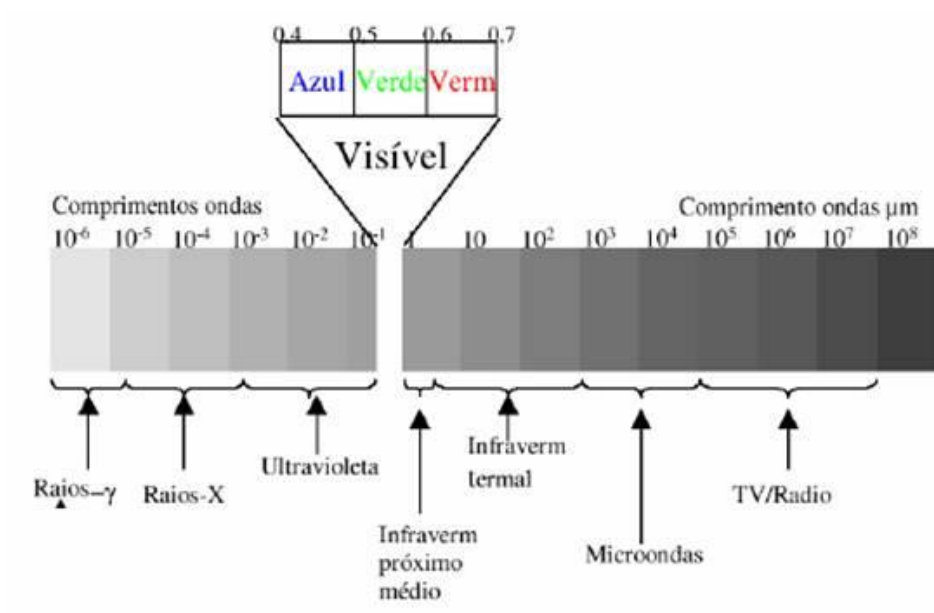


Figura 4.4 - Ilustração do espectro da radiação eletromagnética.

Fonte: Brys, L.M. Dissertação de Mestrado (2008).

Quanto à Figura 4.5 é válido ressaltar que a posição e altura do pico dependem da temperatura, ou seja, quanto maior a temperatura o pico desloca-se para

comprimentos de onda menores, para energia mais alta. Lâmpadas com filamento de tungstênio atinge temperatura elevada, ou seja, temperatura de cor de 3000K.

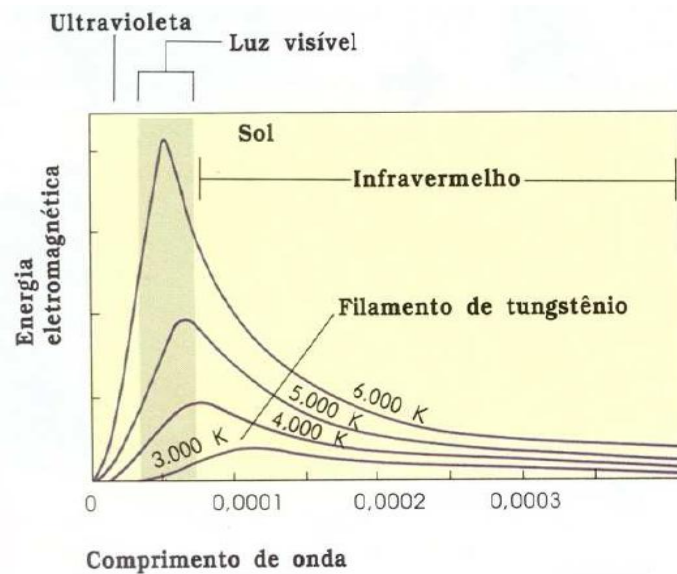


Figura 4.5 - Ilustração do comprimento de onda com energia eletromagnética do filamento de tungstênio.

Hildebrandt e Battistel (2001) afirmam que a radiação térmica é constituída de ondas eletromagnéticas que transportam energia denominada calor radiante.

Portanto na transferência de calor por radiação, a energia é conduzida pelas ondas eletromagnéticas emitidas pelo corpo. Estas ondas não precisam de um meio material para que haja transferência de energia.

A taxa de emissão de uma superfície de área A e emissividade ε' , é:

$$\frac{dQ}{dT} = \varepsilon' A \sigma T^4 \quad (4.4)$$

4.2.4 Aquecimento por Radiação e Convecção

A partir da transferência de calor de forma combinada tem-se que a perda térmica ocorre por convecção para o ar ambiente e pela troca radiante com as paredes do forno.

Segundo Incropera e DeWitt (1992), quando a temperatura na superfície é grande em relação a temperatura ambiente e se o coeficiente convectivo for pequeno, neste caso têm-se que as taxas de transferência de calor pela radiação são comparáveis não sendo desprezado o efeito da radiação. Portanto a equação para perda térmica é dada por:

$$\frac{dQ}{dT} = hA(T_2 - T_\infty) + \varepsilon' A \sigma (T_2^4 - T_\infty^4) \quad (4.5)$$

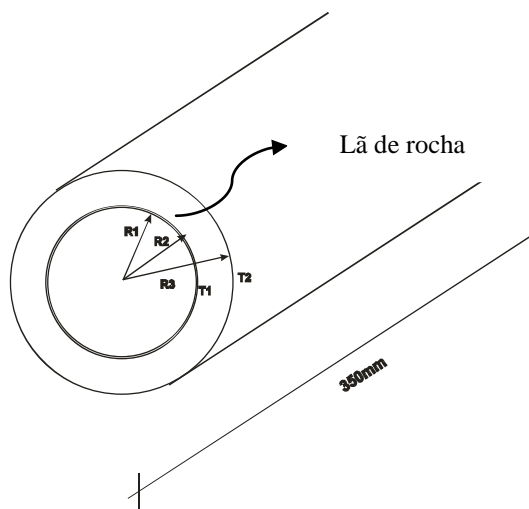
onde T é a temperatura da superfície (Kelvin) e $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}^4$ (constante de Boltzmann) e ε' (emissividade).

4.3 Perdas de Energia do Forno Tubular Lâmpadas Halógenas

4.3.1 Perdas de Calor Através das Paredes

As perdas de calor através das paredes dependem das características do isolamento que está sendo utilizado. A transferência de calor se realiza por condução através das paredes, e por convecção e radiação no interior do forno como também, ocorre na parte externa do forno (carcaça metálica) para o ambiente.

Como já foi mencionado neste trabalho, o isolante utilizado é a lã de rocha por possuir baixa condutividade térmica. A Figura 4.6 mostra a parede cilíndrica do forno composta por uma camada de isolante térmico, neste caso a lã de rocha.



$$R_1 = 80\text{mm}$$

$$R_2 = 82\text{mm}$$

$$R_3 = 120\text{mm}$$

$$R_2 - R_1 = \text{Espessura aço inox} = 2\text{mm}$$

$$R_3 - R_2 = \text{Espessura lã de rocha} = 38\text{mm}$$

Figura 4.6 - Esquema das dimensões do forno.

A Figura 4.7 mostra o gráfico da condutividade térmica da lã de rocha versus temperatura.

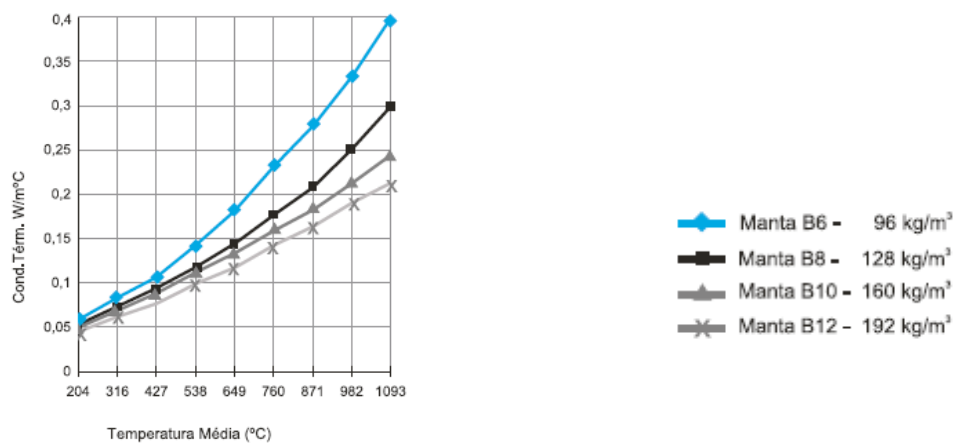


Figura 4.7 - Condutividade térmica de quatro tipos de lã de rocha para várias temperaturas.

Fonte: www.unifrax.com.br, acessado em 20/07/2010

A resistência térmica da lã de rocha foi calculada a partir da realização da média aritmética dos valores da condutividade térmica contida no gráfico da Figura 4.7, resultando no valor de: $K_{lã} = 0,15 \text{ W/m}^\circ\text{C}$

Diante desta média foi possível efetuar o cálculo da resistência térmica a partir da seguinte expressão:

$$RT_{l\grave{a}} = \frac{\ln \frac{R3}{R2}}{2\pi K_{l\grave{a}} \cdot L} \quad (4.6)$$

Fazendo as devidas substituições, encontramos que a resistência térmica da lã de rocha vale: $RT_{l\grave{a}} = 1,15^{\circ}\text{C}/\text{W}$ ou $RT_{l\grave{a}} = 1,15 \text{ K}/\text{W}$, significando que este material apresenta-se como um bom isolante térmico. Tendo em vista que permite uma queda de temperatura através da parede do forno consideravelmente elevada, ou seja, têm-se temperaturas amenas na carcaça do forno.

Pode-se encontrar também o valor da resistência térmica da lã de rocha para cada temperatura específica da seguinte forma: elabora-se uma Tabela com os valores das temperaturas e condutividades térmicas da Figura 4.7 utilizando o programa Origin e escolhe-se uma função mais adequada para os pontos, fazendo isso se torna possível encontrar a condutividade térmica do isolante térmico para qualquer temperatura requisitada, tornando esta pesquisa com resultados mais consistentes. Na Figura 4.8 segue a curva gerada no Origin para obtenção das condutividades térmicas da lã de rocha o qual se faz necessário para se efetuar os cálculos da resistência térmica da lã de rocha para diferentes temperaturas.

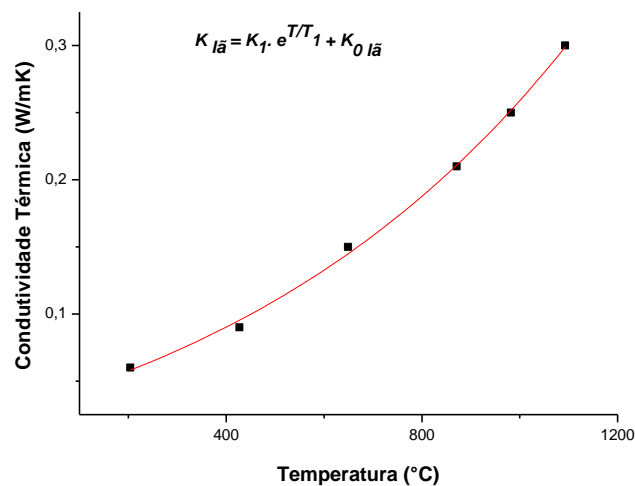


Figura 4.8 - Condutividade térmica da lã de rocha versus temperatura.

A Figura 4.9 mostra o forno tubular rotativo de lâmpadas halógenas com os instrumentos de medição acoplados.



Figura 4.9 - Forno com termopares acoplados para obtenção das medidas: carcaça metálica, placa refletora e centro no interior do forno.

É importante destacar que todas as medidas de temperatura foram realizadas após a carcaça metálica do forno atingir seu estado permanente, num primeiro teste foi efetuada uma programação de 2 horas, com taxa de aquecimento $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ a temperaturas de programação de 100°C a 700°C .

Foram instalados três termopares: o primeiro foi instalado com inclinação, encostado a placa refletora no interior do forno, o segundo termopar foi instalado na fechadura do forno para detectar a temperatura na carcaça deste, o último termopar foi inserido no centro do forno. Em seguida, aguardou-se até que a temperatura chegasse ao estado estacionário para a realização da leitura dos três termopares com o propósito de executar cálculos que permitissem mostrar a eficiência do forno quanto à perda de calor.

Analisando o resultado da instalação efetuada, verificou-se que o valor de temperatura medido na placa refletora divergia da mesma temperatura obtida através dos cálculos. Vários fatores podem ter contribuído para esta divergência de resultado: o primeiro deles pode ter sido a calibração do termopar, o segundo pode estar relacionado com a resistência térmica de contato que ocorre quando duas superfícies condutoras

diferentes são colocadas em contato. Esta resistência ocorre quando os dois materiais não possuem um perfeito contato, havendo uma camada de fluido entre eles que nesta pesquisa é o ar. Outro ponto de influência consistiu numa única leitura de temperatura na parte externa do forno. Apesar das medidas obtidas não terem sido aproveitadas para o cálculo da perda de calor, essas medidas foram utilizadas para obter o intervalo de tempo em que o forno conseguiu atingir o estado estacionário para os dois termopares em análise para cada temperatura de programação, conforme mostra Tabela 6.2.

4.3.2 Primeiro Modelo Utilizado para Caracterização do Forno

A temperatura na carcaça metálica do forno foi calculada a partir da realização da média aritmética dos 15 valores medidos conforme indica a Figura 4.10. Este procedimento foi adotado com o propósito de conseguir uma temperatura mais representativa da parte externa do forno. Essas medidas de temperatura foram efetuadas para as seguintes temperaturas de programação: 100°C, 300°C, 500°C e 700°C. É importante relatar que neste teste um dos termopares utilizados ficou junto à placa refletora com o intuito de obter a temperatura da referida placa para a realização dos cálculos.

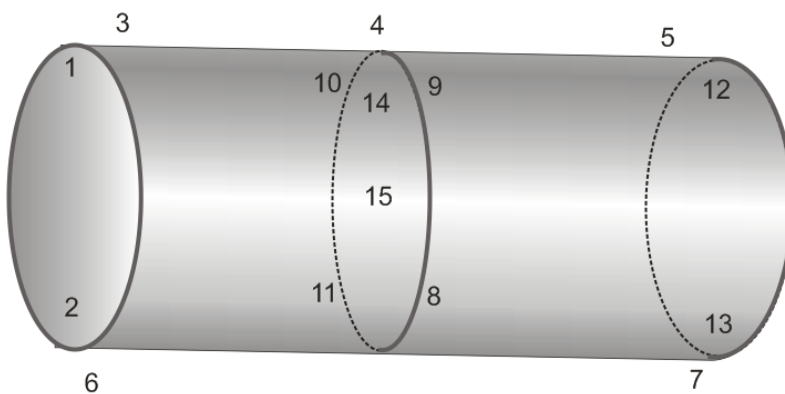


Figura 4.10: Ilustração dos pontos em que foi efetuada a medição de temperatura externa do forno

O primeiro modelo consiste em encontrar a transferência de calor por convecção e a partir daí obter a transferência de calor por condução de posse da

transferência por radiação considerando coeficiente de emissividade 0,17 para o aço inox. É importante destacar que foi considerado o estado estacionário.

A fim de estudar a perda de transferência de calor e o fluxo de calor por convecção e condução deve-se levar em conta os seguintes fatores: $Nu = f(Gr, Pr)$ para convecção natural onde Nu é o número de Nusselt, Gr é o número de Grashof e Pr o número de Prandtl, sendo todas grandezas adimensionais.

O Número de Nusselt representa o gradiente de temperatura adimensional na superfície e fornece uma medida do coeficiente de transmissão de calor por convecção. Já o Grashof equivale a medida da razão entre forças de empuxo térmica e forças viscosas na camada limite de velocidade enquanto o Prandtl fornece uma medida da efetividade relativa dos transportes, por difusão, de momento e de energia no interior das camadas limite de velocidade e térmica.

Para descobrir se o sistema se encontra no regime laminar ou turbulento deve-se calcular o produto $(Gr_L Pr)'$, $(Gr_L Pr)$ e o valor de Gr_D e depois verificar se o resultado obtido encontra-se dentro da faixa de restrição para regime laminar.

É válido ressaltar que o Nu para regime laminar pode ser encontrado através da seguinte fórmula:

$$Nu_l = \frac{hL}{K}$$

A restrição para regime laminar de acordo com a literatura [Fonte: Kreith, F.; Bohn, M. S. Princípios de transferência de calor, 2003] é:

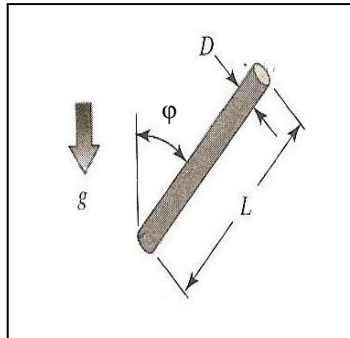
$$9,88 \times 10^7 \leq Gr_L Pr \leq (Gr_L Pr)'$$

De acordo com a Figura 4.11, a correlação para cilindro inclinado de comprimento L é:

$$Nu_l = [2,9 - 2,32 \times (\sin \varphi)^{0,8}] \times (Gr_D)^{-\frac{1}{12}} [Gr_L Pr]^{\frac{1}{4} + \frac{1}{12}(\sin \varphi)(1,2)} \quad (4.7)$$

$$Nu_l = [2,9 - 2,32 \times (\sin \varphi)^{0,8}] \times (Gr_D)^{-\frac{1}{12}} [Gr_L Pr]^{\frac{1}{4} + \frac{1}{12}(\sin \varphi)(1,2)}$$

Cilindro inclinado de comprimento L



Laminar:

$$9,88 \times 10^7 \leq Gr_L Pr \leq (Gr_L Pr)'$$

$$1,08 \times 10^4 \leq Gr_D \leq 6,9 \times 10^5$$

$$N_{ul} = [2,9 - 2,32(\text{sen}\phi)^{0,8}] \times (Gr_D)^{-1/12} [Gr_L Pr]^{1/4 + 1/12(\text{sen}\phi)} \quad (1,2)$$

Figura 4.11 - Ilustração da geometria, equação de correlação e restrição do sistema.

Fonte: Kreith, Frank. Princípios de transferência de calor, 1992.

Portanto, para que o sistema se encontre no regime laminar é necessário obedecer a restrição acima.

O cálculo do Grashof utilizando o comprimento do forno pode ser obtido através da Equação 4.8.

$$Gr_L = g\beta' L^3 \Delta T / \nu^2 \quad (4.8)$$

onde,

g - aceleração da gravidade

β' - coeficiente de expansão volumétrica

L - comprimento do forno

ΔT - variação de temperatura

ν - viscosidade cinemática

Para a temperatura de programação 100°C temos um valor de temperatura média na carcaça do forno $T_2=35,2^\circ\text{C}$. Sabendo que $T_2=35,2^\circ\text{C}$; Temperatura ambiente $T_\infty=30^\circ\text{C}$ temos:

$$T = (T_2 + T_\infty) / 2 = (35,2 + 30) / 2 = 32,6^\circ\text{C}$$

$$\Delta T = (T_2 - T_\infty) = 5,2^\circ\text{C}$$

A partir dos valores de temperaturas e $g\beta'/\nu^2$ correspondentes retirados da Tabela 4.2, inseriu-se os referidos valores no Origin, com o propósito de obter uma função adequada aos pontos. Daí encontrou-se $g\beta'/\nu^2$ para $T_2 = 35,2^\circ\text{C}$ e esta função permite encontrar $g\beta'/\nu^2$ para qualquer temperatura requisitada a partir do gráfico gerado conforme mostra Figura 4.12.

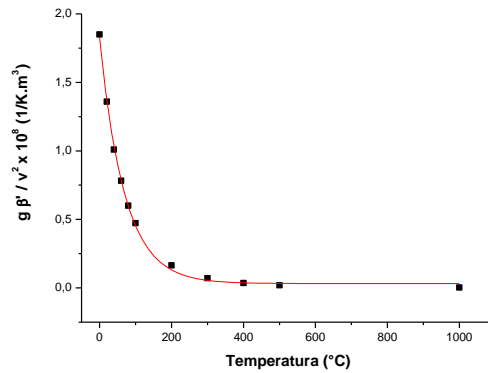


Figura 4.12 - Gráfico gerado a partir dos valores de $g\beta'/v^2$ e temperatura extraído da tabela 4.2.

Portanto para $T_2=35,2^\circ\text{C}$ tem-se $g\beta'/v^2=1,15 \times 10^8$ de acordo com a função encontrada.

$$\text{Gr}_L = g\beta' L^3 \Delta T / \nu^2 = 1,15 \times 10^8 (0,35)^3 \times 5,2 = 0,256860 \times 10^8$$

$$\text{Gr}_L = 25,68 \times 10^6$$

O número de Prandtl é um valor tabelado, para esta temperatura temos $\text{Pr} = 0,71$

Tabela 4.2 - Propriedade Termodinâmica do Gás: ar seco à pressão atmosférica.

Temperatura, T		Densidade, ρ (kg/m^3)	Coefficiente de expansão térmica, $\beta \times 10^3$ ($1/\text{K}$)	Calor específico, c_p ($\text{J}/\text{kg K}$)	Condutividade térmica, k ($\text{W}/\text{m K}$)	Difusividade térmica, $\alpha \times 10^6$ (m^2/s)	Viscosidade absoluta, $\mu \times 10^6$ ($\text{N s}/\text{m}^2$)	Viscosidade cinemática, $\nu \times 10^6$ (m^2/s)	Número de Prandtl, Pr	$\frac{g\beta'}{\nu^2} \times 10^8$ ($1/\text{K m}^3$)	
°F	K	°C	$\times 6,243 \times 10^{-2}$ (lb_m/ft^3)	$\times 0,5556$ ($1/\text{R}$)	$\times 2,388 \times 10^{-4}$ ($\text{BTU}/\text{lb}_m \text{ }^\circ\text{F}$)	$\times 0,5777$ ($\text{BTU}/\text{h ft }^\circ\text{F}$)	$\times 3,874 \times 10^4$ (ft^2/h)	$\times 0,6720$ ($\text{lb}_m/\text{ft s}$)	$\times 3,874 \times 10^4$ (ft^2/h)	$\times 1,573 \times 10^{-2}$ ($1/\text{R ft}^3$)	
32	273	0	1,252	3,66	1,011	0,0237	19,2	17,456	13,9	0,71	1,85
68	293	20	1,164	3,41	1,012	0,0251	22,0	18,240	15,7	0,71	1,36
104	313	40	1,092	3,19	1,014	0,0265	24,8	19,123	17,6	0,71	1,01
140	333	60	1,025	3,00	1,017	0,0279	27,6	19,907	19,4	0,71	0,782
176	353	80	0,968	2,83	1,019	0,0293	30,6	20,790	21,5	0,71	0,600
212	373	100	0,916	2,68	1,022	0,0307	33,6	21,673	23,6	0,71	0,472
392	473	200	0,723	2,11	1,035	0,0370	49,7	25,693	35,5	0,71	0,164
572	573	300	0,596	1,75	1,047	0,0429	68,9	29,322	49,2	0,71	0,0709
752	673	400	0,508	1,49	1,059	0,0485	89,4	32,754	64,6	0,72	0,0350
932	773	500	0,442	1,29	1,076	0,0540	113,2	35,794	81,0	0,72	0,0193
1832	1273	1000	0,268	0,79	1,139	0,0762	240	48,445	181	0,74	0,00236

Fonte: Raznjevič, K. *Handbook of Thermodynamic Tables and Charts*. Nova York, McGraw-Hill, 1976.

Fonte: Kreith, Frank. *Princípios de transferência de calor*, 1992.

O produto $\text{Gr}_L \cdot \text{Pr} = 25,68 \times 10^6 \times 0,71 = 18,23 \times 10^6$

$$\text{Gr}_L \cdot \text{Pr} = 18,23 \times 10^6$$

$(Gr_L.Pr)' = 2,6 \times 10^9 + 1,1 \times 10^9 \times \text{tg } \varphi$ como a inclinação do forno é de 45° , efetuando os devidos cálculos obtemos:

$$(Gr_L.Pr)' = 3,7 \times 10^9.$$

Como o valor de $Gr_L.Pr$ encontra-se abaixo do limite inferior de restrição para o regime laminar, efetuou-se assim os cálculos de transferência de calor para o regime laminar e não para o turbulento. É válido ressaltar que é necessário encontrar Gr_D para efetuar o cálculo de Nusselt.

$$Gr_D = g\beta'D^3\Delta T/v^2 = 1,15 \times 10^8 \times (0,24)^3 \times (5,2) = 8,27 \times 10^6.$$

A correlação para o número de Nusselt para regime laminar é:

$$Nul = [2,9 - 2,32 \times (\sin \varphi)^{0,8}] \times (Gr_D)^{-\frac{1}{12}} [Gr_L Pr]^{\frac{1}{4} + \frac{1}{12}(\sin \varphi)(1,2)}$$

Efetuando as devidas substituições temos:

$$Nul = 64,86.$$

A seguir tem-se um gráfico da condutividade térmica versus temperatura na Figura 4.13, os pontos contidos neste gráfico são referentes aos valores contidos na Tabela 4.2, o qual permite encontrar a condutividade térmica do ar para qualquer valor de temperatura a partir de um ajuste por uma função do tipo: $K = K_1 e^{T/T_1} + K_0$.

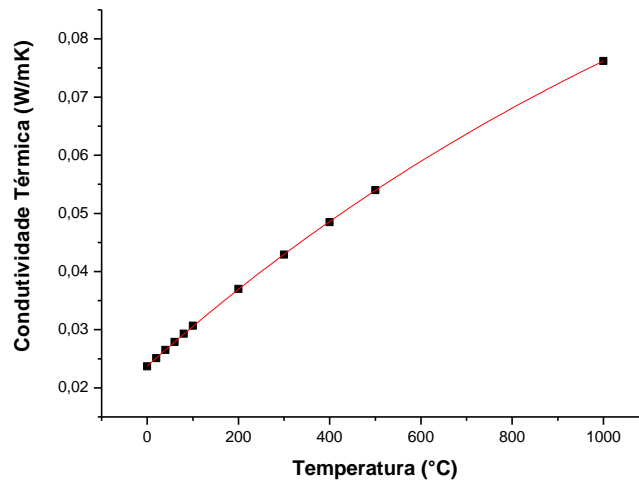


Figura 4.13 - Condutividade térmica do ar versus temperatura extraído da tabela 4.2.

A partir de Nu_L pode-se encontrar o coeficiente convectivo da seguinte forma: $Nu_L = hL/K$ onde K é a condutividade térmica para a temperatura de $35,2^\circ\text{C}$, assim tem-se:

$$h = 64,86 \times 0,026 / 0,35 = 4,82 \text{ W/m}^2\text{K}.$$

Para a temperatura de programação 100°C a taxa de transferência de calor por convecção é encontrada da seguinte forma:

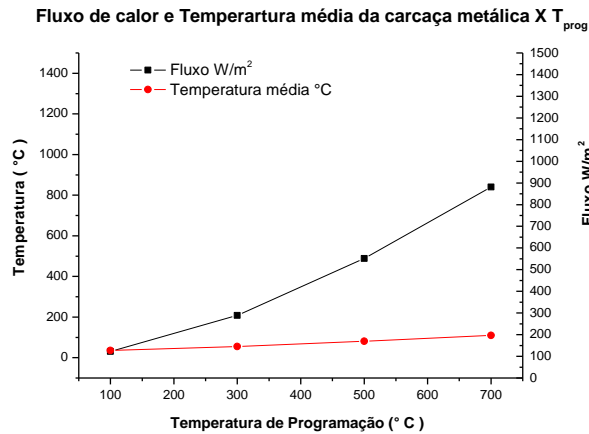
$$q_{\text{conv}} = hA(T_2 - T_\infty) = 4,82 \times 0,35 \times (35,2 - 30) = 8,77\text{W}.$$

Para a temperatura de programação 100°C , o fluxo de calor por convecção, ou seja, a perda de calor por unidade de área é:

$$q/A = h\Delta T = 4,82 \times (35,2 - 30) = 25,06\text{W/m}^2.$$

Portanto, deve-se executar o mesmo procedimento, já demonstrado, para temperaturas de programação de 300°C , 500°C e 700°C com o propósito de adquirir os valores de $g\beta'/\nu^2$ correspondentes às temperaturas na carcaça metálica do forno.

A seguir é mostrado um gráfico na Figura 4.14 representando o fluxo de calor versus temperatura média da carcaça metálica do forno sob temperatura de programação de 100°C , 300°C , 500°C e 700°C .



Temp.programação (°C)	100	300	500	700
Temperatura média da carcaça metálica (°C)	35,2	55,4	81,2	109,8
Fluxo q _{conv} (W/m²)	30,81	208,18	488,25	841,10

Figura 4.14 - Fluxo de calor por convecção, temperatura da carcaça metálica versus temperatura de programação 100°C ,300°C, 500°C e 700°C.

4.3.3 Transmissão de calor pela radiação

Sabe-se que a temperatura do corpo que emite energia térmica comanda a emissão de radiação térmica. Um corpo negro tanto emite quanto absorve energia radiante, a qualquer temperatura, ele emite e absorve a máxima quantidade de energia possível de radiação em qualquer comprimento de onda. Como uma grande parte das superfícies encontradas nas aplicações da engenharia não possui o mesmo comportamento de um corpo negro, utiliza-se as propriedades de radiação de superfícies não-negras para distingui-las, tais propriedades são quantidades adimensionais, como emissividade e a absorptância as quais relacionam as características de emissão e absorção de uma superfície com as de um corpo negro.

De acordo com Kreith (1977), a troca de energia por meio de radiação é o mecanismo de fluxo de calor predominante a altas temperaturas, pois a quantidade de calor trocada por unidade de tempo depende da quarta potência da temperatura absoluta. Encontra-se a transferência de calor por radiação da seguinte forma:

$$q_{rad} = A\varepsilon'\sigma(T_2^4 - T_\infty^4) \tag{4.9}$$

Sendo:

A= Área do forno

ε' = emissividade

σ = constante de Stefan-Boltzmann ($5,67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2$)

T_2 = Temperatura da carcaça metálica

T_∞ = Temperatura ambiente.

Tabela 4.3 - Valores da literatura para coeficiente de emissividade do aço inoxidável.

Descrição Composição	Emissividade ε' a várias Temperaturas (K)					
	100	200	300	400	600	800
Aço Inoxidável						
Aço inox polido	0,17	0,17	0,19	0,23	0,30	
Aço inox limpo	0,22	0,22	0,24	0,28	0,35	
Aço inox ligeiramente oxidado				0,33	0,40	
Aço inox muito oxidado				0,67	0,70	0,76
Aço inox com oxidação estável (AISI 347)			0,87	0,88	0,89	0,90

Fonte: Incropera, Frank P. Fundamentos de transferência de calor e massa, 1992.

De acordo com tabela acima considera-se coeficiente de emissividade do aço inox polido $\varepsilon'=0,17$ já que a temperatura externa do forno não ultrapassa o valor de 200°C.

Para $T_{\text{prog}}=100^\circ\text{C}$

$$q_{\text{rad}} = A\varepsilon'\sigma (T_2^4 - T_\infty^4) = 0,35 \times 0,17 \times 5,67 \times 10^{-8} (308,2^4 - 303^4) = 2,0 \text{ W}$$

$$q_{\text{rad}}/A = 5,72 \text{ W/m}^2.$$

Portanto, o fluxo de calor total compreende o somatório do fluxo de calor decorrente da convecção e do fluxo de calor decorrente da irradiação de energia, devendo-se realizar este procedimento para temperatura de programação 100°C, 300°, 500°C e 700°C, conforme equação a seguir e Tabela 6.6.

$$q_{\text{conv}}/A + q_{\text{rad}}/A = 25,08 + 5,73 = 30,81 \text{ W/m}^2$$

Como os testes foram realizados no regime estacionário, ou seja, não ocorre mudança de temperatura com o tempo, temos que a transferência de calor por convecção é a mesma por condução. Daí torna-se fácil o cálculo de temperatura da parte interna da carcaça do forno feita em aço inox 304.

Observa-se a seguir os cálculos para obtenção de Temperatura da parte interna da carcaça metálica do forno referente a $T_{prog}=100^{\circ}C$ $T_2= 35,2^{\circ}C$.

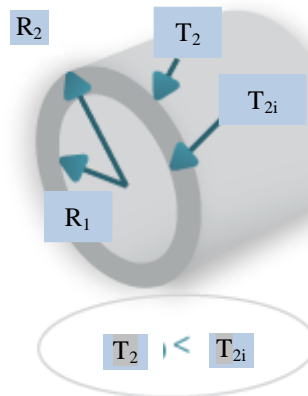


Figura 4.15 - Ilustração da temperatura externa e interna do forno.

Sabe-se que a condutividade $K_{aço}=14,4$ W/mK para $20^{\circ}C$, $K_{aço}=16,2$ W/mK para $100^{\circ}C$ e $K_{aço}= 21,5$ W/mK para $500^{\circ}C$, conforme a literatura. Deve-se realizar interpolação para obter as condutividades térmicas para cada temperatura de programação com o propósito de efetuar o cálculo da resistência térmica do aço.

Admitindo-se que $K_{aço}= 14,4$ W/mK para $20^{\circ}C$, $K_{aço}= 16,2$ W/mK para $100^{\circ}C$ e $K_{aço}= 21,5$ W/mK para $500^{\circ}C$ encontra-se o coeficiente angular e após, utiliza-se a equação da reta para encontrar o valor da condutividade térmica para $T_2= 35,2^{\circ}C$ da seguinte forma:

$$m = (Y_1 - Y_0)/(X_1 - X_0) = (16,2 - 14,4)/(100 - 20) = 0,0225$$

e

$$Y - Y_0 = m(X - X_0) = Y - 14,4 = 0,0225(35,2 - 20)$$

$$Y = 14,74.$$

$$K_{aço} = 14,74 \text{ W/mK (Condutividade Térmica do aço inox para } T_2 = 35,2^{\circ}C)$$

$$RT_{aço} = \ln(122/120)/2\pi \cdot 14,74 \cdot 0,35 = 5,10 \times 10^{-4} \text{ K/W.}$$

Portanto,

$$RT_{aço} = 5,10 \times 10^{-4} \text{ K/W (resistência térmica do aço inox de espessura 0,2cm).}$$

Deve-se realizar este procedimento para todos os valores de temperatura de programação com o propósito de obter os valores da resistência térmica do aço para cada temperatura de programação, conforme Tabela 6.8.

Como a resistência térmica da carcaça metálica do forno é da ordem de 10^{-4} , ou seja, muito pequeno, este valor não terá influência nos cálculos da temperatura externa do isolamento térmico, sendo possível desprezá-la.

Como se trata de regime estacionário tem-se que $q_{cond} = q_{conv} + q_{rad}$. Daí pode-se encontrar a temperatura T_{2i} . De acordo com valor encontrado anteriormente tem-se que $q_{conv} = 8,77W$ para $T_2 = 35,2^\circ C$. Assim,

$$\begin{aligned} q_{cond} &= q_{conv} + q_{rad} \\ \frac{(T_{2i} - 35,2)}{5,10 \times 10^{-4}} &= 8,77 + 2,0 \\ T_{2i} &= \left[(8,77 + 2,0) \times 5,10 \times 10^{-4} \right] + 35,2 = 35,2054^\circ C. \end{aligned}$$

Após os cálculos, de acordo com a temperatura encontrada (T_{2i}) verifica-se que a diferença obtida entre T_{2i} e T_2 é muito baixa, corroborando a afirmação quanto a resistência térmica do aço ser desprezível.

Os resultados dos cálculos realizados mostram que houve um acréscimo insignificante em relação à temperatura da carcaça metálica do forno, apresentando um baixo gradiente de temperatura, significando que a influência do aço inox na perda de calor é mínima, ou seja, a temperatura externa do forno é aproximadamente a mesma do lado de dentro do forno encostado a lã de rocha, podendo ser desconsiderada a resistência térmica do aço.

É válido destacar que foi realizado o cálculo da temperatura interna do aço referente à temperatura de programação $100^\circ C$, $300^\circ C$, $500^\circ C$ e $700^\circ C$, conforme Tabela 6.8.

A transferência de calor do revestimento metálico e armação exterior para o ar ambiente em um forno a resistência é calculada levando-se em conta as expressões para convecção e radiação, dada por:

$$P_p = a(T_4 - T_a) + 5,67 \varepsilon' \left[\left(\frac{T_4 + 273}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_a + 273}{100} \right)^4 \right] (W / m^2) \quad (4.10)$$

A Tabela 4.4 mostra os valores para as perdas totais de um forno a resistência elétrica levando em consideração somente dois princípios de transferência de calor, a convecção e a radiação.

Tabela 4.4: Perdas totais de um forno a resistência levando em conta convecção e radiação.

Perdas Totais por revestimentos metálicos pintados $T_a = 27^\circ\text{C}$ e emissividade $\varepsilon' = 0,9$

Temperatura $^\circ\text{C}$	Perdas W/m^2	Temperatura $^\circ\text{C}$	Perdas W/m^2	Temperatura $^\circ\text{C}$	Perdas W/m^2
40	130	75	610	110	1230
45	190	80	690	115	1330
50	250	85	770	120	1440
55	320	90	860	125	1540
60	390	95	950	130	1650
65	460	100	1040	135	1760
70	530	105	1140	140	1880

Fonte: Dantas, E. Fornos Elétricos de Resistências Teoria Geral, 2008.

Para o forno tubular utilizando lâmpadas halógenas como fonte de aquecimento, adotando ε' (coeficiente da emissividade do aço inox) = 0,17 para a temperatura de programação variando nos valores 100°C , 300° , 500°C e 700°C encontram-se os resultados dispostos na Tabela 6.6 para perda total por revestimento metálico, considerando apenas a convecção e a radiação para efeito de comparação com o forno a resistência. A temperatura ambiente medida através do termopar durante os testes foi de 30°C .

4.3.4 Segundo Modelo Utilizado para Caracterização do Forno

Este modelo permite encontrar primeiramente a transferência de calor por condução e somente após obter a transferência de calor por convecção já que a transferência de calor por radiação também é obtida considerando coeficiente convectivo 0,17.

Utilizou-se outro modelo para efetuar os cálculos quanto à perda de calor no forno de lâmpadas halógenas. Para esta abordagem utilizou-se somente a contribuição da área lateral do forno que consistiu de $0,26\text{m}^2$. Diante da equação de condução descrita abaixo foi possível encontrar o coeficiente convectivo. De acordo com equação gerada pelo origin na Figura 4.8, sabe-se que $K = K_1 e^{T/T_1} + K_0$; onde $K_1 = a$; $1/T_1 = b$; e $K_0 = c$.

$$T_{\text{prog}} = 100^{\circ}\text{C}$$

Da Lei de Fourier em sistema cilíndrico tem-se que o calor transmitido por condução por unidade de tempo, pode ser expresso por:

$$q_{\text{cond}} = -K(2\pi rL) \frac{dT}{dr}$$

$$q_{\text{cond}} = -2\pi rL(a \cdot e^{Tb} + c) \frac{dT}{dr}$$

$$q_{\text{cond}} \frac{dr}{r} = [-2\pi L(ae^{Tb}) - 2\pi Lc] dT$$

$$\int_{r_2}^{r_1} q_{\text{cond}} \cdot \frac{dr}{r} = \int_{T_2}^{T_1} -2\pi L(a \cdot e^{Tb}) dT - \int_{T_2}^{T_1} 2\pi Lc dT$$

Separando as variáveis e integrando entre T_2 a r_2 e T_1 a r_1 , chega-se à equação abaixo, é importante ressaltar que a , b e c são valores já determinados pelo gráfico da Figura 4.8.

$$q_{\text{cond}} \cdot \ln \frac{r_1}{r_2} = -2\pi Lc (T_1 - T_2) - 2\pi L \frac{a}{b} (e^{T_1 b} - e^{T_2 b})$$

em que

$$q_{\text{cond}} = \frac{-2\pi Lc (T_1 - T_2) - 2\pi L \frac{a}{b} (e^{T_1 b} - e^{T_2 b})}{\ln \left(\frac{r_1}{r_2} \right)}$$

A equação acima mostra que o calor transmitido radialmente por unidade de tempo varia diretamente com L (comprimento do forno), com K (condutividade térmica), a diferença de temperatura entre as superfícies internas e externas, e inversamente com o logaritmo natural da razão entre os raios interno e externo.

A partir do valor obtido para a taxa de transferência de calor por condução (q_{cond}) e a taxa de transferência de calor por radiação (q_{rad}) torna-se possível encontrar o coeficiente convectivo utilizando a equação 4.1. Realizando as devidas substituições tem-se:

$$q_{\text{cond}} = 10,17\text{W}$$

$$q_{cond} = q_{conv} + q_{rad}$$

$$q_{conv} = q_{cond} - q_{rad}$$

$$hA\Delta T = 10,17 - 2$$

$$h = \frac{8,17}{A \cdot \Delta T}$$

$$h = \frac{8,17}{0,26 \times (35,2 - 30)}$$

$$h = 6,04 \frac{W}{m^2 \cdot K}$$

A Tabela 4.5 apresentada mostra os valores do coeficiente convectivo para cada temperatura de programação especificada. É importante destacar que a partir dos valores de “h” foi possível encontrar a transferência de calor por convecção, usando a Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Coeficiente convectivo por temperatura.

T_{prog} (°C)	Temperatura da				
	carcaça metálica (°C)	q_{cond} (W)	q_{rad} (W)	q_{conv} (W)	h (W/m ² K)
100	35,2	10,17	2,00	8,17	6,04
200	55,4	64,08	10,82	53,26	8,07
500	81,2	157,02	24,69	132,33	9,94
700	109,8	296,44	44,07	252,37	12,16

A Tabela 4.5 mostra as transferências de calor por condução, convecção e radiação, como também os valores encontrados para cada temperatura de programação com suas respectivas temperaturas na carcaça metálica do forno. Os resultados obtidos apresentaram-se satisfatórios tendo em vista que o fluxo de calor (W/m²) foi bem inferior quando comparado aos valores obtidos para o forno a resistência elétrica (Tabela 4.4). Ou seja, já que o fluxo apresentou um bom resultado, sendo W/m², logo a transferências de calor (W) pode ser considerada satisfatória.

O gráfico da Figura 4.16 representa o comportamento da transferência de calor por condução em relação a temperatura de programação, sendo que sua construção partiu dos valores encontrados através do segundo modelo utilizado para caracterizar o forno.

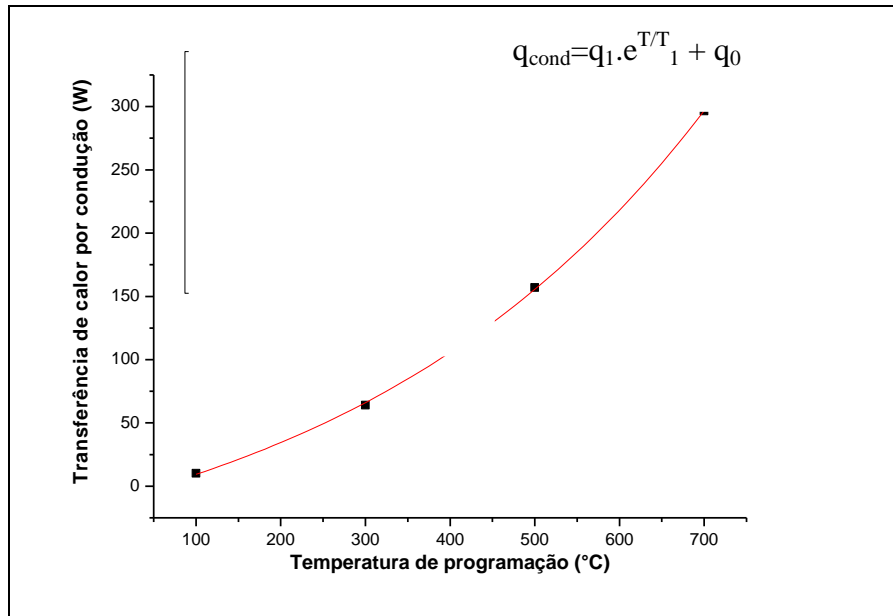


Figura 4.16 - Taxa de transferência de calor por condução versus temperatura de programação.

4.4 Temperatura Interna e Externa no Isolamento Térmico

Considerando desprezível a resistência térmica do aço inox, pode-se afirmar que a temperatura medida, através do termopar, na placa refletora corresponde à temperatura interna do isolante térmico, assim como a temperatura medida na carcaça metálica corresponde à temperatura externa da lã de rocha. Daí foi possível encontrar a temperatura interna e externa no isolante térmico para cada temperatura de programação.

4.5 Tempo de Aquecimento

Com o propósito de conhecer a temperatura em que a amostra se encontra durante as temperaturas de calcinação, ou seja, a temperatura dentro do tubo de alumina,

realizou-se um teste inserindo um termopar dentro dele quando o forno foi programado a 100°C, 300°C, 500°C e 700°C com taxa de 10°C/min por duas horas para cada temperatura de programação. Esse teste foi realizado tanto no forno a resistência como no forno de lâmpadas halógenas, e posteriormente comparou-se os resultados obtidos nos dois equipamentos, conforme Tabelas 6.10 e 6.11.

5 Testes do Forno

5.1 Preparação de amostras

Foram preparadas duas amostras NiO e NiFe₂O₄, e para cada uma foi mantida fixa a quantidade de massa e o tempo, variando apenas a temperatura de calcinação. Na primeira amostra, o sal de cloreto NiCl₂.6H₂O (cloreto de níquel hexahidratado) e gelatina comercial (GELITA[®]) foram dissolvidos em água destilada, agitados constantemente à temperatura de 70 °C .

As amostras foram secas em uma estufa na temperatura de 100°C por aproximadamente dois dias. Em seguida, estas amostras foram maceradas e calcinadas. As temperaturas de calcinação utilizadas foram de 350°C e 400°C. Após a calcinação, os produtos finais foram lavados com peróxido de hidrogênio (H₂O₂), aproximadamente 20mL, para a completa retirada de matéria orgânica e, em seguida, água destilada para eliminar fases cristalinas indesejáveis, que são formadas essencialmente por sais, sendo que este processo de lavagem foi realizado três vezes.

A fim de obter a medida de difração de raios-X, as amostras foram maceradas e depositadas em um substrato de silício (*zero background*) contendo uma pequena quantidade de pasta de silicone para fixação, seguindo o procedimento descrito acima e cujo fluxograma é mostrado na Figura 5.1 para o óxido de níquel.

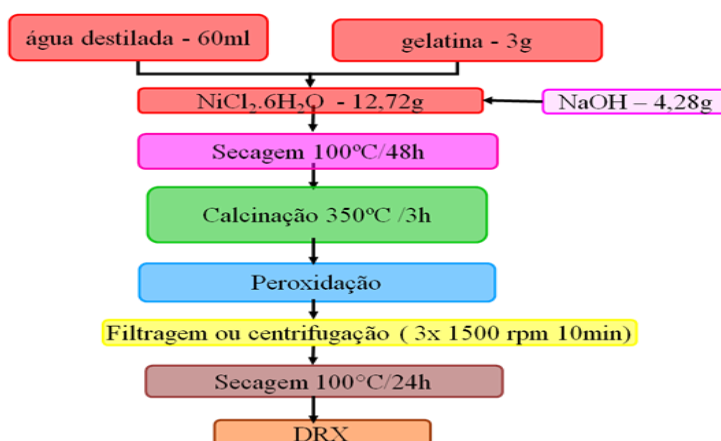


Figura 5.1 - Fluxograma da obtenção das nanopartículas de Óxido de Níquel.

A amostra de ferrita de níquel foi cedida por uma aluna de doutorado do laboratório de raios-x que também fez uso da gelatina na sua preparação. Com o propósito de analisar a eficiência do forno de lâmpadas halógenas foi calcinada a ferrita de níquel a temperatura de 400°C por 2h. Todas as etapas presentes na amostra de óxido de níquel foram realizadas conforme descreve o fluxograma da Figura 5.2.

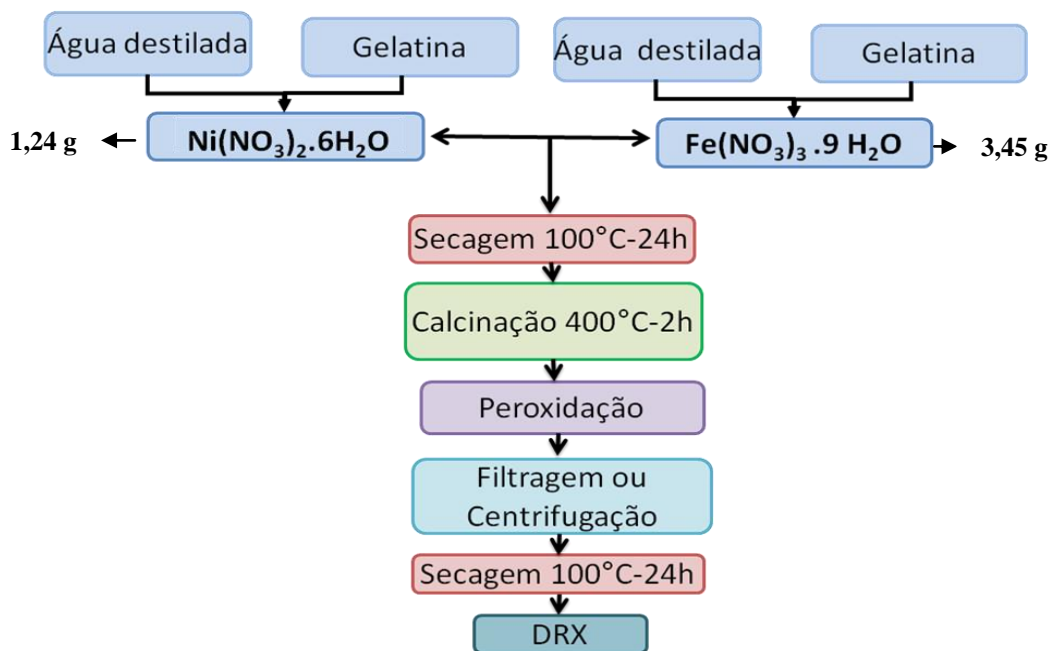


Figura 5.2 - Fluxograma da obtenção das nanopartículas de Ferrita de Níquel.

5.2 Síntese e Caracterização de Óxidos

5.2.1 Difratorômetro de Raios-X

O primeiro difratômetro utilizado na caracterização estrutural em amostras policristalinas foi o modelo DMAXB fabricado pela Rigaku (Japão); constituído de um gerador de raios-X com potência máxima de 2kW, com radiação policromática proveniente de um tubo de raios-X de cobre (comprimento de onda de $K\alpha_1=1,5405 \text{ \AA}$ e $K\alpha_2= 1,5417$) operando a 40kV/25mA; intervalo angular de 35° a 70°, com velocidade de varredura de 0,5°/min e um passo de 0,02° (2θ) em modo contínuo para amostra de NiO.

As medidas de difração de raios-X (DRX) foram obtidas também no difratômetro Panalytical (X'Pert Pro MPD). A radiação monocromática (monocromador de germânio) utilizada foi $K\alpha_1$ (Co) e o comprimento de onda foi 1,7889Å; intervalo de 20° a 120°, com velocidade 0,5°/min e um passo de 0,013° (2 θ), em modo contínuo.

O refinamento de estrutura das amostras foi conseguido a partir do método Rietveld que permite um ajuste dos parâmetros instrumentais e estrutura cristalina, previamente identificada. Este método é bastante utilizado como instrumento para obter informações estruturais de uma dada amostra. O refinamento Rietveld foi aplicado em todos os padrões de difração, Rietveld (1969).

Os softwares disponíveis utilizados na identificação e refinamento são respectivamente: X'Pert HighScore (identificação de fases cristalinas da Philips), Philips Analytical B.V (2001), DBWS-tools (refinamento de estrutura pelo método Rietveld), Bleicher, *et al.*, (2000). As larguras a meia altura dos picos de difração obtidos após os refinamentos, que são extraídos através do arquivo de saída gerado pelo próprio programa DBWS, foram usados para calcular o tamanho e a microdeformação da partícula, Williamson e Hall (1953).

É importante frisar que este forno é utilizado na calcinação e obtenção de amostras de óxidos mais homogêneos com dimensões nanométricas a partir do método sol-gel protéico, Maia (2005) e Nogueira (2005).

5.2.2 Equação de Scherrer

O tamanho da partícula D , pode ser calculado pela a equação de Scherrer conforme Equação 5.1, Azároff (1968).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (5.1)$$

onde k (é assumido $k=1$) (James, (1962)) é o coeficiente que depende da forma do cristal e do ponto no espaço recíproco, λ é o comprimento de onda que para radiação de cobre é (1,540Å) enquanto para radiação de cobalto é (1,7889Å), β é a largura a meia

altura (FWHM) e θ é o ângulo de Bragg. O parâmetro β_{exp} foi corrigido subtraindo a largura instrumental com o uso da equação:

$$\beta = \sqrt{\beta_{\text{exp}}^2 - \beta_{\text{inst}}^2}, \quad (5.2)$$

onde β_{exp} é a largura experimental e β_{inst} é a largura instrumental extraída de uma amostra padrão de LaB₆.

5.2.3 Gráfico Williamson-Hall (WH)

Segundo trabalho WH, a largura do pico de difração pode ser escrita como uma soma da largura provocada pela microdeformação e da largura provocada pelo tamanho da partícula. Explorando a linearidade do gráfico WH pode-se determinar os valores médios da microdeformação e do tamanho da partícula, esse último pode ser comparado com o valor obtido pela equação de Scherrer.

Obter parâmetros estruturais tais como: microdeformação que está relacionado com o coeficiente angular da reta, tamanho da partícula que está relacionado com o coeficiente linear da reta e homogeneidade da partícula que está relacionado com as largura angulares dos picos de difração através do gráfico de Williamson-Hall, Williamson e Hall (1953).

O referido gráfico é retirado a partir da seguinte equação:

$$\frac{\beta \cdot \cos \theta}{\lambda} = \frac{k}{D} + \frac{4\varepsilon \cdot \sin \theta}{\lambda}, \quad (5.3)$$

onde, β é a largura corrigida do pico de difração da amostra (FWHM); k é a constante ($k=1$); λ é o comprimento de onda; D é o tamanho da partícula e ε é a microdeformação. Pode-se verificar que a referida equação assume uma forma geral tal como:

$$Y = A + BX . \quad (5.4)$$

Na função acima, A é o coeficiente linear e B o coeficiente angular. Utilizando-se tal função podem-se encontrar os valores a serem aplicados nas equações a seguir a fim de encontrar o tamanho da partícula, como também a microdeformação, tendo-se:

$$A = \frac{1}{D} \text{ e } B = \frac{4\varepsilon}{\lambda} . \quad (5.5)$$

6 Resultados e Discussões

6.1 Caracterização do Forno

Foram realizados testes para a caracterização do forno, estudos quanto às trocas de calor convectiva entre as superfícies externa e ambiente, cálculos das transferências de calor por condução nas paredes do forno, assim como análise do interior do tubo de alumina. Neste contexto, efetuou-se cálculos referentes ao balanço térmico do forno, assim como alguns ajustes necessários com o propósito de reduzir as perdas térmicas. Por exemplo, a camada de massa refratária foi excluída tendo em vista que apresentou um rendimento insatisfatório sendo substituída por um acréscimo na camada de lã de rocha. As perdas através da parede do forno de lâmpada halógena (LH) tiveram uma redução de quase 50% em relação ao forno a resistência confirmando a eficiência do forno LH.

É importante destacar que os resultados encontrados foram obtidos utilizando-se apenas, aproximadamente, metade da potência das lâmpadas, pois embora sua capacidade máxima seja de 1000W, utilizou-se 572W, de cada uma. Este valor foi calculado a partir da medição da corrente elétrica total do circuito que foi de 13A, da disposição das lâmpadas em paralelo apresentando uma corrente de 2,6A para cada lâmpada e que a resistência de cada lâmpada é de $84,6\Omega$.

Quanto ao sistema de rotação, o resultado foi satisfatório e representou uma inovação em síntese de nanopartículas, gerada durante o período desta pesquisa.

Para facilitar a operação do forno foi adquirido o sistema mecânico de um rotoevaporador (marca Fisaton) que passou por processo de adaptação, sendo que este último equipamento já permite regulagem de velocidade de rotação do tubo sem utilização de software.

Com relação a placa refletora localizada no interior do forno, observou-se que apesar da realização de um teste feito anteriormente, a inserção do alumínio como placa refletora não trouxe resultados satisfatórios com temperaturas acima de 400°C . Visto que, após uma seqüência de calcinações e testes realizados no forno LH nesta temperatura ocorreu a fusão quase total do alumínio, sendo necessária a sua substituição por um material mais resistente ao calor. Assim, o referido material foi substituído por

placas refletoras de aço inox polidas com o propósito de obter melhores resultados durante as sínteses, já que este material apresenta baixo coeficiente de emissividade permitindo assim um maior desempenho na reflexão de radiação infravermelha, emitida pelas lâmpadas halógenas, para o tubo de alumina. Após a realização de vários testes o material das placas refletoras encontraram-se em perfeito estado apresentando apenas pequenas deformações.

O tubo de alumina, onde a amostra é calcinada, apresentou-se como material resistente suportando todos os testes, entretanto ele é opaco não permitindo que a radiação infravermelha emitida pelas lâmpadas penetre totalmente dentro do tubo.

Com a realização de testes utilizando o forno tubular LH, foi detectada a necessidade de inserir um sistema de refrigeração (ver Figura 3.13) para os conectores que recebem as lâmpadas halógenas, pois estas foram danificadas após diversos testes, apresentando trincas nos soquetes das lâmpadas devido a dilatação do cimento de fixação. Isto ocasionou a quebra dos contatos e a interrupção do fluxo de corrente para as lâmpadas, bem como a queima de alguns terminais e lâmpadas devido a eletro corrosão.

Lujan (1991) afirma que é necessário um sistema de refrigeração nos fornos de processamento térmico rápido (RTP) para evitar uma possível transferência de calor para um local indesejável, além de permitir a proteção das peças que constituem a câmara de aquecimento. Por isso, a construção deste sistema foi de suma importância para o projeto como também para outros que precisam controlar o super aquecimento de locais e peças. Por este motivo foi estudado, projetado e construído um sistema de refrigeração à água. O sistema desenvolvido tem o objetivo de evitar um aquecimento excessivo nos conectores das lâmpadas, já que a elevada temperatura nesses conectores traz prejuízos para o funcionamento das lâmpadas, podendo até queimá-las. A refrigeração à água é utilizada para manter os conectores das lâmpadas refrigerados, a fim de manter os contatos numa temperatura segura para viabilizar o bom funcionamento da lâmpada. Também foi projetada e construída uma estrutura metálica com a finalidade de comportar todo o sistema de refrigeração, tais como: compressor, condensador, bomba d'água, tanque de resfriamento.

Antes da implantação do sistema de refrigeração as lâmpadas queimavam com maior facilidade, atualmente, elas são preservadas. Outro fator que influencia na preservação das lâmpadas é sua composição, assim buscando a certeza da composição

química da lâmpada halógena foi realizada uma fluorescência de raios-X conforme apresenta Figura 6.1, obtendo como resultado uma grande quantidade de silício, ver Tabela 6.1 o qual nos garantiu que a lâmpada é realmente feita de quartzo, sendo de fundamental importância este resultado já que este material possibilita uma resistência a choque térmico, como também, apresenta baixa pressão interna no tubo descartando assim o risco de explosão da lâmpada.

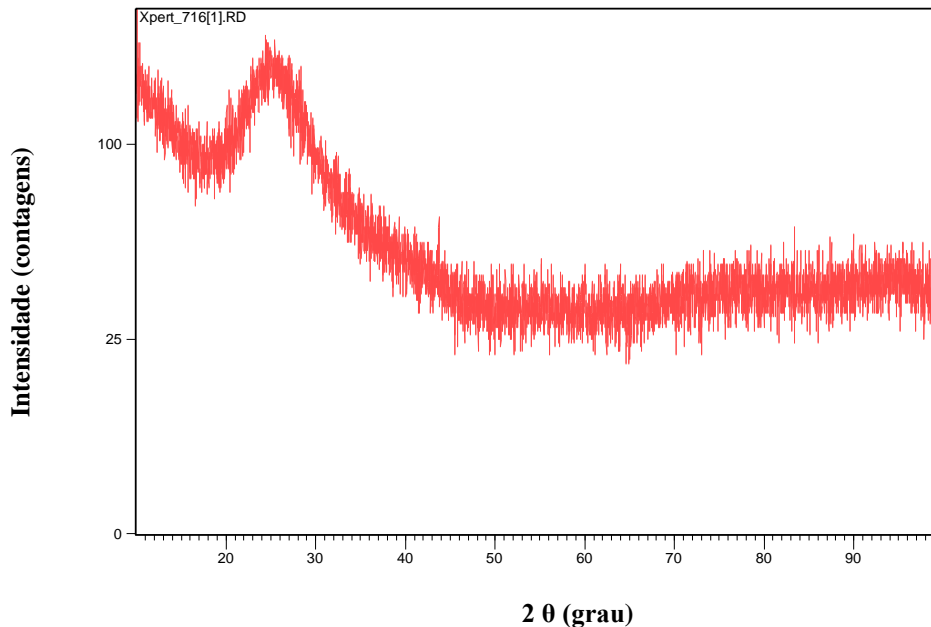


Figura 6.1- Difratograma de raios-X da lâmpada halógena de tungstênio - quartzo amorfo (sílica vítrea).

Tabela 6.1- Tabulação dos resultados da fluorescência da lâmpada halógena

Elemento	Concentração massa %
Si	96.838
Ca	1.2025
Al	0.6973
P	0.6861
K	0.3999
Ag	0.1383
Tc	0.0377

A Tabela 6.2 mostra os resultados obtidos quanto ao intervalo de tempo necessário para que o termopar inserido na fechadura do forno e o outro acostado à placa refletora registrem temperaturas estáveis, quando a programação do forno variar

de 100°C a 700°C. Por exemplo, programou-se a temperatura de 100°C obtendo-se a leitura estável dos termopares após 32 minutos.

Tabela 6.2 - Tabela referente ao intervalo de tempo obtido no estado estacionário para cada temperatura de programação.

Temperatura de programação (°C)	Intervalo de Tempo (min)
100	32
200	48
300	50
400	52
500	53
600	55
700	60

A Tabela 6.3 mostra os valores de $g\beta'/v^2$ em relação a temperatura de filme (temperatura de película) em que consiste na média aritmética da temperatura externa do forno e da temperatura de corrente livre (temperatura ambiente). Foi calculado $g\beta'/v^2$ para as respectivas temperaturas de programação estabelecidas, observou-se que os valores obtidos para $g\beta'/v^2$ encontraram-se todos dentro dos valores esperados, conforme estão listados na Tabela 4.2.

Tabela 6.3 - Tabulação referente aos resultados obtidos a partir da função gerada no Origin de 100°C, 300°C, 500°C e 700°C.

Temperatura de programação (°C)	$(T_2 + T_x) / 2$ (°C)	$g\beta'/v^2$ (x 10 ⁸)
100	32,6	1,15209929
300	42,7	0,99962261
500	55,6	0,83466541
700	69,9	0,68445280

A Tabela 6.4 apresenta valores obtidos a partir do primeiro modelo utilizado para caracterização do forno. Verifica-se que todos os valores obtidos são diretamente proporcionais a temperatura de programação, assim como a temperatura da carcaça externa do forno.

Tabela 6.4 - Tabulação referente aos resultados obtidos para temperaturas de 100°C, 300°C, 500°C e 700°C.

Temperatura programada (°C)	Temperatura carcaça(°C)	Gri*Pr (x 10 ⁶)	G rD (x 10 ⁶)	Nul	h (W/m ² *K)	q _{conv} (W)	q _{conv} /A (W/m ²)
100	35,2	18,23	8,28	64,85	4,82	8,77	25,06
300	55,4	77,29	35,09	91,42	6,98	62,04	177,26
500	81,2	130,09	59,07	103,46	8,16	146,19	417,68
700	109,8	166,27	75,50	109,68	8,95	249,96	714,17

Sabe-se que o valor do coeficiente convectivo, “h”, depende de vários fatores como da natureza e da velocidade do fluido, da geometria da superfície em contato com o fluido, como também de suas propriedades tais como: massa específica, temperatura, viscosidade, dentre outras. A Tabela 6.4 mostra que o coeficiente da transmissão de calor por convecção varia com a temperatura, ou seja, o coeficiente convectivo cresce a medida que a temperatura na carcaça metálica aumenta.

Diante dos resultados obtidos do coeficiente convectivo para cada valor de temperatura programada verificou-se que todos os valores obtidos encontram-se dentro do intervalo permitido para convecção natural de um gás conforme Tabela 6.5. Significando assim, que os cálculos realizados para obtenção do coeficiente convectivo para o forno de lâmpadas halógenas estão gerando valores coerentes com os indicados na literatura.

Tabela 6.5 - Valores da literatura para o coeficiente de transferência convectiva de calor.

Processo	Gás	Líquido
Convecção Natural (W/m ² K)	5-25	50-1.000
Convecção Forçada (W/m ² K)	25-250	50-20.000
Ebulição ou Condensação (W/m ² K)	2.500-100.000	

Fonte: Incropera & De Witt. Fundamentos de transferência de calor e de massa, 1992.

De acordo com a Tabela 6.6 pode-se verificar que os resultados obtidos para a perda de calor por unidade de área apresentaram-se bem inferiores quando comparados às perdas em um forno a resistência elétrica. Os valores obtidos no forno LH tiveram redução, aproximadamente, de 76,3%, 34,94%, 29,24% e 31,70% para o primeiro modelo e 71,44%, 26,33%, 16,01%, 10,85% para o segundo modelo em

relação ao forno a resistência, para as respectivas temperaturas de programação da referida tabela, sendo estes valores significativos para confirmar que o forno LH tem uma melhor eficiência energética.

Tabela 6.6 - Perdas totais de um forno de lâmpadas halógenas levando em conta convecção e radiação.

Perdas totais por revestimento metálico $T_{\infty}=30^{\circ}\text{C}$ e emissividade $\varepsilon'=0,17$.			
Temperatura de programação ($^{\circ}\text{C}$)	Temperatura na carcaça ($^{\circ}\text{C}$)	Perda total (W/m^2)	
		1° Modelo	2° Modelo
100	35,2	30,81	37,13
300	55,4	208,18	235,75
500	81,2	488,25	579,52
700	109,8	840,10	1096,56

Sabe-se que a condutividade térmica de qualquer material está intrinsecamente ligada à agilidade com que o calor fluirá através dele. De acordo com a Tabela 6.7 observa-se que quanto maior a temperatura na carcaça metálica maior a condutividade térmica, daí tem-se resistências térmicas baixas tornando o material com características condutoras. Observa-se ainda que pelo motivo da baixa resistência térmica que o aço inox possui tem-se que a temperatura na parte de dentro é praticamente a mesma na parte externa.

Tabela 6.7 - Tabulação dos resultados da condutividade, resistência térmica e temperatura interna do aço inox polido utilizado nesta pesquisa.

Temperatura de Programação ($^{\circ}\text{C}$)	Temperatura da Carcaça Metálica ($^{\circ}\text{C}$)	Condutividade Térmica (W/mK)	Resistência Térmica (K/W)	Temperatura Interna do Aço Inox ($^{\circ}\text{C}$)
100	35,2	14,70	$5,10 \times 10^{-4}$	35,2054
300	55,4	15,19	$4,94 \times 10^{-4}$	55,4359
500	81,2	15,77	$4,76 \times 10^{-4}$	81,2813
700	109,8	16,33	$4,60 \times 10^{-4}$	109,9352

Considerando que a resistência térmica do aço inox é desprezível, as temperaturas interna e externa da lã de rocha assumem os mesmos valores das temperaturas interna e externa do aço inox. Assim, observa-se na Tabela 6.8 que há

considerável diferença de temperatura entre a parte interna e externa. Conclui-se que o material isolante térmico (lã de rocha) é responsável pela contenção deste gradiente de temperatura.

Tabela 6.8 - Medição de temperatura: interna e externa do isolante térmico.

Temperatura programada (°C)	Temperatura Externa (°C)	Temperatura Interna(°C)	Diferença de Temperatura (°C)
100	35,2	80	44,8
300	55,4	267	216,6
500	81,2	469	387,8
700	109,8	670	560,2

A seguir tem-se uma tabela como também um gráfico mostrando os valores dos coeficientes convectivo obtidos através dos dois modelos utilizados na caracterização do forno LH.

Verifica-se na Tabela 6.9 que os valores de “h” obtidos através dos dois modelos utilizados para caracterização do forno ficaram próximos e todos dentro dos valores esperados pela literatura para convecção natural. A seguir tem-se o gráfico na Figura 6.2 correspondente ao coeficiente de convecção obtido através dos dois modelos utilizados para a caracterização do forno.

Tabela 6.9 – Valores dos coeficientes convectivos em relação a temperatura da carcaça metálica do fornoLH.

Temperatura de programação (°C)	Temperatura da Carcaça Metálica (°C)	1° modelo h (W/m²*K)	2° modelo h (W/m²*K)
100	35,2	4,82	6,04
300	55,4	6,98	8,07
500	81,2	8,16	9,94
700	109,8	8,95	12,16

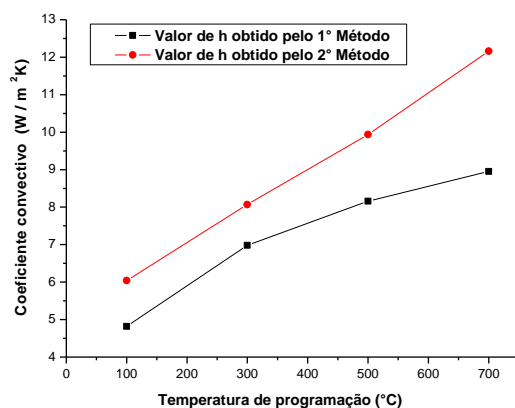


Figura 6.2 – Representação gráfica do coeficiente convectivo “h”.

Na sequência, verificou-se que a temperatura dentro da câmara de processo é superior à temperatura dentro do tubo de alumina onde fica depositada a amostra. O teste procedeu da seguinte forma: colocou-se um termopar do mesmo tipo K dentro do tubo de alumina, além do termopar responsável pela leitura da temperatura de programação 100°C, 300°C, 500°C e 700°C com taxa de 10°C/min durante 2h. Após o referido teste observou-se que a temperatura dentro do tubo apresentava uma redução significativa em relação à temperatura de programação conforme mostram as Tabelas 6.10 e 6.11. É importante destacar que as medidas foram realizadas no estado estacionário para o forno a resistência, bem como para o forno de lâmpadas halógenas.

Tabela 6.10 - Tabulação dos dados obtidos referente ao teste de tempo necessário para que a temperatura no interior do tubo de alumina atinja o estado permanente para temperatura de programação 100°C, 300°C, 500°C e 700°C no forno à resistência EDG 1300°C.

Temperatura de programação (°C)	Temperatura no interior do tubo de alumina (°C)	Tempo (min)	Diferença de temperatura (°C)
100	85	44	15
300	251	54	49
500	477	63	23
700	695	71	5

Tabela 6.11 - Tabulação dos dados obtidos referente ao teste de tempo necessário para que a temperatura no interior do tubo de alumina atinja o estado permanente para temperatura de programação 100°C, 300°C, 500°C e 700°C no forno de lâmpadas halógenas.

Temperatura de programação (°C)	Temperatura no interior do tubo de alumina (°C)	Tempo (min)	Diferença de temperatura (°C)
100	71	52	29
300	169	64	131
500	318	73	182
700	522	81	178

Os dados dispostos na Tabela 6.11 foram obtidos com a utilização do forno de lâmpadas halógenas que contou durante os testes com 5 lâmpadas, utilizando os 2860W de potência destas lâmpadas. Embora o equipamento construído tenha sido projetado para utilização de 6 lâmpadas, não foi possível utilizá-las. Visto que um dos dois relés de estado sólido não se encontrava em total funcionamento, ou seja, capaz de acionar três lâmpadas. O referido relé não foi substituído com o propósito de não aumentar os custos do projeto.

Conforme a Tabela 6.10 o forno a resistência levou menos tempo para atingir uma temperatura de 100°C, 300°C, 500°C e 700°C no interior do tubo de alumina em relação ao forno de lâmpadas halógenas, entretanto merece ser considerado que o forno de lâmpadas halógenas está trabalhando com 50% da potência das lâmpadas e contando com apenas 5 lâmpadas.

Observou-se que durante o teste realizado no forno a resistência a temperatura só se estabilizou na medida programada após 13 minutos, ou seja, a temperatura ainda subiu 16°C e somente após esse intervalo de tempo, foi atingida a estabilização na temperatura programada. Por exemplo, selecionada uma temperatura de 100°C o forno a resistência ainda atingiu 116°C e só estabilizou em 100°C após 13 minutos. Este aumento de temperatura pode ter contribuído para redução do tempo de estabilização, como também no valor da temperatura no interior do tubo de alumina em relação aos testes realizados no forno de lâmpadas halógenas. Neste equipamento, a temperatura de processo permaneceu próxima à do setpoint programado, destacando-se que não ocorreu elevação de temperatura depois de ter atingido a temperatura programada.

Outro ponto a ser considerado no tempo de transiência é a influência da relação entre a taxa de radiação e de convecção que a alumina está recebendo. No primeiro forno, utilizam-se resistências elétricas que operam a uma temperatura inferior às lâmpadas halógenas, emitindo menor radiação por área específica, implicando que a

taxa convectiva para a superfície externa do tubo de alumina será mais significativa até o regime permanente ser alcançado. O posicionamento dos elementos aquecedores próximos ao tubo e o rápido aquecimento do ar na câmara interna do forno elétrico pode proporcionar uma menor diferença de temperatura entre a medida programada e real, bem como menor tempo de estabilização. Acredita-se, ainda, que a quantidade de lâmpadas influencia diretamente no resultado, considerando que o forno de lâmpadas halógenas contou com apenas 5 lâmpadas. Possivelmente, se o forno contasse com 6 lâmpadas, a diferença entre a temperatura programada e a medida através do termopar diminuiria, conseguindo assim uma aproximação nos valores encontrados para o forno a resistência elétrica que contou com 14 resistências.

Foi verificado também o comportamento do forno em diferentes taxas de aquecimento (5°C, 10°C e 20°C por minuto).

A Figura 6.3 ilustra o comportamento do forno LH para as três taxas distintas de aquecimento. Foram conseguidos esses resultados a partir de uma programação no forno para manter a uma temperatura de 300°C durante 1 hora com taxas de aquecimento 5°C/min, 10°C/min e 20°C/min. Observou-se que para a taxa de aquecimento 5°C/min foi menor a inclinação da reta ao passo que para 20°C/min houve uma maior inclinação da reta, obtendo-se valores intermediários para 10°C/min. Sendo esta última taxa de aquecimento bastante utilizada em trabalhos científicos assim como pela equipe do laboratório de raios-x. Esta taxa de aquecimento intermediária proporciona óxidos com maior uniformidade e menor tamanho.

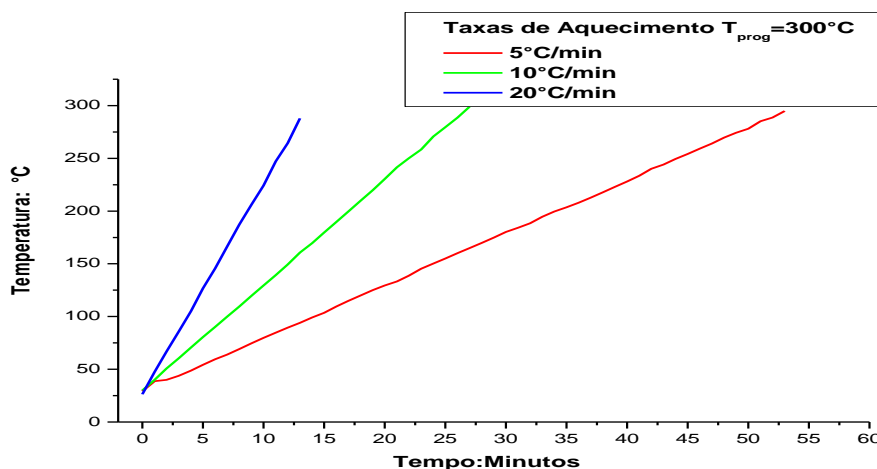


Figura 6.3 - Perfil de temperatura para três taxas de aquecimento 5°C/min, 10°C/min e 20°C/min.

6.2 Caracterização de Óxidos

Os primeiros resultados obtidos no forno a resistência se apresentaram bem diferentes comparados com os resultados atuais, ou seja, enquanto anteriormente a amostra calcinada em um forno a resistência sem rotação apresentou duas fases cristalinas, que foram: NiO e Ni, uma nova amostra calcinada no mesmo forno a resistência apresentou uma fase única, sem rotação e com rotação. Em todas as calcinações foi mantida fixa a quantidade de amostra com uma massa correspondente a um volume 1,0 mL. Considera-se ainda que, quanto maior a quantidade de amostra maior é a dificuldade de obter óxido puro ou monofásico.

Foram calcinadas cinco amostras de óxido de níquel (NiO) e de ferrita de níquel (NiFe₂O₄), totalizando dez amostras, com o propósito de verificar parâmetros, tais como: tamanho, microdeformação e homogeneidade dessas amostras quando submetidas a fornos diferentes, a forno a resistência e a forno de lâmpada halógena. Também foi analisada a microestrutura da amostra em relação à velocidade de rotação do tubo de alumina.

6.2.1 Óxido de Níquel

As microfichas utilizadas para o óxido de níquel NiO foram: sistema cristalino: Romboédrico com grupo espacial (R-3m) e cúbico (Fm-3m) para amostra sem rotação, enquanto para amostra com rotação apresentou apenas o sistema cristalino cúbico com grupo espacial (Fm-3m). Os ICSD foram: 92133, 064989 e 24018, respectivamente.

Na Figura 6.4 (a), sem rotação do tubo de alumina formou além da fase de NiO a fase cristalina de Níquel metálico (Ni) representada pelos picos {111} e {002}. A ocorrência dessas duas fases foi devido à quantidade excessiva de solução colocada na calcinação que formou uma fase de Ni metálico no interior da massa depositada no forno, região que apresenta deficiência de oxigênio, enquanto na Figura 6.4 (b) são mostrados os padrões de difração calculado e experimental para a amostra monofásica de Óxido de Níquel (NiO) após o processo de síntese com rotação do tubo de alumina.

O refinamento apresentado na Figura 6.4 (a) permitiu a determinação das concentrações das fases do Ni metálico de 15%, e a de NiO foi de 85%, notadamente evidenciada pela intensidade dos picos do Ni que são menos intensos comparados com os do NiO. Sugere-se que a intensidade dos picos está diretamente relacionada com a concentração da fase. A Figura 6.4 (b) mostra os padrões de difração da fase única de NiO, refinado e experimental, ou seja 100% de óxido de níquel apresentando picos com largura meia altura maior comparado com os picos do padrão da Figura 6.4 (a), sendo válido ressaltar que quanto maior a largura meia altura do pico de difração tem-se cristalitas com tamanhos reduzidos e dependendo do sinal da microdeformação uma contribuição maior ou menor na largura nos picos de difração.

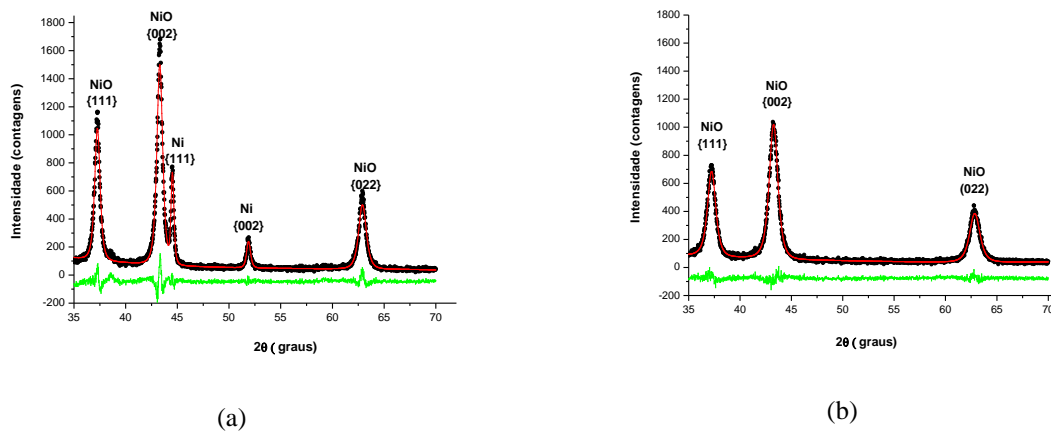


Figura 6.4- Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiO a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno à resistência.

As Figuras 6.5 (a) e (b) mostram os padrões de difração do NiO (monofásica) sem e com rotação, respectivamente, a quantidade de amostra calcinada foi de apenas 1 mL de solução. Esse resultado demonstra que a quantidade de amostra é um parâmetro que deve ser considerado nas sínteses quando o objetivo é obter amostras monofásicas.

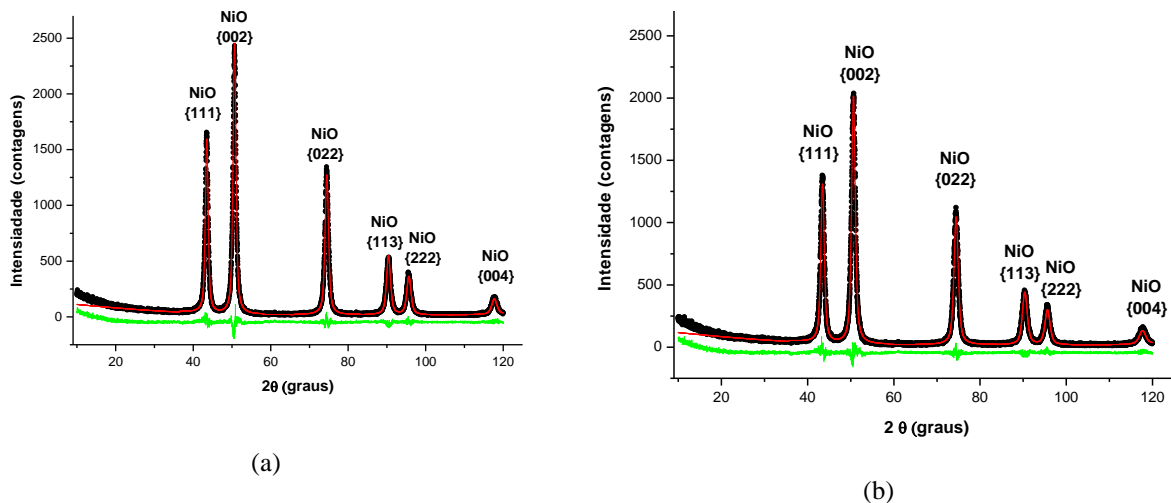


Figura 6.5- Padrões de difração calculado (-) e experimental (●) e a diferença (-) para a amostra de NiO 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno a resistência.

A Tabela 6.12 mostra o tamanho das partículas calculadas pela equação de Scherrer para NiO. Observa-se que houve uma redução no tamanho de partícula, sendo mais acentuada quando a amostra foi calcinada no forno de lâmpadas halógenas, ratificando assim a eficiência do forno LH na redução do tamanho de partícula. É importante destacar que os tamanhos das partículas foram obtidos para uma velocidade de rotação 20 e 8rpm, sendo a primeira favorável para o forno LH; já o tamanho de partícula obtido a partir de 8rpm sofreu um acréscimo, significando que a velocidade de rotação influencia no tamanho da partícula, que embora tenha atingido a ordem de 33nm, continua sendo um resultado satisfatório para o forno LH.

Tabela 6.12 – Tamanho de partícula de NiO calculados pela equação de Scherrer de amostras calcinadas em diferentes fornos e diferentes velocidades de rotação a 350°C por 3 h.

Forno	Rotação (rpm)	Tamanho (nm)	
		NiO sem rotação	NiO com rotação
Resistência	20	12	11
LH	20	29	18
LH	8	-	33

Abaixo na Figura 6.6 seguem os gráficos de Williamson-Hall para as amostras de óxido de níquel sem rotação e com rotação, para o forno a resistência.

Na Fig. 6.6 observa-se que os pontos experimentais possuem um caráter linear, obedecendo a equação $y = A + B.x$. O coeficiente linear A é igual a $1/D$ onde D

é o diâmetro médio da partícula e o coeficiente angular B é igual a $4\varepsilon/\lambda$ onde ε é a microdeformação e λ é o comprimento de onda dos raios-X. Presencia-se também que a barra de erro se encontra sob a reta nos dois casos, porém na condição com rotação ocorre uma diminuição no tamanho da partícula como também uma redução de sua microdeformação, indicando que a amostra com rotação apresenta menos imperfeições na rede cristalina comparada com a amostra que não sofreu rotação.

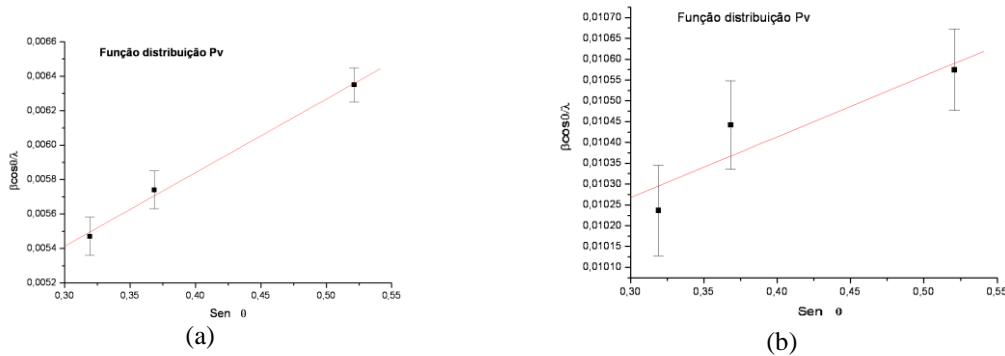


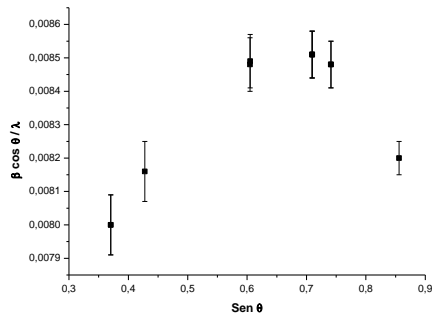
Figura 6.6 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno a resistência.

A Tabela 6.13 mostra o tamanho de partícula obtido por Scherrer e Williamson-Hall, para amostra de NiO com o forno sem rotação e com rotação.

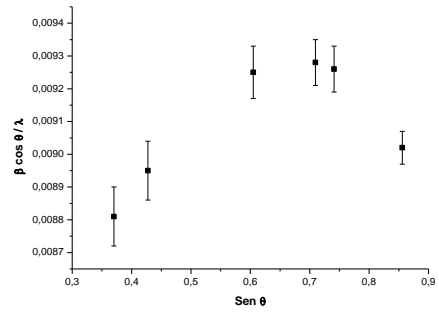
Tabela 6.13- Tamanho de partícula obtidos para amostras calcinadas a 350°C/3h, calculados pela largura dos picos, extraídos pelo refinamento de estrutura Rietveld.

T (°C)	Tamanho (nm) e ε (%)			
	NiO (sem rotação)		NiO (com rotação)	
	Scherrer	Williamson-Hall	Scherrer	Williamson-Hall
350	17	24 (0,16)	9.5	10 (0,06)

A Figura 6.7 mostra os gráficos de Williamson-Hall para as amostras de óxido de níquel sem (a) e com rotação (b), todos obtidos com o forno a resistência elétrica. Nota-se uma dispersão dos pontos, distantes de uma reta. Ao contrário do gráfico da Figura 6.6 em que se obteve um ajuste linear.



(a)



(b)

Figura 6.7- Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno a resistência.

As Figuras 6.8 e 6.9 mostram que a homogeneidade da partícula está intrinsecamente relacionada com a velocidade da rotação. Observa-se que na Figura 6.8 não há homogeneidade, entretanto na Figura 6.9 com a redução na velocidade da rotação, consegue-se chegar próximo a homogeneidade.

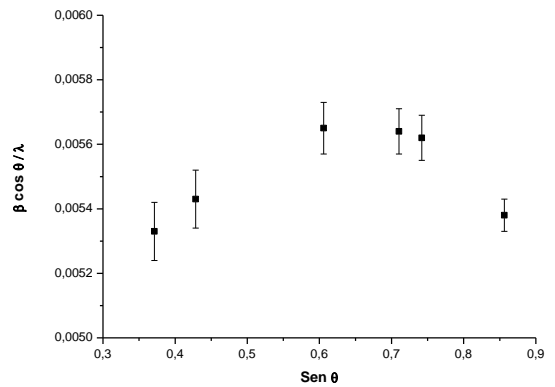
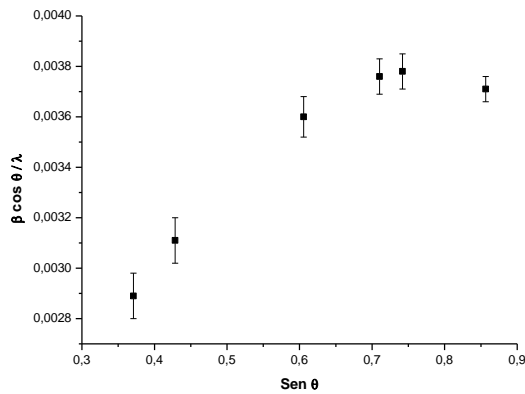


Figura 6.8 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas.

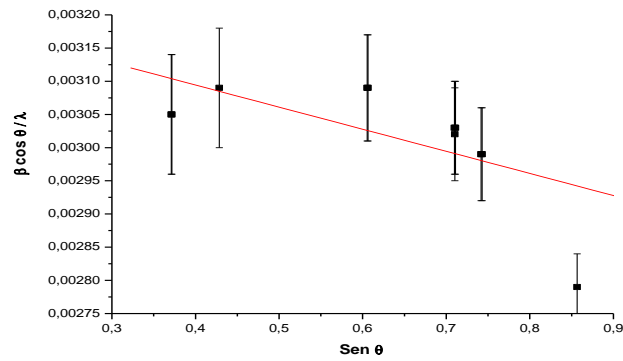
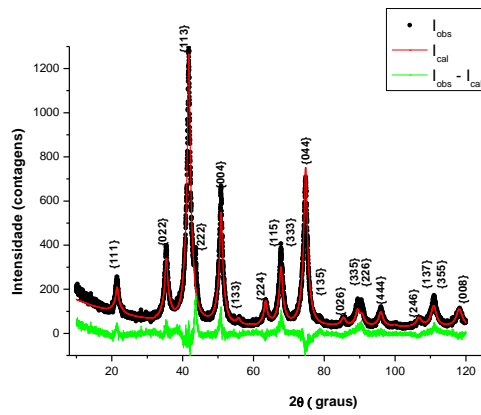


Figura 6.9 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiO calcinadas a 350°C/3h com rotação (8 rpm) no forno de lâmpadas halógenas.

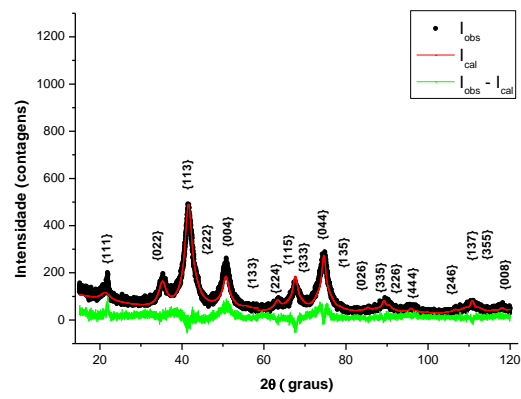
6.2.2 Ferrita de Níquel

As microfichas utilizadas para a ferrita de níquel (NiFe_2O_4) foram: sistema cristalino: cúbico e grupo espacial (Fd3mZ e Fd3mS) tanto para a amostra sem rotação quanto para a amostra com rotação. Os ICSD foram :84101 e 246894, respectivamente.

Na Fig. 6.10 são mostrados os padrões de difração experimentais (pontos pretos) e refinados (linha vermelha) das amostras de Ferrita de Níquel (NiFe_2O_4) calcinadas a 400°C com tempo de permanência de 2h nesta temperatura num forno resistivo sem (Fig. 6.10 (a)) e com rotação (Fig. 6.10 (b)) da amostra durante a calcinação, respectivamente. Os padrões de difração foram refinados pelo programa DBWS-Tools, Bleicher, *et al.*, (2000), aplicado nos pontos experimentais e verificada a presença de 100% da fase de ferrita.



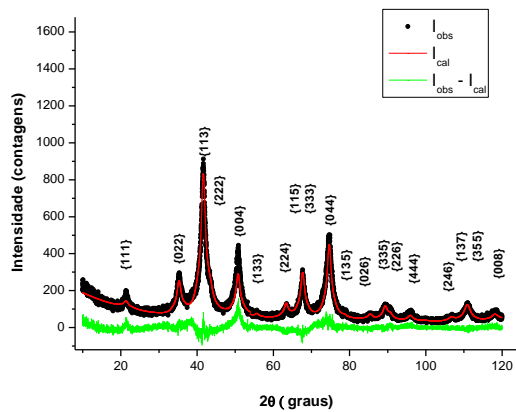
(a)



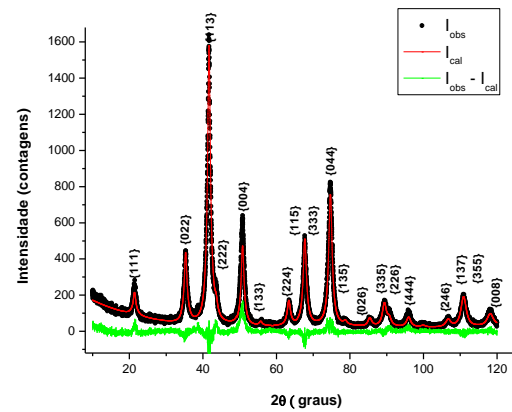
(b)

Figura 6.10- Padrões de difração calculado (-) e experimental (●) e a diferença (-) para a amostra de NiFe_2O_4 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno a resistência.

Para o teste e para efeito de comparação de dois fornos com diferentes fonte de calor, foram calcinadas duas amostras com o uso do forno de Lampada Halógena (LH) nas mesmas condições de síntese, temperatura, tempo, preparação, com e sem rotação da solução durante a síntese de Ferrita de Ni. Os padrões de difração para essas duas amostras de ferrita são mostradas na Fig. 6.11 (a) e (b) sem e com rotação de 20 rpm, respectivamente.



(a)



(b)

Figura 6.11- Padrões de difração calculado (-) e experimental (●) e a diferença (-) para a amostra de NiFe_2O_4 400°C/2h (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas.

A Figura 6.12 representa os padrões de difração da ferrita de níquel obtida através de uma rotação de 10rpm.

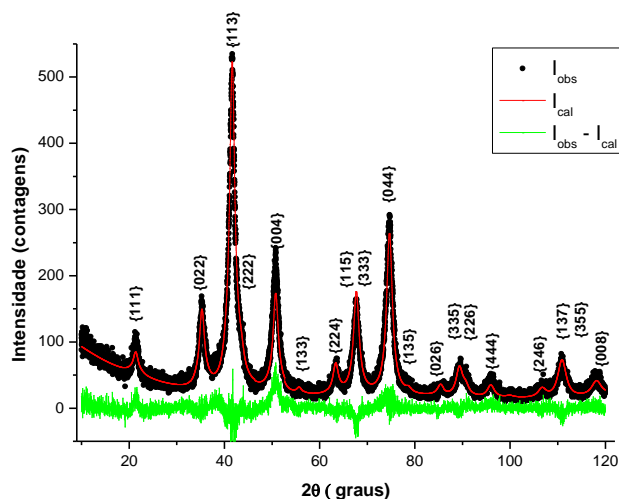


Figura 6.12- Padrões de difração calculado (-) e experimental (•) e a diferença (-) para a amostra de NiFe₂O₄ 400°C/2h com rotação reduzida para 10rpm no forno de lâmpada halógena.

A Tabela 6.14 mostra o tamanho de partícula pela equação de Scherrer para NiFe₂O₄, observa-se que neste caso o tamanho de partícula se apresentou quase constante, obtendo uma pequena variação, significando que o forno de lâmpada halógena para esta amostra apresentou resultados similares ao forno a resistência elétrica.

Tabela 6.14 - Comparação quanto à dimensão da partícula de NiFe₂O₄ calculado pela equação de Scherrer. As amostras foram calcinadas a 400°C/2h

Forno	Rotação (rpm)	Tamanho (nm)	
		NiFe ₂ O ₄ sem rotação	NiFe ₂ O ₄ com rotação
Resistência	20	10	9
LH	20	8	11
LH	10	-	11

Como os gráficos de Williamson-Hall demonstram que as partículas não são homogêneas para todas as famílias de planos cristalinos, foi construído um novo gráfico com a inserção de somente picos: {111}, {222}, {333} e {444} os quais são planos paralelos ao plano (111) com o propósito de obter o tamanho e a microdeformação da partícula. É válido destacar que este procedimento foi executado somente para a ferrita

de níquel já que o óxido de níquel apresentou somente duas famílias de planos na mesma direção cristalográfica sendo inviável o mesmo procedimento.

O gráfico de Williamson-Hall que se encontra na Figura 6.13(a) a mostra que a ferrita de níquel obtida sem rotação não apresentou tamanhos de partículas uniformes, ou seja, esta não é homogênea, enquanto a ferrita de níquel obtida com rotação, conforme ilustra a figura 6.13(b), apresenta um caráter quase homogêneo, para grande parte dos picos de difração, significando que a rotação é um parâmetro importante quando se deseja homogeneidade da amostra.

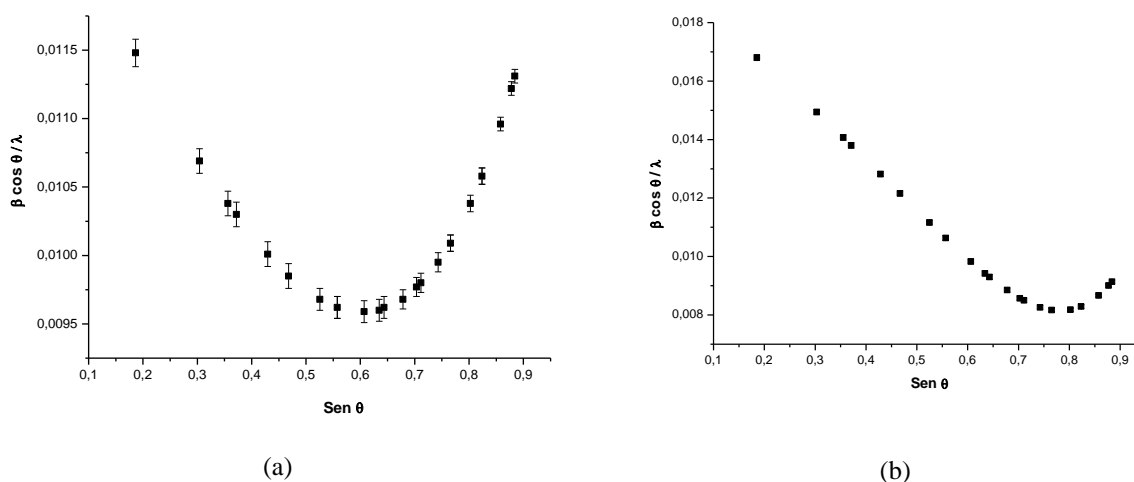
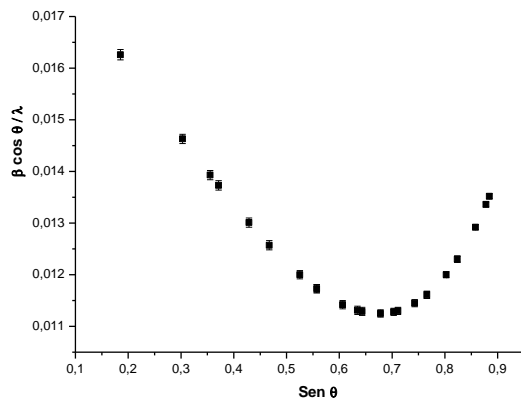
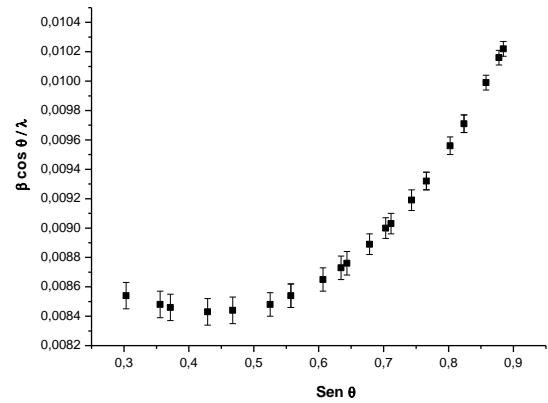


Figura 6.13 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ (a) sem rotação e (b) com rotação no forno a resistência.

A Figura 6.14 ratifica a afirmação de que a rotação é de fundamental importância para obter amostras homogêneas e monofásicas, pois como se pode observar a ferrita de níquel obtida com rotação (Fig. 6.14 (b)) (com forno de lâmpada halógena) se apresentou mais homogênea quando comparada com a ferrita de níquel obtida sem rotação (Fig. 6.14-a).



(a)



(b)

Figura 6.14 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ (a) sem rotação e (b) com rotação no forno de lâmpadas halógenas .

No entanto, o gráfico de Williamson-Hall mostrado na Figura 6.15 para a amostra calcinada a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ com uma rotação de 10 rpm mostra uma distribuição dos pontos próximos de uma reta. Se compararmos com as Figuras 6.13 e 6.14, a redução na velocidade de rotação produz partículas mais homogêneas em tamanho. Este teste demonstra que além da rotação a velocidade de rotação é outro parâmetro importante quando se deseja partículas homogêneas.

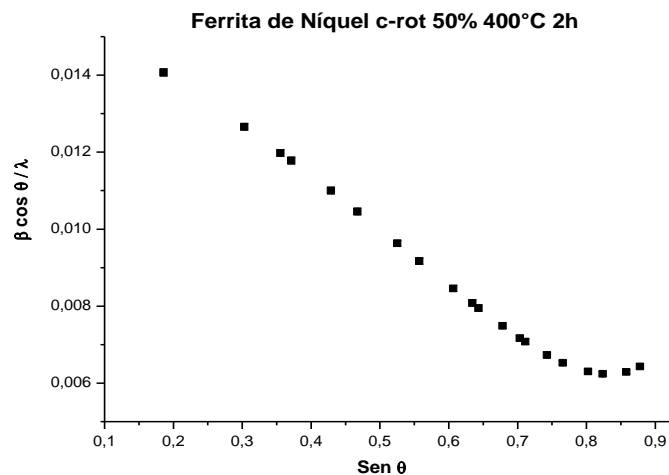


Figura 6.15- Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ com rotação reduzida no forno de lâmpadas halógenas (10rpm)

A seguir nas Figuras 6.16, 6.17 e 6.18 tem-se os gráficos de Williamson-Hall para as amostras em estudo, foram feitos cinco gráficos para NiFe_2O_4 levando em consideração somente quatro picos de difração que possuem planos paralelos aos planos (111): {111}, {222}, {333} e {444}.

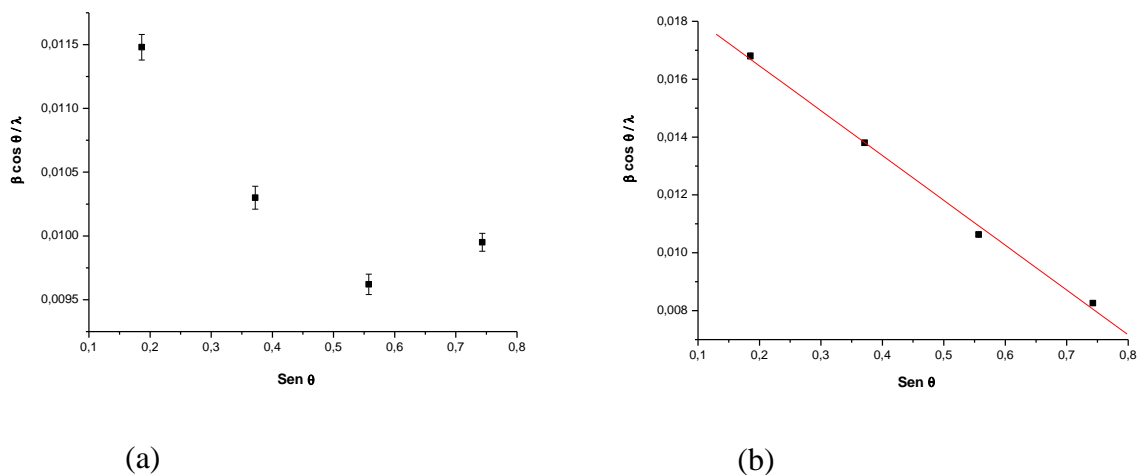


Figura 6.16 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ (a) sem rotação e (b) com rotação (20rpm) no forno a resistência para as famílias de planos cristalográficos {111}{222}, {333}, {444}.

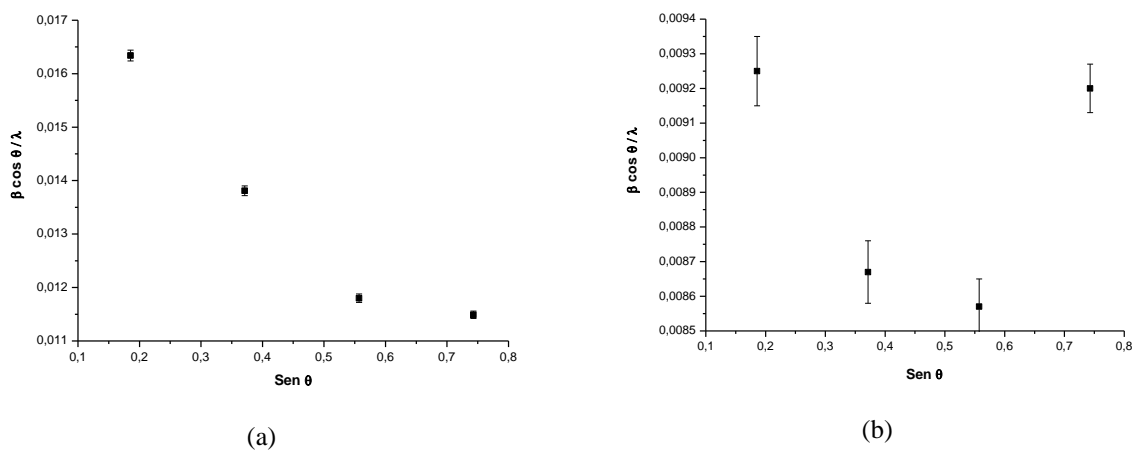


Figura 6.17 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ (a) sem rotação e (b) com rotação (20rpm) no forno de lâmpadas halógenas para as famílias de planos cristalográficos {111}{222}, {333}, {444}.

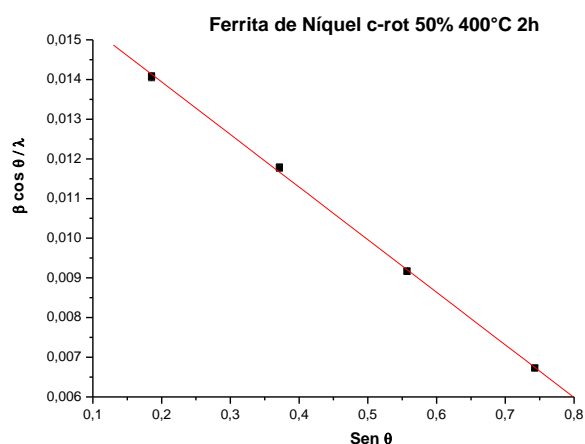


Figura 6.18 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a $400^\circ\text{C}/2\text{h}$ com rotação reduzida (10rpm) no forno de lâmpadas halógenas para as famílias de planos cristalográficos {111}, {222}, {333} e {444}.

Diante dos gráficos obtidos, observam-se nas Figuras 6.16 e 6.18 que somente a ferrita obtida com rotação (20rpm) no forno a resistência e a ferrita obtida com rotação reduzida (10rpm) no forno LH mostraram homogeneidade para os planos {111}, {222}, {333} e {444}. As duas retas apresentaram uma inclinação negativa, portanto uma microdeformação negativa, indicando que houve uma contração na rede cristalina, ou seja, $\epsilon < 0$.

Os resultados obtidos a partir do gráfico Williamson-Hall para obtenção dos valores de tamanho e microdeformação das partículas estão listados nas Tabelas 6.15 e 6.16.

A Tabela 6.15 mostra que a amostra calcinada no forno LH submetida a uma rotação de 8rpm obteve valor de microdeformação bem pequeno quando comparado aos valores encontrados no forno a resistência elétrica (Tabela 6.13).

Tabela 6.15 - Comparação quanto à dimensão da partícula de NiO por Williamson-Hall. As amostras foram calcinadas a $350^\circ\text{C}/3\text{h}$.

Forno	Rotação (rpm)	WH Tamanho (nm) e ϵ (%)	
		NiFe_2O_4 sem-rotação	NiFe_2O_4 com-rotação
Resistência	20	Não homogênea	Não homogênea
LH	20	Não homogênea	Não homogênea
LH	8	Quase homogênea	30,95(8) (-0,015 ± 0,001)

Tamanho e a microdeformação de cada amostra foram obtidos a partir de 4 picos de difração, pois as amostras não se apresentaram homogêneas para todas as direções cristalográficas no intervalo de $I_{100}(2\theta)$, conforme Tabela 6.16. A obtenção do tamanho da partícula através de algumas direções cristalográficas tem o propósito de nos fornecer uma idéia da morfologia das nanopartículas.

Na Tabela 6.16 estão listados os valores calculados da microdeformação e os tamanhos médios de partícula, calculados pela equação de Scherrer e pelo gráfico Williamson-Hall. Conforme a reta obtida nas Figuras 6.16(b) e 6.18 pelo ajuste linear, pôde-se concluir que a amostra em questão apresenta uma homogeneidade em tamanho para os planos paralelos aos planos (111) e o valor de tamanho das partículas estão próximos dos valores obtidos pela equação de Scherrer. As microdeformações para ambas as amostras calcinadas com o forno a resistência e lâmpada halógena, calculadas a partir do coeficiente angular, foram, respectivamente, 0,70% e 0,60%, uma diferença de quase 20%. Podemos afirmar através desses resultados que a amostra calcinada com forno LH apresentou pequenas imperfeições na rede cristalina.

Tabela 6.16- Comparação quanto à dimensão da partícula de NiFe_2O_4 por Scherrer e Williamson-Hall de NiFe_2O_4 calcinada 400°C 2h.

Forno	Rotação (rpm)	Famílias de planos {hkl}					WH Tamanho (nm) e ϵ (%)	
		{111}	{222}	{333}	{444}	média	NiFe_2O_4 sem-rot	NiFe_2O_4 com-rot
Resistência	20	4,90(4)	4,39(8)	3,56(1)	2,25(2)	3,77(1)	Não Homogênea	5,11(3) (-0,70 $\pm 0,06$)
LH	20	-	-	-	-	-	Não Homogênea	Não Homogênea
LH	10	6,10(6)	6,00(9)	6,04(2)	6,01(3)	6,04(2)	-	6,03(2) (-0,60 $\pm 0,02$)

7 Conclusões e Sugestão de Trabalhos Futuros

7.1 Conclusões

A construção do forno foi finalizada e ele se encontra em pleno funcionamento apresentando resultados satisfatórios com relação à obtenção de nanopartículas de somente uma única fase cristalina e da homogeneização das amostras calcinadas. Assim, o forno de lâmpadas halógenas apresentou bons resultados tanto na parte mecânica como teórica. Esta última referente aos cálculos para a caracterização do forno.

Com relação ao projeto e montagem do forno conclui-se que o isolante térmico utilizado foi bastante eficiente, possibilitando uma maior concentração de calor no interior da câmara de aquecimento, sendo também eficiente a placa refletora de aço inox austenítico 304 que apresentou características bem resistentes ao calor. Com o resultado da fluorescência comprovou-se que a lâmpada halógena era feita de quartzo, sendo resistente a choque térmico. Outro ponto que merece destaque é o sistema de refrigeração a água que trouxe para este forno um resultado bastante positivo já que os contatos das lâmpadas foram preservados com a instalação da refrigeração.

Quanto aos cálculos realizados para a caracterização do forno, ou seja, obtenção da quantidade de perdas por condução, convecção e radiação, estes cálculos tiveram bons resultados comparados ao forno a resistência encontrado na literatura, já que os valores encontrados para as perdas foram reduzidas de 10% a 76%. Pode-se ainda destacar que os valores encontrados para o coeficiente convectivo obtido através dos dois modelos estiveram dentro dos valores encontrados na literatura, sendo significativo para se obter perdas reduzidas, já que a perda por convecção tem uma grande contribuição para o cálculo da perda total. É válido destacar que as perdas encontradas para o segundo modelo foram maiores quando comparada com as perdas do primeiro modelo, tendo em vista que no segundo modelo foi considerada a área lateral do forno, caso estvéssemos considerando área total do forno a perda do segundo modelo teria valor inferior ao obtido no primeiro.

O segundo modelo utilizado para a caracterização do forno LH é mais eficiente, pois os valores se encontram mais próximos dos valores reais, já que utiliza

somente valores de temperatura medidos para obtenção de seus resultados, enquanto no primeiro modelo foi suposto uma correlação para cilindro inclinado de comprimento L e que somente a partir desse dado foi possível encontrar os valores necessários para obtenção da perda total com o propósito de comparação com o forno a resistência elétrica. Foi verificado que como o primeiro modelo se apresentou fora da região de restrição determinada isto tenha contribuído para divergência nos valores encontrados quando comparados com o segundo modelo.

Verificou-se que a temperatura no interior do tubo de alumina é inferior à temperatura registrada na câmara de aquecimento, ou seja, durante a calcinação a amostra é submetida a uma temperatura inferior à temperatura de programação para os dois fornos analisados. Sendo necessário a programação de um “*off-set*” (temperatura de defasagem) no forno para que a temperatura no interior seja igual à temperatura programada.

Constatou-se ainda o comportamento de temperatura para 3 (três) taxas de aquecimento distintas. Como a taxa de 10°C/min apresentou valor intermediário, ou seja, gasta menos energia que a de 5°C/min, daí optou-se pela taxa de 10°C/min. A taxa de 20°C/min não foi utilizada nesta pesquisa, pois os óxidos metálicos obtidos no laboratório de raios-x obter em melhores resultados nesta taxa de aquecimento conforme literatura. Portanto, este teste foi executado somente para a comparação do comportamento das três taxas referidas, já que sabia-se a taxa ideal para a obtenção desses óxidos nanoparticulados.

Quanto aos testes de síntese realizados com o forno de lâmpadas halógenas, eles mostraram que a amostra calcinada de óxido de níquel com rotação teve seu tamanho reduzido por um fator de 2 quando comparado com a amostra sem rotação. A ferrita de níquel com a presença do sistema de rotação apresentou um resultado mais satisfatório, quanto à homogeneização da amostra, porém o tamanho de partícula apresentou-se um pouco maior, ou seja, 2 nm em relação à ferrita sem rotação.

As amostras calcinadas utilizando o forno EDG usando como fonte de calor resistência elétrica apresentaram excelentes resultados quanto ao desempenho da adaptação da rotação acoplada ao forno, tendo em vista que muitas amostras calcinadas no referido forno têm apresentado melhores resultados quando comparado com os fornos tipo mufla. O sucesso da inserção do sistema de rotação representa o primeiro resultado positivo desta pesquisa.

Esta pesquisa trouxe a criação de um forno mais eficiente e com menos perdas de calor pela utilização de isolantes térmicos adequados como também baixo consumo de energia elétrica, rápido aquecimento e fácil remoção de peças removíveis, ou seja, fácil manutenção.

A homogeneização durante a calcinação, provocada pela rotação da amostra e pela utilização das lâmpadas halógenas, também produziu amostras com fase cristalina única e nanopartículas de tamanho reduzido com maior uniformidade e com baixo nível de microdeformação, características importantes quando se trata de tecnologia do pó.

7.2. Sugestão de Trabalhos Futuros

Inserção de um tubo de quartzo no lugar do atual tubo de alumina com o propósito de transmitir uma maior quantidade de radiação para a amostra depositada no interior do tubo.

Realização de cálculos mais complexos para uma melhor caracterização do forno.

Estudar as perdas de calor nos trocadores de calor.

Estudar uma maneira de inserir algo que além da rotação do pó consiga aumentar a mistura da amostra contida dentro do tubo de alumina com o propósito de aprimorar a eficiência do forno na obtenção de nanopartículas mais homogêneas.

Estudar uma maneira que facilite, ainda mais, a substituição de lâmpadas.

Estudar o processo de transferência convectiva de calor-convecção forçada presente no interior do tubo de alumina.

Inserir um motor que possa reduzir a velocidade de rotação e que aumente o torque no eixo.

8 Referências

AKARI: Akaril Lâmpadas Online, Fortaleza, 06 set. 2009. Disponível em: <www.akarilampadas.com.br>. Acesso em: 06 set.2009.

AZÁROFF, L.V. **Elements of X-Ray Crystallography**. New York: McGraw-Hill Book Company, 1968.

BLEICHER, L., SASAKI, J.M., PAIVA-SANTOS, C.O. Development of a graphic interface for the Rietveld refinement using DBWS, **Journal of Applied Cryst**, v. 33, 1189-2000.

BRYN, L. M. **Página Dinâmica para aprendizado do Sensoriamento Remoto**. Dissertação (Mestrado em Sensoriamento Remoto) - Área de Concentração Desenvolvimento de Metodologias em Sensoriamento Remoto e Geoprocessamento, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

CAMPREGHER, U. R. **Eficácia do Led como fonte de polimerização de um composto**. Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Departamento de Clínica Odontológica Materiais-Dentários, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

CAPITAN, M.J.; THOUIN, N.; ROSTAING, G. A high temperature furnace for in situ and time-resolved x-ray diffraction studies. **Review of Scientific Instruments**, v. 70, n. 5, p.2248–2252, 1999.

CARVALHO, J.A.; LIMA, Z.M. Construção de um forno tubular utilizando como fonte de calor lâmpadas halógenas na síntese de nanopartículas, Encontro de Iniciação Científica, 2008, Fortaleza. Universidade Federal do Ceará, 2008.

CAVARSAN, F. A. **Processos térmicos rápidos RTO/RTA para fabricação de dispositivos MOS**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) - Departamento de Semicondutores, Instrumentação e Fotônica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

ÇENGEL, YUNUS A. **Heat and mass transfer**. 3ª. ed. New York: A practical Approach, 2007.

CHU, T.K.; JIN, Z.Q.; CHAKKA, V.M.; LIU, J.P. Rapid magnetic hardening by rapid thermal annealing in NDFEB-Based nanocomposites. **Journal of Physics Applied**, v.38, 4009-4014, 2005.

DANTAS, E. **Fornos Elétricos de Resistências Teoria Geral – Aplicação e Cálculo de Fornos**. 1^a.ed e revisada. Digitação e Editoração: Débora O.de Sousa, São Paulo, 2008.

DINIZ, J. A. **Construção de um sistema de processamento térmico rápido (RTP) com lâmpadas de tungstênio-halógeno como fonte radiante de aquecimento**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) - Departamento de Engenharia Elétrica, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 1992.

GESELBRACHT, M.J.; WALTON R.I.; COWELL, E. S.; MILLANGE, F.; O'HAREB, D. A furnace for the in situ study of the formation of inorganic solids at high temperature using time-resolved energy-dispersive x-ray diffraction. **Review of Scientific Instruments**. v. 71, n. 11, 2000.

HILDEBRANDT, J.; BATTISTEL, O.L. Modelo para transmissão de calor em condutor cilíndrico . **Disciplinarum Scientia**. Ciências Exatas, S.Maria, v.2, n.1, p. 133-151, 2001.

INCROPERA, FRANK P; DEWITT, DAVID P. **Fundamentos de Transferência de Calor e de Massa**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A, 1992.

JAMES, R.W. **The optical principles of the diffraction of X-rays**. London: G. Bell and Sons Ltd, 1962.

JIN, Z.Q.; LIU, J.P. Rapid thermal processing of magnetic materials. **Journal of Physics Applied**, 39 R-227-R244, 2006.

KIMURA, H.; JIA, X.; SHOJI, K.; SAKAI, R. & KATSUMATA, T. Crystal growth of $Ba(B_{1-x}Al_x)_2O_4$ using a new Fz furnace with double ring-shaped halogen lamp heater. **Journal of Crystal Growth** 212, p.364-367, 2000.

KREITH, F.; BOHN, M. S. **Princípios de Transferência de Calor**. São Paulo: Pioneira Thomson Learning, 2003.

KREITH, F.; FRANK, P. **Princípios da Transmissão de Calor**. Tradução da 3^a ed. Americana, São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1977.

KRIEGER, A. A. **Redução das perdas de calor nos fornos de tratamento térmico do aço**. Dissertação (Mestrado Engenharia Mecânica) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

LEITE, E. R.; GOUVEIA, P. S.; ESCOTE, M. T.; LONGO, E. Síntese e caracterização de nanocompósitos Ni:SiO₂ processados na forma de filmes finos. **Química Nova**, v. 28, n. 5, p. 842-846, 2005.

LU, HUI. ; KADOLKAR, P.B. ; ANDOL, T. ; BLUE, C.A. ; MAYER, R. **Control of Grain Size and Age Hardening in AA2618 Forgings Processed by Rapid Infrared Radiant Heating**. TMS Letters TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2004.

LUJAN, A. S. **Difusão de enxofre em Arseneto de Gálio por processamento térmico rápido**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Departamento de Física Aplicada, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 1991.

MAIA, A. O. G. **Sinterização de nanopartículas de NiO por gelatina comestível**. Dissertação (Mestrado em Física), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2005.

MAIA, A. O. G.; MENESES, C.T.; MENEZES, A.S.; FLORES, W.H.; MELO, D.M.A.; SASAKI, J.M. Synthesis and X-ray structural characterization of NiO nanoparticles obtained through gelatin. **Journal of Non-Crystalline Solids**, 352, p. 3729-3733, 2006.

MARTINS, W. W.; TOLEDO, E. D.; SILVEIRA, D. G. **Fornos Elétricos**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1975.

MENESES, C.T.; FLORES, W.H.; SOTERO, A.P.; TAMURA, E.; GARCIA, F.; SASAKI J.M. In situ system for X-ray absorption spectroscopy experiments to investigate nanoparticle crystallization, **Journal of Synchrotron Radiation** 13, p. 468-470, 2006.

NETO, D. P.; Comparativo do desempenho térmico do telhado de fibrocimento com o de Tetra Pak e o Telhado Verde. Trabalho de conclusão de Curso de Engenharia Ambiental, Universidade do Vale do Itajaí, Itajaí, 2009.

NOGUEIRA, N.A.S. **Sinterização de nanopartículas de NiAl₂O₄ por gelatina comestível**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2005.

PUIG-MOLINA, A.; GORGES, B.; GRAAFSMA, H. A 1000_C furnace for in situ X-ray diffraction. **Journal of Applied Crystallography**, 34, p.677-678, 2001.

RESNICK, R.; HALIDAY, D.; KRANE, K.S. **Física 2**. 4^a.ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A , 1996.

RIETVELD, H.M. Line profile of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. **Acta Crystallographica**, v. 22, p.151-152, 1967.

RIETVELD, H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v.2, p. 61-65, 1969.

RODRIGUES, T.S.; NOBRE, P.S.D.; MONTEIRO, M.R.M.; MENESES, C. T.; SASAKI, J.M. A halogen lamp furnace to synthesize nanoparticles. **V Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais**, Florianópolis, 2006.

STANSFIELD, A. **The Electric Furnace Its Construction, Operation and Uses**. 2^a.ed. New York: McGraw-Hill, 1914.

STOECKER, W.F.; JABARDO, J.M. **Refrigeração Industrial**. 2^a.ed. São Paulo: E.Blucher, 2002.

UNIFRAX: **Manta Durablanket@1400** - FIBERFRAX. Fortaleza, 20 jul. 2010. Disponível em: < www.unifrax.com.br >, Acesso em: 20 jul. 2010.

X-Pert Highscore Plus, Panalytical B.V. Almelo, Holanda, © 2001 Koninklijke Philips Electronics N.V.All rights reserved.

WILLIAMSON, G.K.; HALL, W.H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, **Acta Metallurgica**, v.1, p.22-31, 1953.
X-Pert Highscore Plus, Panalytical B.V. Almelo, Holanda, © 2001 Koninklijke Philips Electronics N.V.All rights reserved.

YOO, W.S.; FUKADA, T.; SETOKUBO, T.; AIZAWA, K.; OHSAWA, T.; TAKAHASHI, N.; ENJOJID, K. Implant anneal using a single-wafer furnace and a lamp-based rapid thermal annealing system. **Journal of The Electrochemical Society**, 149 (7), p. G424-G428, 2002.

ZANETTI, S. M.; BUENO, P. R.; LEITE, E.; LONGO, E.; VARELA, J. A. Ferroelectric and microstructural characteristics of SrBi₂Ta₂O₉ thin films crystallized by the rapid thermal annealing process. **Journal of Applied Physics** v. 89, n.6, p. 3416–3419, 2001.