



**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 4.1.	45
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.	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/min, 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_2O_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_2O_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_2O_4 400°C/2h com rotação reduzida no forno de lâmpada halógena.	77
Figura 6.13 - Gráfico de Williamson-Hall para amostras de NiFe_2O_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_2O_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_2O_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_2O_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_2O_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_2O_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.....	34
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 Difrátômetro 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