

**FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO  
DEPARTAMENTO DE SISTEMAS ELETRÔNICOS  
MATERIAIS, PROCESSOS E COMPONENTES ELETRÔNICOS**

**VIVIANE MIRANDA DE LIMA**

**MODELAGEM E CONSTRUÇÃO DE FORNO A VÁCUO  
COM TEMPERATURA CONTROLADA**

**SÃO PAULO-SP  
AGOSTO/2018**

VIVIANE MIRANDA DE LIMA

## **MODELAGEM E CONSTRUÇÃO DE FORNO A VÁCUO COM TEMPERATURA CONTROLADA**

Parte manuscrita do Projeto de Graduação da aluna **Viviane Miranda de Lima**, apresentado ao Departamento de Sistemas eletrônicos Materiais, Processos e componentes eletrônicos da Faculdade de tecnologia de São Paulo, como requisito parcial para obtenção do grau de Tecnólogo em Materiais Processos e componentes eletrônicos.

Orientador: Prof.<sup>o</sup> Dr. Francisco Tadeu Degasperi

Coordenador: Prof.<sup>a</sup> Dr. Luciana Kassab

SÃO PAULO-SP  
AGOSTO/2018

## **Agradecimentos**

Agradeço primeiramente a Deus, que mesmo nos momentos mais difíceis sempre esteve comigo e por toda sabedoria, inteligência, força e ânimo que me deu ao longo não só da faculdade, mas de toda a vida e se não fosse por Ele este sonho não teria se tornado realidade.

Ao meu noivo Samuel, pelo seu amor e pelo imenso cuidado para comigo durante esta caminhada e por me auxiliar com os desenhos e claro por preparar lanchinhos e marmitas para mim ao longo de toda faculdade.

Aos meus pais Francisco e Helena, pelo seu incansável amor e por sempre lutarem e batalharem para que esse sonho se concretizasse.

Agradeço de forma especial ao meu irmão Vinícius por seu carinho e amor e por sempre me receber com o sorriso mais lindo deste mundo.

Ao Gabriel Cruz, pela imensa ajuda.

Agradeço aos professores Dr. Francisco Tadeu Degasperi e Dra. Luciana Reys Pires Kassab por toda a orientação e apoio nesse projeto.

Ao CNPq pela bolsa concedida durante a realização do projeto.

E a todas as pessoas que de forma direta ou indireta contribuíram para a execução deste trabalho e que foram involuntariamente omitidas.

Porque Dele, e por Ele, e para Ele são todas as coisas;  
glória, pois, a Ele eternamente.

Amém!

Romanos 11:36

VIVIANE MIRANDA DE LIMA

## **CONSTRUÇÃO E MODELAMENTO DE FORNO A VÁCUO COM CONTROLE DE TEMPERATURA**

Parte manuscrita do Projeto de Graduação do aluno **Viviane Miranda de Lima**, apresentado ao Departamento de Sistemas Eletrônicos materiais, processos e componentes eletrônicos da Faculdade de tecnologia de São Paulo, como requisito parcial para obtenção do grau de Tecnólogo em Materiais, Processos e componentes eletrônicos

Aprovada em 18, de julho, de 2018.

### **COMISSÃO EXAMINADORA:**

---

**Prof. Dr. Francisco Tadeu Degasperi**  
**Faculdade de Tecnologia de São Paulo**  
**Orientador**

---

**Prof.<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Luciana Reyes Pires Kassab**  
**Faculdade de Tecnologia de São Paulo**  
**Coorientador**

---

**Prof. Me Ricardo Cardoso Rangel**  
**Faculdade de Tecnologia de São Paulo**  
**Examinador**

---

**Prof.<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Regina Maria Ricotta**  
**Faculdade de Tecnologia de São Paulo**  
**Examinador**

## Resumo

Este trabalho teve como objetivo construir e testar um forno a vácuo com temperatura controlada tomando como referência trabalho já desenvolvido anteriormente no Laboratório de Tecnologia de Vácuo. O calor se propaga exclusivamente por radiação em ambiente a vácuo em uma pressão aproximada de  $5 \times 10^{-5}$  mbar.

O processo de propagação do calor foi obtido pela passagem de corrente elétrica por uma resistência helicoidal, com objetivo de atingir a temperatura desejada em rampa de 2 minutos e mantê-la constante por mais 10 min.

O forno a vácuo será utilizado para o tratamento e processamento de filmes de carbono obtidos pela técnica "sputtering", visando a produção futura do grafeno para aplicações em dispositivos fotônicos e optoeletrônicos.

O forno está operando com taxa de aquecimento de 120 s atingindo temperatura máxima de 775K; entretanto para funcionar com temperaturas superiores será necessário utilizar um controlador de temperatura mais potente.

Palavras-chave: Forno, vácuo, sputtering, aquecimento no tempo, controle de temperatura, tungstênio.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Classificação das zonas de vácuo. [7].....	13
Figura 2 Bomba mecânica de palhetas .....	14
Figura 3 Funcionamento Bomba mecânica de palhetas [9].....	14
Figura 4 Bomba Turbo molecular [11] .....	15
Figura 5 Esquema do circuito do sistema de alto vácuo.....	17
Figura 6 Representação da estrutura cristalina do grafeno, a qual é a base para formação dos alótropos: (a) fulereno C60, (b) nanotubos e (c) grafita. ....	18
Figura 7 Tampa e câmara usinadas. ....	23
Figura 8 KF-16 com cotovelo.....	24
Figura 9 KF-40 com visor de vidro.....	24
Figura 10 Medidor de temperatura por infravermelho Minipa MT-360 [17].....	25
Figura 11 Medição de temperatura por infravermelho .....	26
Figura 12 Base com tubos cerâmicos.....	27
Figura 13 Base do forno com tubos cerâmicos permitindo a ligação base-forno ....	27
Figura 14 Forno e base .....	28
Figura 15 Meia Lua.....	28
Figura 16 Forno com suporte para amostras.....	29
Figura 17 Passador de tensão conectado ao forno. ....	30
Figura 18 Dissipador de calor posicionado sobre a câmara. ....	31
Figura 19 Câmara completamente fechada.....	49
Figura 20 Câmara com passador de tensão.....	49
Figura 21 Câmara com passador do Termopar. ....	50
Figura 22 Câmara de vácuo com forno interno. ....	50
Figura 23 Câmara de vácuo com todos passadores e com forno dentro. ....	51
Figura 24 Arranjo experimental montado com fonte de tensão e corrente. ....	52

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 Rampa de temperatura 0 á 40 segundos .....	36
Gráfico 2 Rampa de temperatura 40 á 60 segundos .....	38
Gráfico 3 Rampa de temperatura 60 á 84 segundos .....	40
Gráfico 4 Rampa de temperatura 84 á 96 segundos .....	42
Gráfico 5 Rampa de temperatura 96 á 120 segundos .....	44
Gráfico 6 União das partes da rampa de temperatura 0 á 120 segundos .....	45
Gráfico 7 Temperatura estacionária 120 á 1200 segundos .....	47
Gráfico 8 Rampa de temperatura + Temperatura estacionaria.....	47
Gráfico 9 Rampa de temperatura (experimental) .....	54
Gráfico 10 Estado transitório e estacionário da temperatura.....	57

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>11</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>12</b>
2.1	Teoria cinética dos gases .....	12
2.2	Vácuo.....	12
2.3	Bomba de vácuo .....	13
2.4	Sistema de vácuo.....	16
2.5	Grafeno .....	17
2.6	Sputtering (Pulverização catódica).....	18
2.7	Condução.....	18
2.8	Convecção .....	19
2.9	Radiação .....	20
2.10	Transferência de calor .....	21
2.11	Overshoot (distorção de sinal) .....	22
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E METÓDOS.....</b>	<b>22</b>
3.1	Câmara de vácuo e tampa. ....	22
3.2	Flanges .....	24
3.3	Suporte para visor de vidro .....	24
3.4	Medidor de Temperatura por infravermelho .....	24
3.5	Forno.....	26
3.6	Suportes de amostra.....	29
3.7	Passadores .....	30
3.8	Dissipador de calor .....	30
<b>4</b>	<b>PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....</b>	<b>32</b>
4.1	Aquecimento em função do tempo.....	32
4.1.1	Resolução e levantamento de gráficos através da equação diferencial ordinária.....	34
4.2	Testes de vazamento do sistema de vácuo .....	48
4.3	Alimentação do Forno .....	52
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>53</b>
5.1	Resultados obtidos com teste de vazamento.....	53
5.2	Aquecimento do forno .....	54
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>58</b>

<b>7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>59</b>
<b>8 BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>60</b>
<b>9 ANEXOS.....</b>	<b>62</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O desígnio deste trabalho é a modelagem [1], projeto e construção de um forno a vácuo com temperatura controlada em função tempo a fim de capacitá-lo para a produção de grafeno no futuro. Este trabalho é continuidade de pesquisa anterior do grupo [2]. O presente forno terá como objetivo realizar tratamento térmico em filmes de carbono obtidos pela técnica de sputtering visando a produção do grafeno. Obviamente também poderá ser usado em outras situações que necessitem de tratamento térmico com características oferecidas na qual a obtenção da temperatura desejada ocorra em pequeno intervalo de tempo de 120s.

O grafeno é uma das formas cristalinas do carbono, que é o principal elemento químico encontrado na nossa natureza. Todo átomo deste elemento tem a aptidão de se ligar com outros quatro átomos do mesmo gênero, realizando ligações simples, duplas e triplas.

A técnica mais usada atualmente para obtenção de filmes finos de carbono é a CVD (Deposição química a vapor), esta técnica permite fazer a deposição de metais, elementos não metálicos e ainda grandes quantidades de compostos como carbonetos, nitretos, óxidos, compostos intermetálicos e muitos outros.

A produção de filmes finos cristalinos de carbono pela técnica de sputtering é pouco achada na literatura, o que desperta o interesse em seu estudo. Alguns trabalhos publicados relatam superficialmente a obtenção de grafeno através de filmes finos de carbono que passaram pela técnica de pulverização catódica em todo ou em parte do processo de deposição. [3]

Visando a obtenção do grafeno foi feito o projeto do forno utilizando o programa Inventor (Autodesk) e uma modelagem físico-matemática de um forno com temperatura controlada em função do tempo. O aquecimento é feito através da aplicação de potência em um filamento de tungstênio, e a transferência de calor é estimada unicamente por radiação, já que o forno trabalhará em alto-vácuo.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Teoria cinética dos gases

A teoria cinética parte da hipótese de que um gás é composto por moléculas, sendo assim, a pressão exercida por um gás nas paredes de um determinado recipiente pode ser explicada pelo constante choque das moléculas no recipiente. Grandes números de choques resultam em uma força por unidade de área, que é definida como pressão. A pressão que um gás exerce nas paredes que o contém é pertinente a energia das moléculas do gás. Pressão pode ser medida em diversas unidades: atmosfera (atm), milímetros de mercúrio (mmHg), milibar (mbar). [4]

$$1 \text{ atm} = 760 \text{ mmHg} = 1013 \text{ mBar} \quad (1.1)$$

### 2.2 Vácuo

Na física e na química se define o vácuo como ausência de matéria em uma certa região de espaço. Segundo o dicionário [5], vácuo é um lugar onde não contém nada. Num segundo sentido, o dicionário acrescenta espaço imaginário ou real não ocupado por coisa alguma.

Porém, não há equipamento capaz de reduzir a matéria, num certo volume, a zero. Ou seja, não é possível obter o vácuo perfeito: o vácuo absoluto. [6]

O nível de vácuo pode ser rotulado em função das zonas de pressão em que está. Em um ambiente de vácuo o fluxo de escoamento varia conforme a faixa de pressão em que o sistema se encontra.

Zona de Pressão	Pressão (mbar)
Atmosférica	$10^3$
Baixo Vácuo	$10^3 - 1$
Médio Vácuo	$1 - 10^{-3}$
Alto Vácuo	$10^{-3} - 10^{-7}$
Ultra-Alto Vácuo	$<10^{-7}$

Figura 1 Classificação das zonas de vácuo. [7]

### 2.3 Bomba de vácuo

De um modo geral, as bombas de vácuo podem ser classificadas como: bombas de transferência (ou deslocamento) de gás, que retiram os gases de uma região de um sistema de vácuo, transferindo-os para outras, ou para a atmosfera, e bombas de captura (ou fixação), que retêm os gases dentro da própria bomba.

Neste projeto foi usado a bomba mecânica de palhetas da Alcatel para fazer o pré-vácuo. A entrada da bomba é ligada ao sistema de vácuo, os gases presentes no sistema são atraídos pela entrada e chegam até a cavidade, na cavidade as palhetas são responsáveis por aprisionar o gás e direcioná-lo até o canal de exaustão, no fim desse canal há uma válvula de saída que impede que o gás volte para a bomba. Devido ao constante atrito das palhetas durante a rotação a bomba é preenchida com óleo, fazendo com que as palhetas deslizem melhor pelo sistema. A velocidade de bombeamento depende da capacidade de bomba e da velocidade de rotação das palhetas. [8]



Figura 2 Bomba mecânica de palhetas

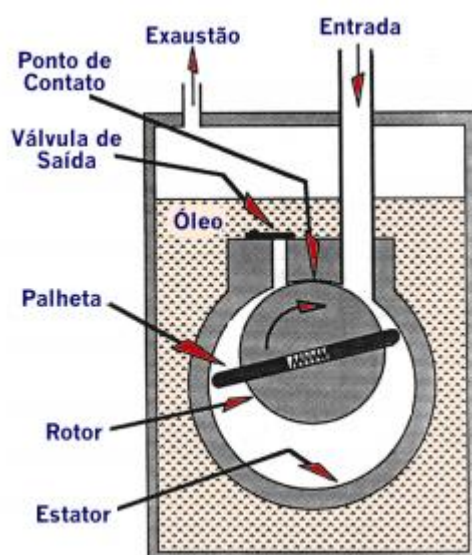


Figura 3 Funcionamento Bomba mecânica de palhetas [9]

A bomba turbo molecular da Alcatel foi utilizada para realizar o alto vácuo, por ser uma bomba livre de óleo, garantiu uma maior limpeza no interior da câmara o que é de extrema importância para o futuro tratamento de amostras. A base física da ação desta bomba é o efeito de interação entre uma molécula de gás e uma superfície em movimento. Quando uma molécula atinge uma superfície ela fica aderida por um curto tempo, ganhando durante este tempo uma componente de velocidade na direção em que a superfície está se movendo.

A molécula que incide numa lâmina do rotor tem uma probabilidade maior de descer, em função do movimento lateral da lâmina e de sua inclinação.

As lâminas do estator também são inclinadas e sua direção é oposta as do rotor. Esta inclinação aumenta a probabilidade de as moléculas continuarem descendo na direção axial.

Para que as lâminas sejam efetivas sua velocidade deve se aproximar da velocidade das moléculas, caso contrário as moléculas passariam pelas lâminas do rotor sem serem atingidas.

Na parte inferior da bomba, onde a pressão torna-se maior, há uma saída para a ligação em uma bomba de deslocamento. [10]



Figura 4 Bomba Turbo molecular [11]

## 2.4 Sistema de vácuo

A seguir temos um esquema do sistema de vácuo para o forno. A pressão de trabalho do forno a vácuo é  $5 \times 10^{-5}$  mbar (regime molecular). Nesta pressão, a única forma de transmissão de calor que existe é por radiação. O sistema de bombeamento é composto por uma bomba turbo-drag da empresa Alcatel.

Esta bomba de alto-vácuo deverá ser bombeada em sua saída (flange de exaustão) por uma bomba de pré-vácuo, no caso, usamos uma bomba mecânica de palhetas da empresa Alcatel. No esquema do circuito de vácuo vemos que há sensores de temperatura, sensores de pressão e a possibilidade de injeção de gases de processo. Há vários componentes auxiliares, tornando a operação do sistema de vácuo mais simples e segura. A câmara de vácuo é construída em aço inoxidável da linha 304 L. As vedações são de elastano Buna-N. Todos os flanges do sistema de vácuo são do tipo KF, no caso, foram usados KF- 10, KF- 16, KF- 25 e KF- 40. Em torno da câmara de vácuo há um sistema de troca de calor com ventilação forçada para não ocorrer a elevação da temperatura, de forma a não comprometer a integridade do sistema de vácuo.

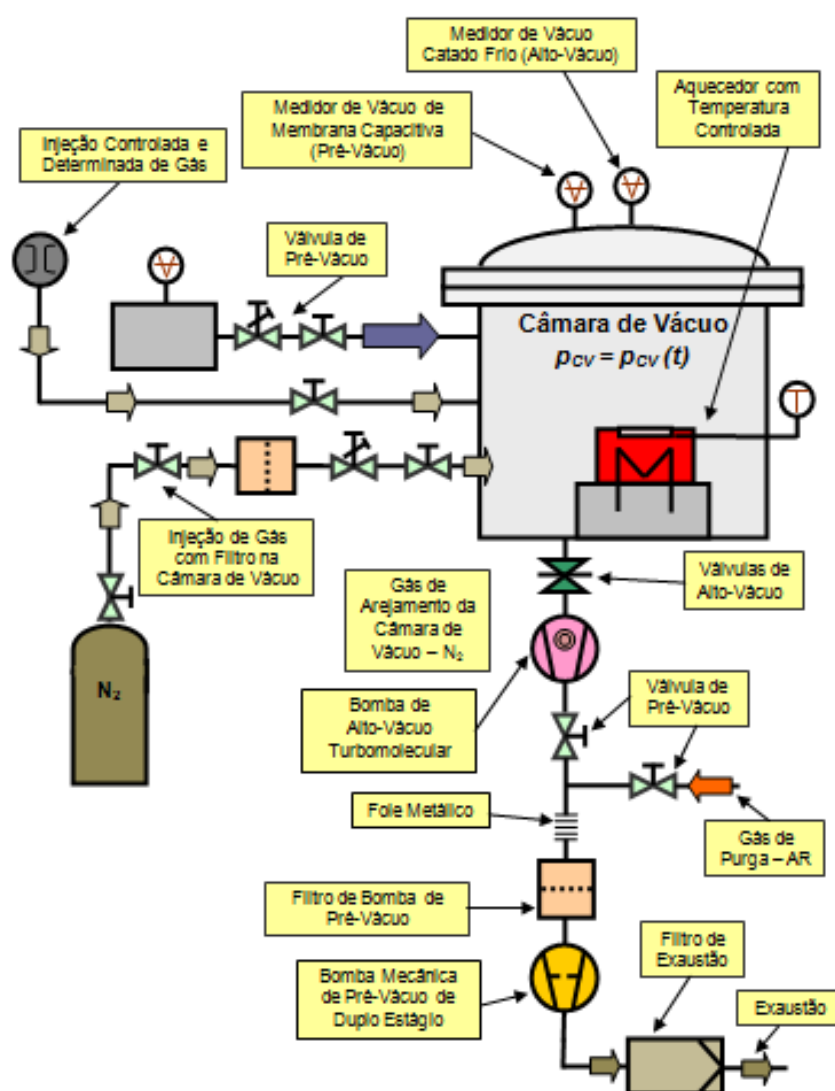


Figura 5 Esquema do circuito do sistema de alto vácuo

## 2.5 Grafeno

O grafeno é um material plano, bidimensional, formado por apenas um ou alguns planos de átomos de carbono. Este material possui alguns predicados como boa condutividade elétrica e boa resistência mecânica. Na Figura 4 é mostrada uma representação da estrutura cristalina do grafeno e de seus alótropos derivados como o fulereno C60, os nanotubos e a grafita. [3]

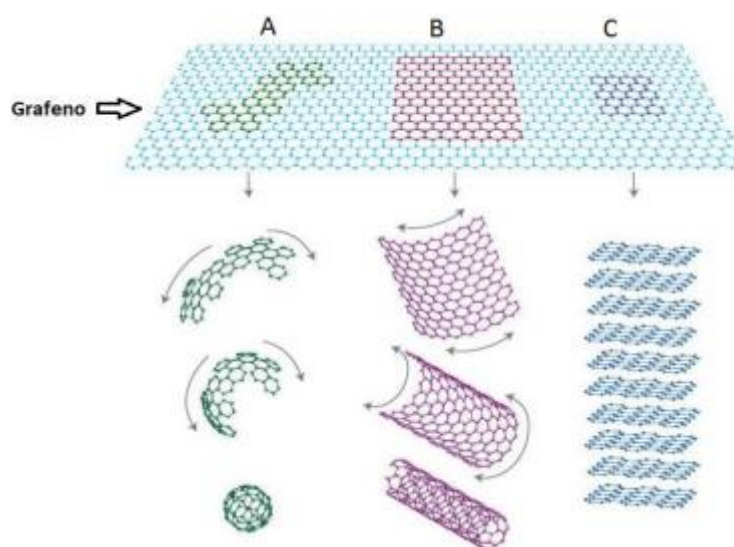


Figura 6 Representação da estrutura cristalina do grafeno, a qual é a base para formação dos alótropos: (a) fulereno C60, (b) nanotubos e (c) grafita.

## 2.6 Sputtering (Pulverização catódica)

Sempre que a superfície de um material sólido é bombardeada por átomos ou íons com energias de alguns eV ou KeV ocorrerá erosão da mesma através da remoção de alguns átomos superficiais. Este fenômeno denomina-se pulverização (“sputtering”). Designa-se por alvo o material a ser pulverizado, que é colocado numa câmara de vácuo juntamente com os materiais que se pretendem revestir os substratos. As espécies mais empregadas neste bombardeamento são átomos inertes e pesados. Inertes de modo a reduzir a possibilidade de reação com outros íons do plasma e pesados de modo a possuírem um maior momento linear no momento de impacto com o alvo. Por estas razões o argônio é um dos gases mais utilizados. Para ionizar os átomos efetua-se uma descarga eléctrica, a baixa pressão, entre o cátodo e o ânodo. [12]

## 2.7 Condução

Ao refletirmos em condução devemos ter em mente conceitos de atividades atômicas e moleculares, pois são tais processos que mantêm este fenômeno de transferência de calor. A condução é a transferência de energia das partículas mais energéticas para as menos energéticas de um material, esta transferência de calor acontece devido a interações entre as partículas.

Tal energia de transferência está relacionada ao movimento de translação aleatório das partículas, assim como aos movimentos de rotação e vibração das moléculas.

Temperaturas mais altas estão relacionadas as energias moleculares mais altas, e, quando ocorre o choque com as moléculas vizinhas, como fazem constantemente, uma transferência de energia das moléculas mais energéticas para menos energéticas deve ocorrer.

A transferência de calor por condução só ocorre quando há meio material, pois, ela depende da presença da molécula. [13]

O fenômeno de condução pode ser expresso por:

$$Cond = k \cdot \frac{\Delta T}{L} \quad (1.2)$$

Onde:

$k$  =condutividade térmica do material [W/(m·K)];

$\Delta T$  =variação de temperatura [K];

$L$  =espessura do material na qual o calor é transferido [m];

## 2.8 Convecção

A convecção tem dois mecanismos de transferência de calor, além da transferência de energia por movimento molecular aleatório a energia também se transfere por movimento global ou macroscópico do fluido. O movimento do fluido está associado ao fato de que, em um instante qualquer, um grande número de moléculas está se movendo coletivamente ou agregado. [14]

A descrição e explicação desse processo é simples: quando uma certa massa de um fluido é aquecida suas moléculas passam a mover-se mais ligeiramente, afastando-se, em média, uma das outras. Como o volume ocupado por essa massa fluida aumenta, a mesma torna-se menos densa. A tendência dessa massa menos densa no interior do fluido como um todo é sofrer um movimento de elevação, ocupando o lugar das massas do fluido que estão a uma temperatura inferior. A parte do fluido mais fria (mais densa) move-se para baixo tomando o lugar que antes era ocupado

pela parte do fluido anteriormente aquecido. Esse processo se repete inúmeras vezes enquanto o aquecimento é mantido, dando origem as chamadas correntes de convecção. São as correntes de convecção que mantêm o fluido em circulação. O fenômeno de convecção pode ser classificado em dois tipos: convecção forçada, quando o escoamento é causado por ação e de meios externos, e convecção natural, quando o fluido é induzido por forças de empuxo, devido a diferenças de densidades do fluido causadas pela variação de temperatura. Ambos os casos influenciam na transferência de temperatura. [13]

Autônoma do caráter a transferência de calor por convecção pode ser delineada por:

$$Conv = h. (Ts - Tf) \quad (1.3)$$

Onde:

$h$  =coeficiente de transmissão de calor por convecção [W/m<sup>2</sup>K];

$T_s$  =temperatura da superfície [K];

$T_f$  =temperatura do fluido [K];

O coeficiente de transmissão de calor por convecção varia conforme o modelo de convecção do sistema, alcançando valores maiores quando se há convecção forçada.

## 2.9 Radiação

Radiação térmica é a energia emitida pela matéria que se encontra a uma temperatura não-nula.

A radiação não ocorre apenas a partir de superfícies solidas, a emissão também ocorre a partir de gases e líquidos.

A energia do campo de radiação é transportada por ondas eletromagnéticas (ou, alternativamente, fótons).

Enquanto a transferência de energia por condução ou convecção requer a presença de um meio material, a radiação não necessita dele. Na realidade a transferência de energia por radiação ocorre mais efetivamente no vácuo.

A radiação que é emitida pela superfície tem sua origem na energia térmica da matéria delimitada pela superfície, e a taxa na qual a energia é liberada por unidade de área ( $\text{W/m}^2$ ) é conhecida como poder emissivo,  $\varepsilon$ , da superfície.

A transferência de calor por radiação pode ser definida por:

$$Rad = \sigma \cdot \varepsilon \cdot (T_f^4 - T_i^4) \quad (1.4)$$

Onde:

$\sigma$  =constante de Stefan-Boltzman ( $\sigma=5,67 \cdot 10^{-8}$ ) [ $\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ ];

$\varepsilon$  =emissividade;

$T_f$  =temperatura final [K];

$T_i$  =temperatura inicial [K];

A emissividade de um material é a capacidade de emissão de energia por radiação, essa taxa de emissão é calculada por meio da razão entre a energia irradiada pelo material em comparação com a energia irradiada por um corpo negro, onde  $\varepsilon = 1$ . [13]

## 2.10 Transferência de calor

Calor pode ser definido como energia térmica em trânsito, causado por uma diferença de temperaturas no espaço. Enquanto existir uma diferença de temperaturas entre um ou vários meios haverá transferência de calor. Quando dois corpos com temperaturas diferentes entram em contato o corpo com temperatura maior perde calor, enquanto o corpo com menor temperatura ganha calor, esse fenômeno ocorre até que ambos os corpos estejam a uma mesma temperatura.

Para adquirir uma determinada temperatura o corpo precisa ser submetido a uma certa quantidade de energia por uma taxa de tempo para manter-se nesse valor e garantir que permaneça nele.

Esta energia é dada pela equação da Calorimetria termodinâmica. [13]

$$Q = m \cdot c \cdot \Delta t \quad (1.5)$$

$Q$  = energia necessária para ocorrer o aquecimento (cal ou J).

$m$  = massa do corpo (g ou kg).

$c$  = calor específico da substância que constitui o corpo (cal/g°C ou J/kg°C).

$\Delta t$  = variação de temperatura (°C).

## 2.11 Overshoot (distorção de sinal)

Em eletrônica overshoot refere-se aos valores transitórios de qualquer parâmetro que excede seu valor final (estado estacionário) durante a transição de um valor para outro. Uma importante aplicação do termo é o sinal de saída de um amplificador.

Overshoot ocorre quando os valores transitórios excedem o valor final. Quando eles são menores que o valor final, o fenômeno é chamado de "undershoot".

Um circuito é projetado para minimizar o tempo de subida enquanto contém a distorção do sinal dentro de limites aceitáveis.

Overshoot representa uma distorção do sinal e geralmente está associado ao tempo de estabilização, o tempo necessário para que a saída atinja o estado estacionário. [15]

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Câmara de vácuo e tampa.

Para criar um ambiente propício para realização do estudo foi preciso projetar novos equipamentos e modificar os já existentes para que se adequassem aos tamanhos das amostras e as condições de alta temperatura. Para criar um ambiente controlado, primeiro foram feitas modificações na câmara de vácuo. Ao mesmo tempo que ela deveria fornecer condições para o alto vácuo a mesma deveria fornecer mecanismos para troca de calor.

A câmara é completamente feita de aço inox, possuindo fácil usinagem. Na parte da frente da câmara existem seis furos passantes para fixação da cobertura da câmara através de parafusos M6 e ao redor é posicionado um canal de O-Ring para realizar a vedação da câmara em relação a tampa. A grande abertura posicionada na parte da frente da câmara permite a manipulação do interior de forma bastante simples.

A câmara possui os flanges KF-16 encontrados na parte superior da câmara e o flange KF-40 encontrado na parte traseira, ambos já existiam na câmara.

Na parte superior da câmara foi criada uma entrada para o flange KF-40 com visor de vidro, esta entrada permite a passagem do laser do medidor de temperatura por infravermelho. Desenhos detalhados nos anexos A e B.

Na parte frontal da câmara é posicionada a tampa, uma chapa de aço inox moldada no mesmo formato da câmara. Nas laterais existem seis furos para fixação na parte superior da câmara através do uso de parafusos M6. A tampa possui 3 flanges KF-16 que permitem a colocação dos passadores de tensão e termopar.

A segunda modificação foi realizada na tampa, onde foi criado um flange KF-16 com cotovelo, para permitir a colocação de um segundo termopar ou medidor de vácuo para um melhor controle de temperatura e pressão. No projeto do KF-16 também foi levado em consideração que nem todos medidores de pressão poderiam trabalhar na posição horizontal, logo um flange posicionado na direção vertical, evitaria possíveis problemas. Desenhos detalhados nos anexos C e D.



Figura 7 Tampa e câmara usinadas.

### 3.2 Flanges

Flanges são componentes usados em sistemas de tubulações para ligar duas ou mais tubulações. Foram projetados com aço inox, sendo um KF-40 com visor de vidro que permite a passagem do laser do medidor infravermelho de temperatura. O visor de vidro do KF-40 foi fixado com cola epóxi a fim de garantir uma maior vedação. Desenhos detalhados nos anexos E, F e G. O outro foi um flange KF-16 com cotovelo para fazer a passagem do termopar. Desenhos detalhados no anexo H, I e J.



Figura 8 KF-16 com cotovelo

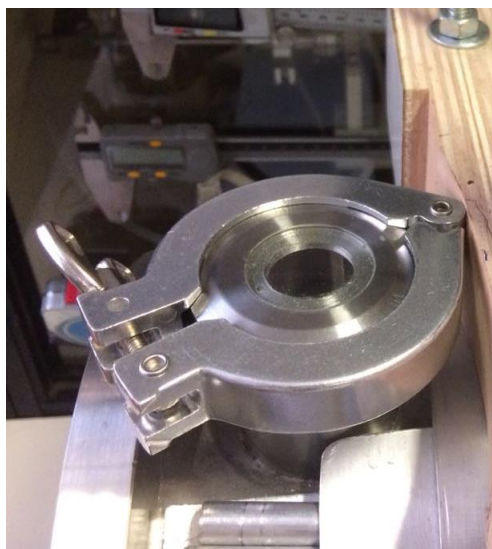


Figura 9 KF-40 com visor de vidro

### 3.3 Suporte para visor de vidro

Visando o uso de um visor na câmara, a peça desenvolvida serve como um invólucro para a janela, o centro é aberto para permitir a entrada de luz. Na parte interna conta com um o-ring para vedação e amortecimento de possíveis impactos na janela. Desenhos detalhados nos anexos F e G.

### 3.4 Medidor de Temperatura por infravermelho

O princípio de funcionamento de um medidor de temperatura usa avançados sistemas ópticos e detectores.

A energia emitida pelo objeto atinge o sistema óptico do instrumento, que conduz a energia para um ou mais detectores fotossensíveis, o detector converte a energia do

infravermelho em um sinal elétrico que, por sua vez, é convertido em um valor de temperatura que se baseia na equação de calibração do sensor e na emissividade do alvo. Este valor de temperatura pode ser indicado no display do termômetro. [16]

O sensor de temperatura por infravermelho usado neste experimento foi o da marca Minipa (MT-360).



Figura 10 Medidor de temperatura por infravermelho Minipa MT-360 [17]

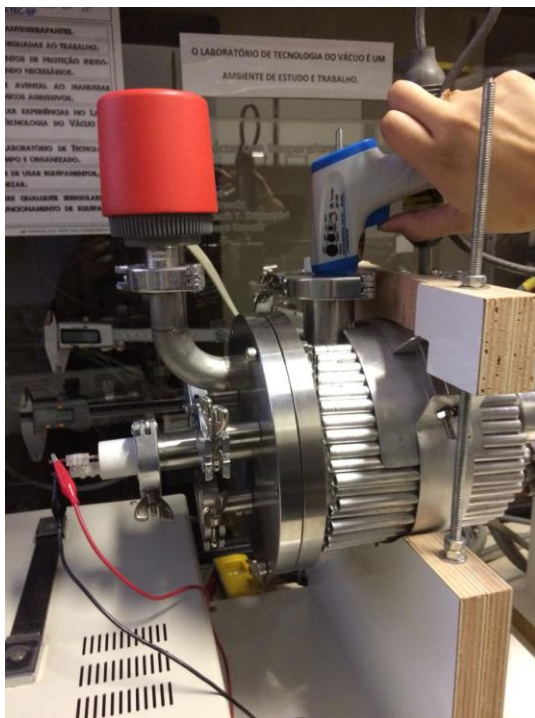


Figura 11 Medição de temperatura por infravermelho

### 3.5 Forno

O forno possui uma base, por onde passam os filamentos de tungstênio, e suporte ao forno que fica acima da base. No forno fica localizada a resistência por onde é emitido o calor. Todo o forno e sua base foram feitas em aço inoxidável, evitando possíveis problemas de oxidação decorrentes do uso de altas temperaturas.

A base do forno possui quatro entradas na parte inferior, usadas para a inserção de tubos cerâmicos pelos quais o filamento passará, esses tubos impedem que o filamento tenha contato com o material do forno, o que ocasiona um curto-circuito.

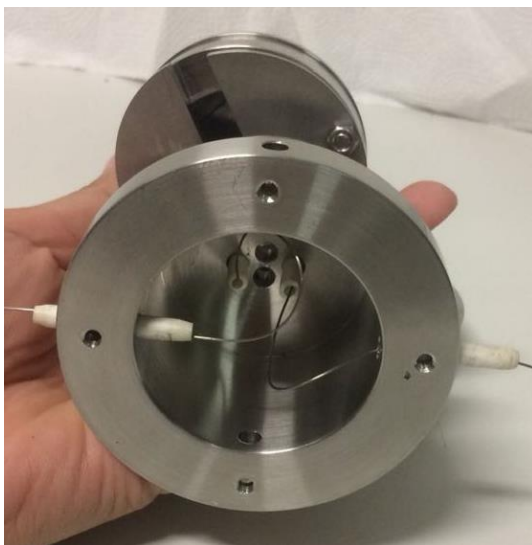


Figura 12 Base com tubos cerâmicos

Na parte superior a base possui 4 furos por onde escolhem-se apenas dois para colocação de tubos cerâmicos, nas laterais a base possui dois furos por onde são colocados parafusos para fixação dos tubos cerâmicos, assim evitando sua movimentação e o surgimento de curto circuito da carcaça da base com o filamento. Estes tubos e furos permitem a passagem do filamento para que haja a ligação da base com o forno.

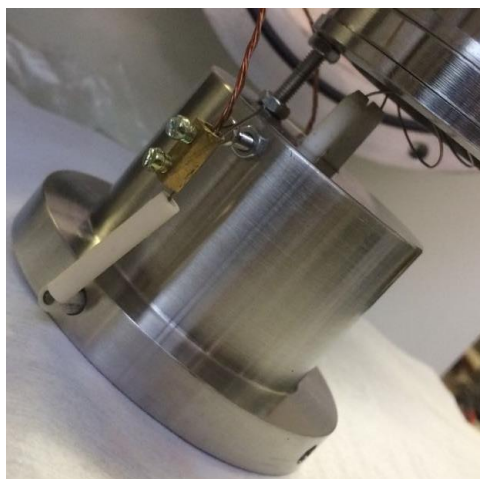


Figura 13 Base do forno com tubos cerâmicos permitindo a ligação base-forno

O forno foi projetado com uma peça oca de aço inoxidável que tem como função refugiar a espiral do filamento e servir de apoio para a superfície que será estudada.

O forno fica posicionado sobre a base, sua sustentação mecânica é feita por um parafuso que atravessa a lateral da carcaça do forno e é rosqueado na carcaça da base. Desenho detalhado no anexo K.

Foram projetados reguladores de altura para o forno com peças de aço inoxidável, afim de melhor conformar a resistência dentro do dele.

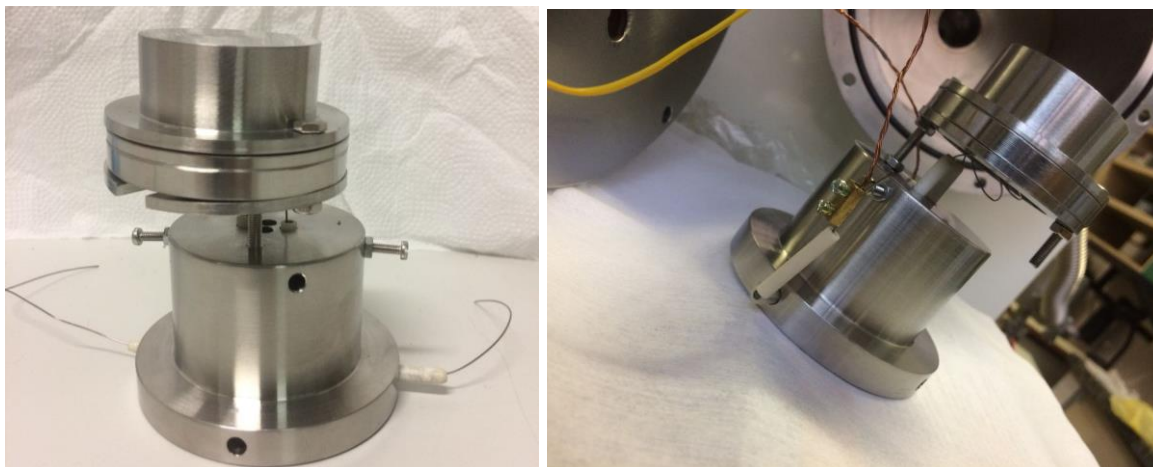


Figura 14 Forno e base

Foram projetadas peças denominadas meia-lua, que são colocadas na parte de baixo do forno para que haja uma melhor concentração de calor na superfície e para que não haja perda de calor pela parte de baixo do forno. Desenhos detalhados nos anexos L e M.



Figura 15 Meia Lua

A resistência é por onde haverá a geração do calor através da aplicação de uma potência elétrica, este calor gerado é transmitido pela parte superior do forno.

Esta resistência é feita de tungstênio, um material com alto ponto de fusão. O fio de tungstênio foi moldado manualmente em uma espiral com dois terminais.

### 3.6 Suportes de amostra

Afim de garantir um melhor posicionamento, retirada de amostra e fixação do termopar, foram desenvolvidos dois porta-amostras que foram usinados em aço inoxidável.

O primeiro porta amostra possui um furo passante no centro, de 45mm de diâmetro, que permite o uso de uma única amostra de tamanho grande, e o segundo possui três furos passantes no seu centro, cada um com 15mm de diâmetro, que permite o uso de três amostras de tamanhos pequenos.

Nas laterais os porta-amostras possuem dois furos, sendo cada um de lado, em cima destes furos há um pequeno furo para colocação de um parafuso para fixação dos fios de termopar. Desenhos detalhados nos anexos N, O, P, Q.



Figura 16 Forno com suporte para amostras.

### 3.7 Passadores

Para alimentação do forno foi utilizado um passador de tensão KF-25, por onde são passadas duas hastes de cobre, no fim destas são colocados fios de cobre para fazer a ligação do forno com a fonte de tensão. O passador é feito de Nylon, um polímero que impede o contato elétrico entre as hastes de cobre, é altamente resistente a altas temperaturas e tem uma faixa de desgaseificação baixa, fatores que são de extrema importância para o aquecimento do forno que será feito em alto vácuo.

A vedação foi feita com epóxi. Desenho detalhado no anexo R.

O passador para medição de temperatura, KF-16, foi feito de alumínio e por ele passavam-se os fios do termopar, comportou-se durante os teste de vazamento de forma satisfatória e eficaz, porém, durante o aquecimento do forno o mesmo começou a apresentar vazamentos que comprometeram o funcionamento do forno e do sistema de vácuo no geral, por isso foi retirado do experimento.

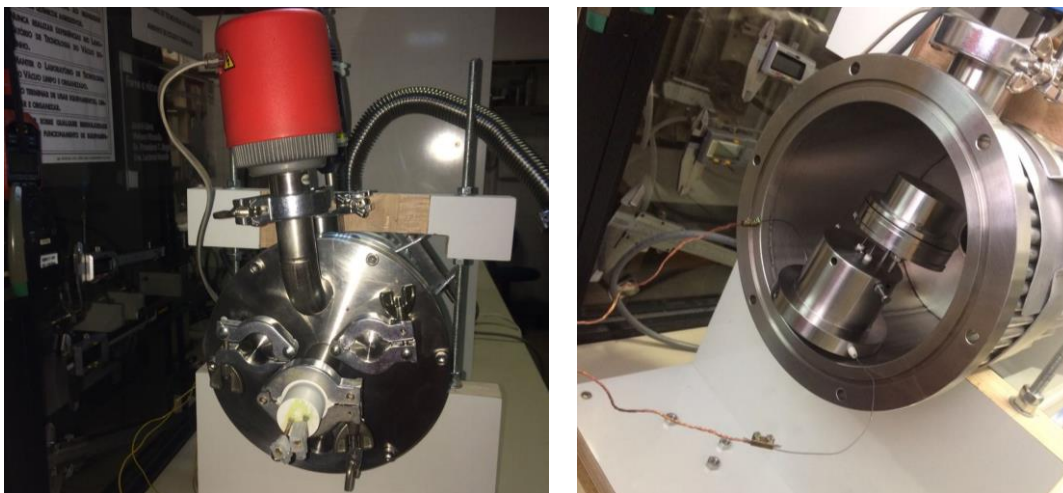


Figura 17 Passador de tensão conectado ao forno.

### 3.8 Dissipador de calor

Para dissipação de calor construímos um dissipador de calor completamente feito em alumínio. Sua construção foi totalmente manual, foram utilizadas duas placas de alumínio, que tiveram seus fundos retirados e foram cortadas nas especificações que atendiam o tamanho da câmara de vácuo.

Para fazer as aletas do dissipador foram utilizados tubos de alumínio, que foram cortados no tamanho necessário. Foram projetados reforços com furos passantes, para que fosse possível passar um parafuso entre eles, estes reforços tinham a finalidade de dar sustentação e reforço ao fechamento do dissipador. Desenhos detalhados nos anexos S, T, U.

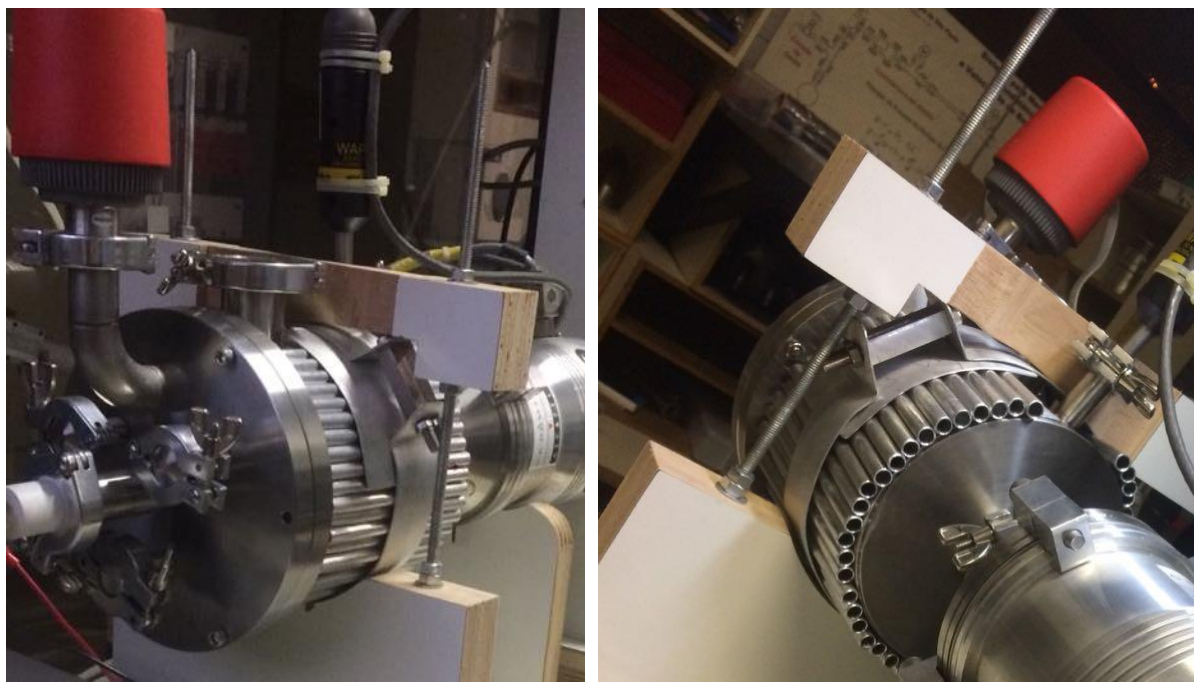


Figura 18 Dissipador de calor posicionado sobre a câmara.

## 4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

### 4.1 Aquecimento em função do tempo

Como foi dito, o forno operara em uma pressão de  $5 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ , teremos exclusivamente a troca de calor por radiação. Certamente haverá condução de calor pela estrutura mecânica do forno, mas iremos desconsiderar. Ocorre que utilizamos parafusos em aço inoxidável de diâmetro de 4 mm. O aço inoxidável não é um bom condutor de calor (considerando-o sendo um metal).

Para controlar o aquecimento do forno foi feita uma modelagem físico-matemática, levando em consideração o único mecanismo de transferência de calor, já que estaremos trabalhando em alto vácuo, apresentado na equação 1.5. O princípio considerado é de que a aplicação de potência elétrica no filamento de tungstênio resulta na geração de calor, conhecido como efeito joule

O modelo é construído considerando a energia fornecida pelo resistor do forno, que é alimentado eletricamente, e cuja potência elétrica é dada por  $P_{el\acute{e}}$  que é explicitada como:

$$P_{el\acute{e}} = v.i \quad (1.6)$$

Onde:

$v$  =tensão [V];

$i$  =corrente elétrica [A];

Partindo do princípio de que a aplicação de potência elétrica resulta na geração de calor, podemos agregar as equações 1.4,1.5,1.6.

$$m.c.\frac{T}{\Delta t} = v.i - \sigma.\epsilon.(Tf^4 - Ti^4) \quad (1.7)$$

Podemos então fazer pequenos ajustes nessa equação para adaptá-la ao nosso problema. Na equação de transferência de calor deve ser adicionada a área do forno  $[Af]$ , a qual será responsável por emitir o calor gerado pelo filamento de tungstênio. Na equação 1.4 consideramos a temperatura inicial como sendo a temperatura ambiente. Feitas essas alterações temos uma nova equação.

$$m.c.\frac{T}{\Delta t} = v.i - [\sigma.\varepsilon.Af(Tf^4 - Ti^4)] \quad (1.8)$$

Ao aproximarmos  $\Delta t \rightarrow 0$  podemos obter uma equação diferencial que determina o aquecimento em função do tempo.

$$\frac{dT}{dt} = \frac{v.i - [\sigma.\varepsilon.Af(Tf(t)^4 - Ti^4)]}{m.c} \quad (2.0)$$

Feito o modelamento físico-matemático para acompanharmos o fenômeno de transferência de calor em atmosfera de vácuo, ajustaremos as variáveis da nossa equação para melhor se adequar ao nosso problema.

$$mF.Cinox.\frac{dT(t)}{dt} = Pelé - \sigma.\varepsilon.AF(Tf(t)^4 - Ti^4) \quad (2.1)$$

Onde:

$mF$  = Massa do Forno

$Cinox$  = Calor específico do Inox

$\frac{dT(t)}{dt}$  = Derivada da temperatura no tempo

$Pelé$  = Potência elétrica (V.I)

$\sigma$  = Constante de Stefan-Boltzmann

$\varepsilon$  = Taxa de emissividade do resistor (corpo negro)

$AF$  = Área do forno

$Tf$  = Temperatura final

$Ti$  = Temperatura inicial

Adotaremos os seguintes valores para as grandezas presentes na modelagem do forno a vácuo, usando o Sistema Internacional de Unidades - SI.

$$mF = 0,341 \times 10^{-2} \text{ kg}$$

$$c_{inox} = 5 \times 10^2 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

$$AF = 1,9 \times 10^{-3} \text{ m}^2$$

$$\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$$

$$\varepsilon = 0,8$$

$$VF = V \text{ (volt)}$$

$$iF = i \text{ (ampere)}$$

$$TF = TF(t)$$

$$Ti = Tamb = 293 \text{ K ou } Ti = Tamb = 20 \text{ }^\circ\text{C}$$

#### **4.1.1 Resolução e levantamento de gráficos através da equação diferencial ordinária**

Através do levantamento do modelamento físico-matemático podemos acompanhar o fenômeno de transferência de calor em atmosfera de vácuo, feito em um software matemático. Para conseguirmos a rampa da temperatura ambiente até 1000 K em 120s foi necessário fazer ajustes na potência ao longo do tempo.

$$\frac{d}{dt}TFa(t) = G(t,TFa) \quad TFa(t0a) = TF0a$$

$$mF := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg} \quad \sigma := 5.67 \cdot 10^{-8} \quad \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$$

$$cinox := 5 \cdot 10^2 \quad \text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1} \quad \underline{\underline{V}} := 7 \quad \text{volt}$$

$$AF := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2 \quad i := 2 \quad \text{ampere}$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}} := 0.8 \quad Tinc := 293 \quad \text{K}$$

$$\underline{\underline{G}}(t,TFa) := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \varepsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (TFa^4 - Tinc^4) \right]$$

$$t0a := 0 \text{ segundo} \quad \begin{matrix} \text{tempo} \\ \text{inicial} \end{matrix} \quad TF0a := 293 \text{ K} \quad \text{temperatura inicial}$$

$$tfa := 40 \quad \text{segundos}$$

$$\underline{\underline{N}} := 50 \quad \text{números de passos de } t0a \text{ até } tfa$$

Given

$$TFa'(t) = G(t,TFa(t)) \quad TFa(t0a) = TF0a$$

$$TFa := \text{Odesolve}(t,tfa,N)$$

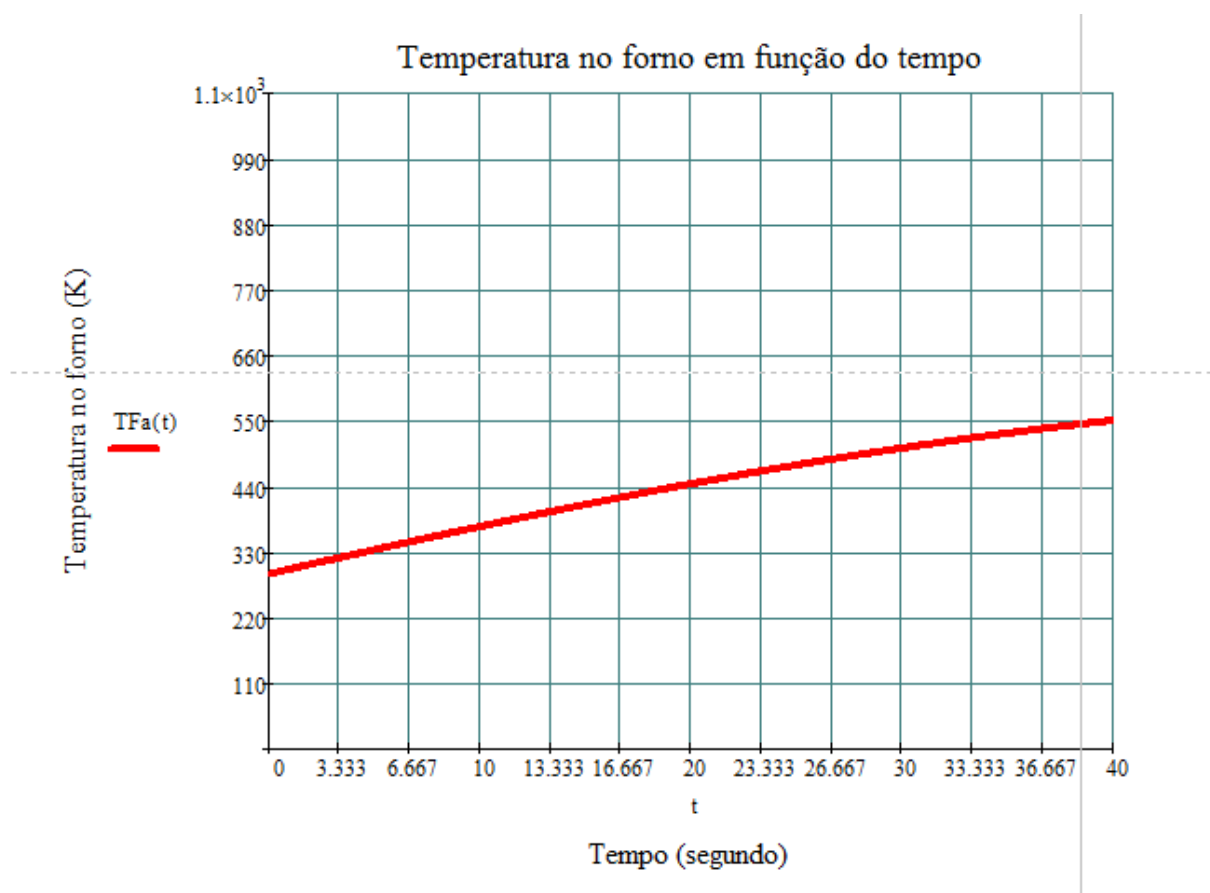


Gráfico 1 Rampa de temperatura 0 á 40 segundos

$$\frac{d}{dt}TF_x(t) = G(t, TF_x) \quad TF_x(t0_x) = TF0_x$$

$$\underline{mF} := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg}$$

$$\underline{\sigma} := 5.67 \cdot 10^{-8}$$

$$\underline{cinox} := 5 \cdot 10^2 \quad \text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$\underline{V} := 10 \quad \text{volt}$$

$$\underline{AF} := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2$$

$$\underline{i} := 3 \quad \text{ampere}$$

$$\underline{\varepsilon} := 0.8$$

$$\underline{Tinc} := 293$$

$$\underline{G(t, TF_x)} := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \varepsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (TF_x^4 - Tinc^4) \right]$$

$$t0_x := 40 \text{segundo} \quad \begin{array}{l} \text{tempo} \\ \text{inicial} \end{array}$$

$$TF0_x := 550 \text{ K} \quad \text{temperatura inicial}$$

$$tfx := 60 \quad \text{segundos}$$

$$\underline{N} := 100 \quad \text{números de passos de } t0_a \text{ até } tfa$$

Given

$$TF_x'(t) = G(t, TF_x(t))$$

$$TF_x(t0_x) = TF0_x$$

$$TF_x := \text{Odesolve}(t, tfx, N)$$

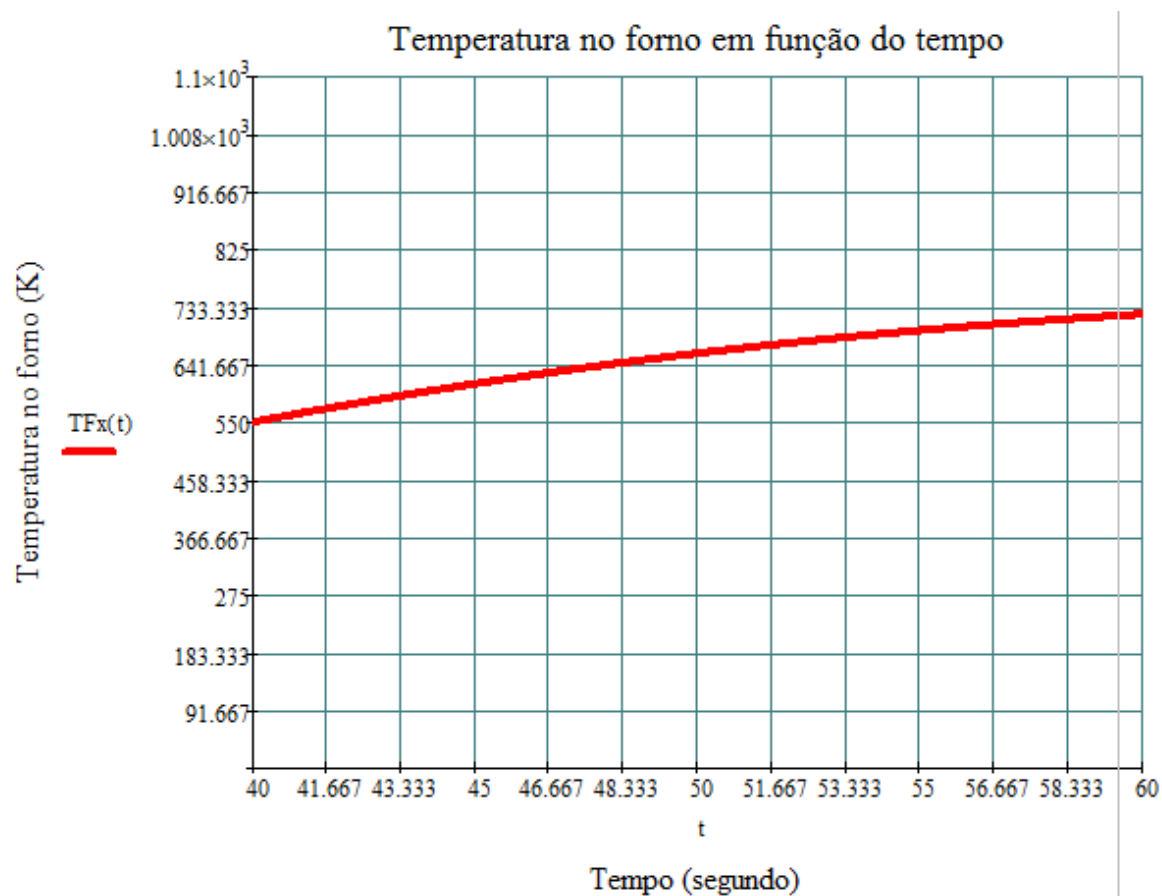


Gráfico 2 Rampa de temperatura 40 á 60 segundos

$$\frac{d}{dt}TFy(t) = G(t, TFy) \quad TFy(t0y) = TF0y$$

$$mF := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg}$$

$$\sigma := 5.67 \cdot 10^{-8} \quad \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$$

$$cinox := 5 \cdot 10^2 \quad \text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$V := 11 \quad \text{volt}$$

$$AF := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2$$

$$i := 4 \quad \text{ampere}$$

$$\varepsilon := 0.8$$

$$Tinc := 293 \quad \text{K}$$

$$G(t, TFy) := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \varepsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (TFy^4 - Tinc^4) \right]$$

$$t0y := 60 \text{segundo} \quad \begin{array}{l} \text{tempo} \\ \text{inicial} \end{array}$$

$$TF0y := 726 \text{ K} \quad \text{temperatura inicial}$$

$$tfy := 84 \quad \text{segundos}$$

$$N := 50 \quad \text{números de passos de } t0a \text{ até } tfa$$

Given

$$TFy'(t) = G(t, TFy(t))$$

$$TFy(t0y) = TF0y$$

$$TFy := \text{Odesolve}(t, tfy, N)$$

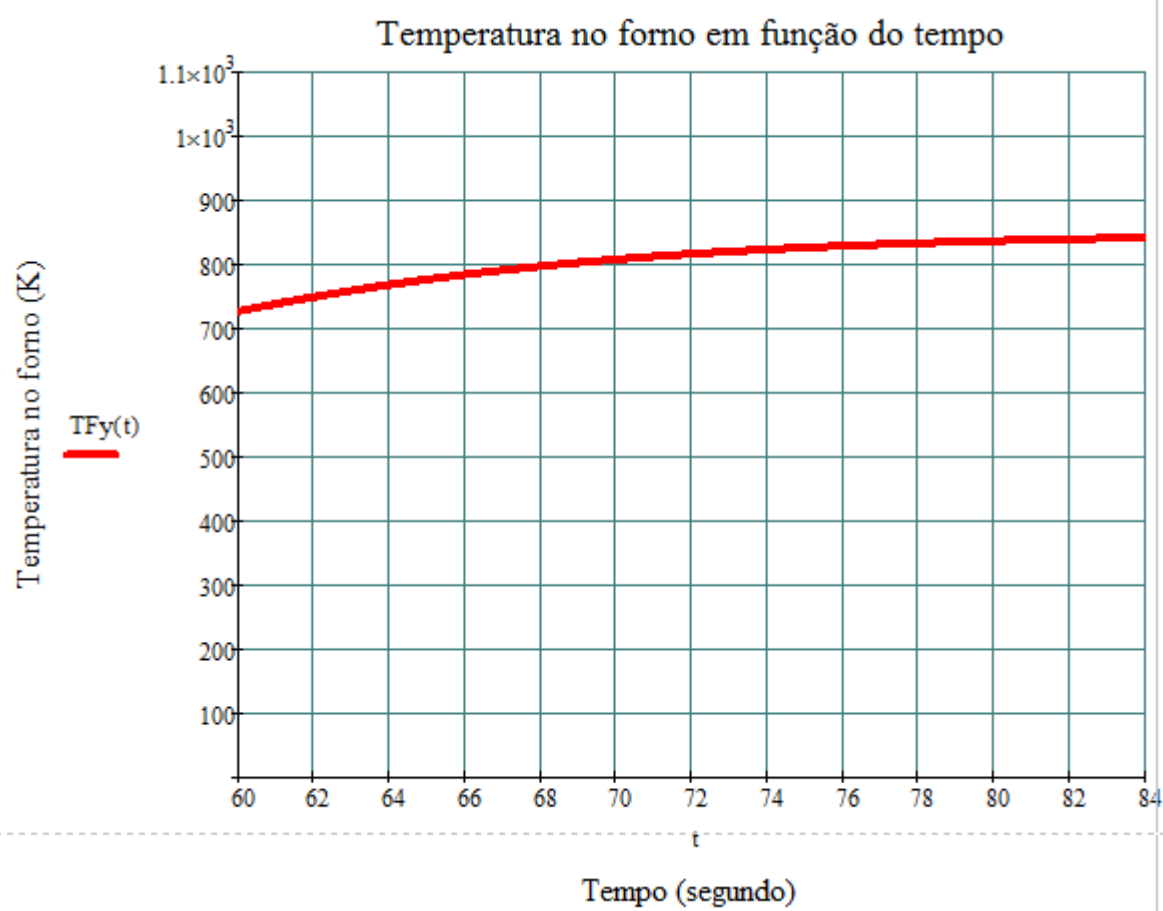


Gráfico 3 Rampa de temperatura 60 á 84 segundos

$$\frac{d}{dt} TFz(t) = G(t, TFz) \quad TFz(t0z) = TF0z$$

$$\underline{mF} := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg}$$

$$\underline{\sigma} := 5.67 \cdot 10^{-8} \quad \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$$

$$\underline{cinox} := 5 \cdot 10^2 \quad \text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$\underline{V} := 13 \quad \text{volt}$$

$$\underline{AF} := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2$$

$$\underline{i} := 4 \quad \text{ampere}$$

$$\underline{\epsilon} := 0.8$$

$$\underline{Tinc} := 293 \quad \text{K}$$

$$\underline{G(t, TFz)} := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \epsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (TFz^4 - Tinc^4) \right]$$

$$t0z := 84 \text{segundo} \quad \begin{array}{l} \text{tempo} \\ \text{inicial} \end{array}$$

$$TF0z := 840 \text{ K} \quad \text{temperatura inicial}$$

$$tfz := 96 \quad \text{segundos}$$

$$\underline{N} := 50 \quad \text{números de passos de t0a até tfa}$$

Given

$$TFz'(t) = G(t, TFz(t))$$

$$TFz(t0z) = TF0z$$

$$TFz := \text{Odesolve}(t, tfz, N)$$

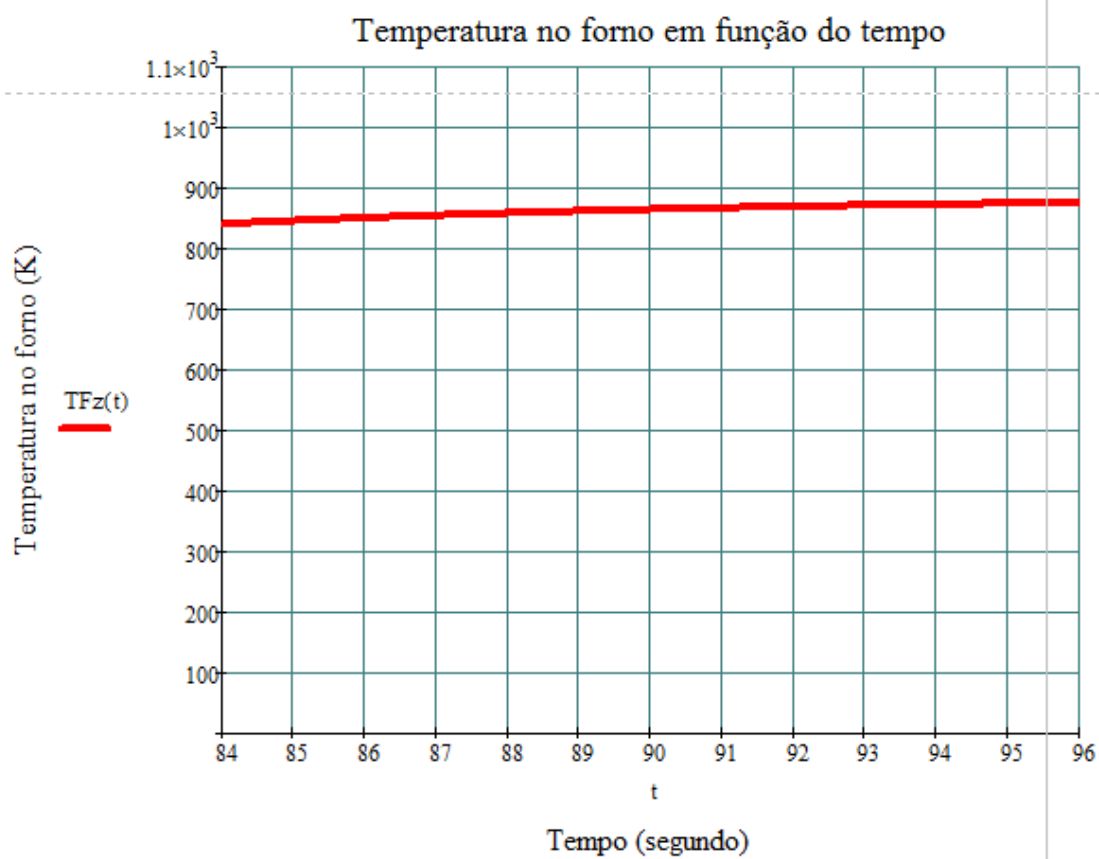


Gráfico 4 Rampa de temperatura 84 á 96 segundos

$$\frac{d}{dt}TFw(t) = G(t, TFw) \quad TFw(t0w) = TF0w$$

$$mF := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg}$$

$$\sigma := 5.67 \cdot 10^{-8} \quad \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$$

$$cinox := 5 \cdot 10^2 \quad \text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$$

$$V := 16 \quad \text{volt}$$

$$AF := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2$$

$$i := 5.5 \quad \text{ampere}$$

$$\varepsilon := 0.8$$

$$Tinc := 293 \quad \text{K}$$

$$G(t, TFw) := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \varepsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (TFw^4 - Tinc^4) \right]$$

---

$t0w := 96$  segundo    tempo inicial     $TF0w := 870$  K    temperatura inicial  
 $tfw := 120$  segundos  
 $N := 50$     números de passos de  $t0a$  até  $tfa$

Given

$$TFw'(t) = G(t, TFw(t))$$

$$TFw(t0w) = TF0w$$

$$TFw := \text{Odesolve}(t, tfw, N)$$

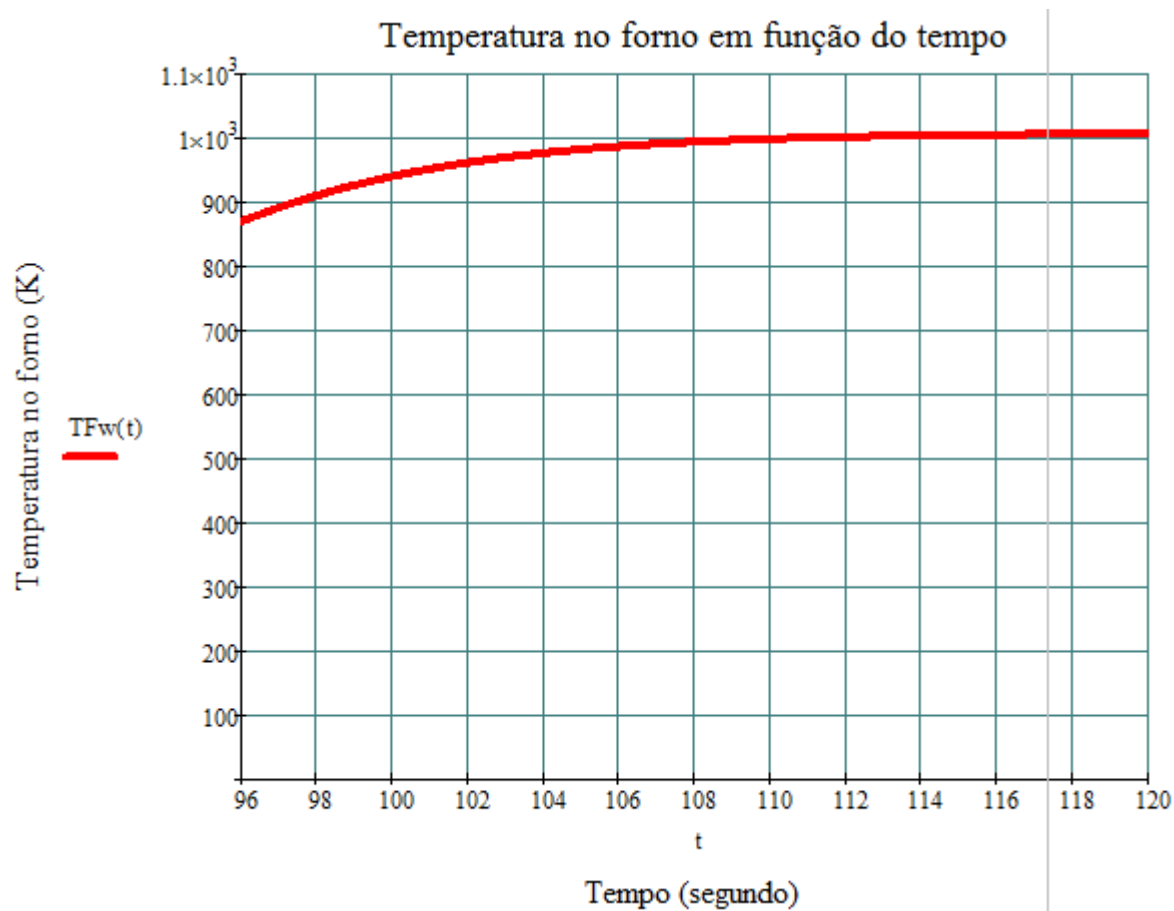


Gráfico 5 Rampa de temperatura 96 á 120 segundos

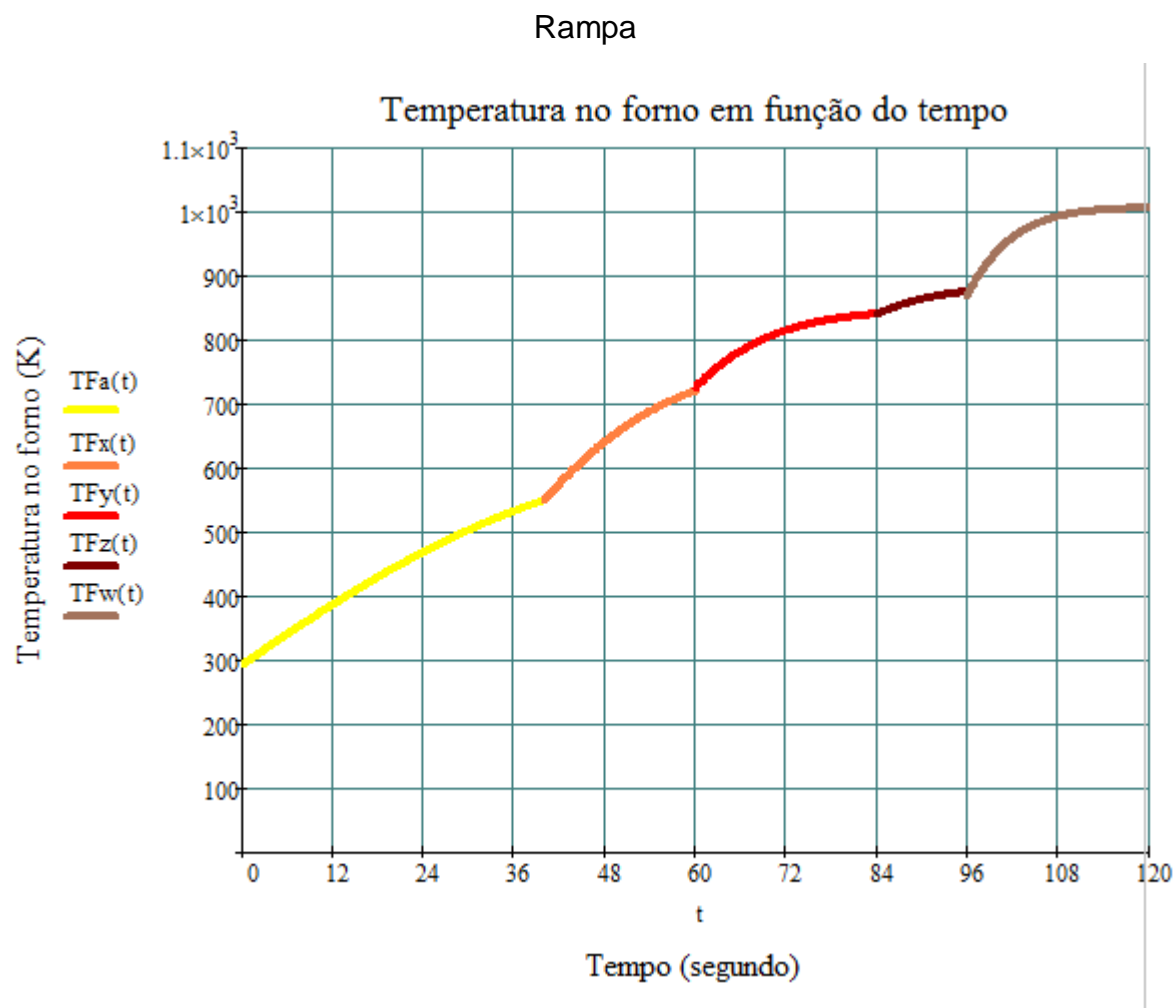


Gráfico 6 União das partes da rampa de temperatura 0 á 120 segundos

$$\frac{d}{dt} \text{TFb}(t) = G(t, \text{TFb}) \quad \text{TFb}(t0a) = \text{TF0b}$$

$$\underline{mF} := 0.341 \cdot 10^{-2} \quad \text{kg}$$

$$\underline{\sigma} := 5.67 \cdot 10^{-8} \quad \frac{\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}}{4}$$

$$\underline{cinox} := 5 \cdot 10^2 \quad \frac{\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}}{1}$$

$$\underline{V} := 15 \quad \text{volt}$$

$$\underline{AF} := 1.9 \cdot 10^{-3} \quad \text{m}^2$$

$$\underline{i} := 5.8 \quad \text{ampere}$$

$$\underline{\varepsilon} := 0.8$$

$$\underline{Tinc} := 293 \quad \text{K}$$

$$\underline{G(t, \text{TFb})} := \frac{1}{mF \cdot cinox} \left[ V \cdot i - \varepsilon \cdot \sigma \cdot AF \cdot (\text{TFb}^4 - Tinc^4) \right]$$

$$t0b := 120 \quad \text{segundo} \quad \text{tempo inicial}$$

$$\text{TF0b} := 1005 \quad \text{K} \quad \text{temperatura inicial}$$

$$tfb := 1200 \quad \text{segundos}$$

$$\underline{N} := 100 \quad \text{números de passos de } t0b = 120 \text{ segundos até } tfb \text{ 1200 segundos.}$$

Given

$$\text{TFb}'(t) = G(t, \text{TFb}(t))$$

$$\text{TFb}(t0b) = \text{TF0b}$$

$$\text{TFb} := \text{Odesolve}(t, tfb, N)$$

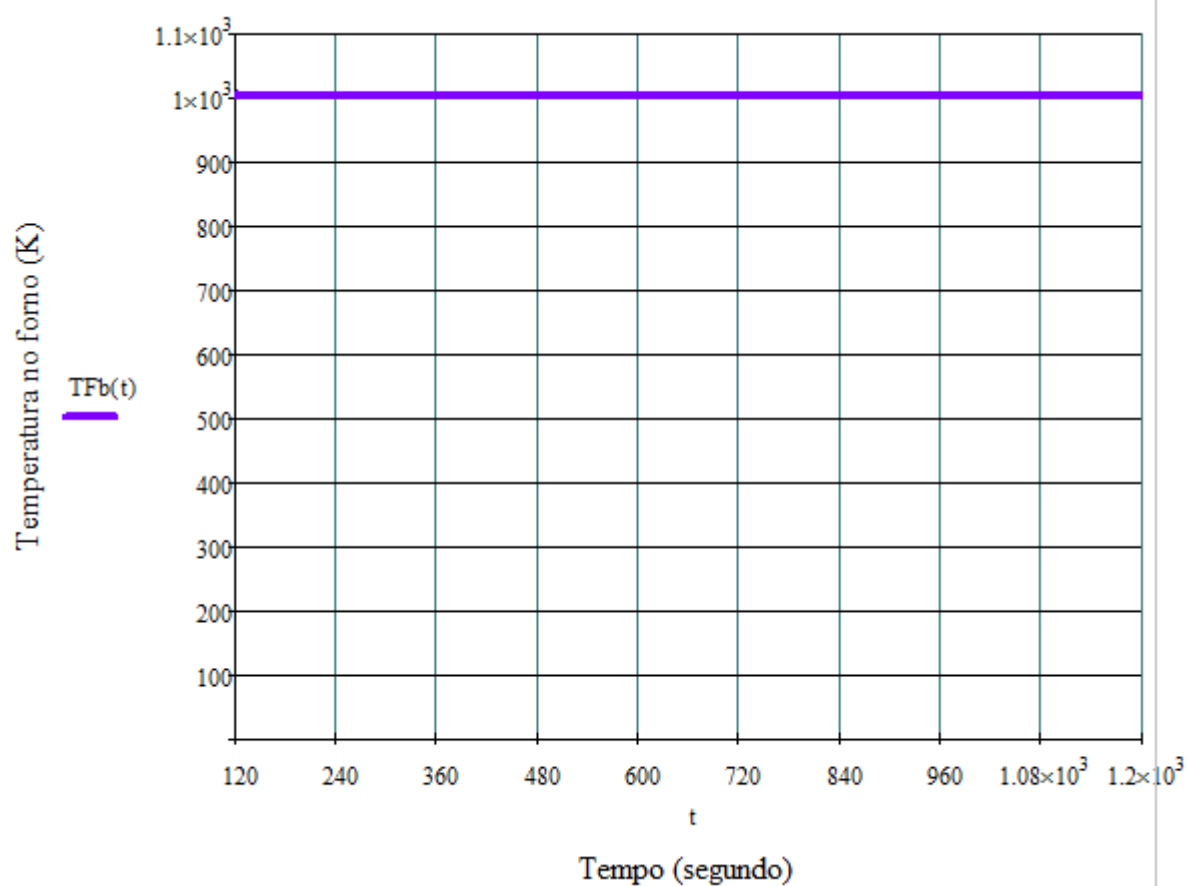


Gráfico 7 Temperatura estacionária 120 á 1200 segundos

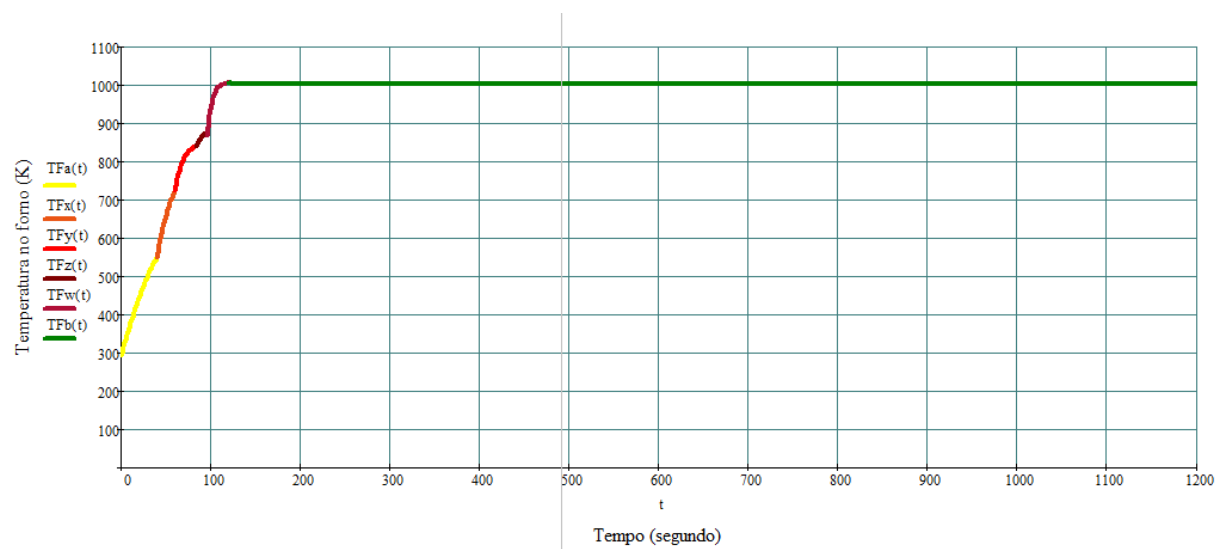


Gráfico 8 Rampa de temperatura + Temperatura estacionária

Através da simulação matemática é possível observar a presença de overshoot (distorção do sinal) na rampa, este fenômeno não está apenas presente na teoria, mas também no resultado experimental.

O overshoot existente na parte experimental é mais acentuado e está presente também na mudança do estado transitório da temperatura para o estado estacionário, este fenômeno na mudança do estado da temperatura não é possível de ser visualizado na teoria já que o modelamento matemático gera um gráfico sem essa distorção.

Este é o ponto chave no controle de temperatura do forno, pois controlar este pico de distorção no sinal se torna crucial, portanto se o mesmo exceder os limites aceitáveis pela amostra que estiver sendo caracteriza levará a carbonização da mesma.

#### **4.2 Testes de vazamento do sistema de vácuo**

Foram realizados testes vazamento do sistema completo de vácuo, utilizando pré-vácuo e alto-vácuo. Antes de realizarmos o teste de vazamento do sistema de vácuo, o mesmo foi desmontado e minuciosamente limpo com auxílio de álcool isopropílico e papel toalha, afim de retirarmos particulados e sujeiras, e, além disso as peças usinadas também passaram por um sistema de lavagem ultrassônica.

Todo o procedimento foi feito com a utilização de luvas, impedindo a contaminação do ambiente.

O primeiro teste foi realizado com a câmara de vácuo completamente fechada, o anel o-ring foi posicionado e os parafusos devidamente encaixados para garantir a fixação segura da tampa na câmara e evitar possíveis vazamentos.

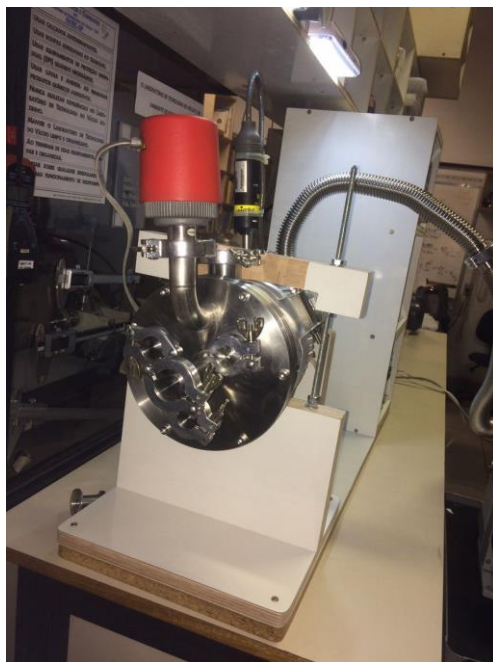


Figura 19 Câmara completamente fechada.

No segundo teste de vazamento introduzimos o passador de tensão, afim de garantir que através do mesmo não houvesse vazamentos. Entre o passador KF-25 e o flange foi colocado um anel oring e a fixação do passador com o flange foi feito utilizando uma presilha apropriada.

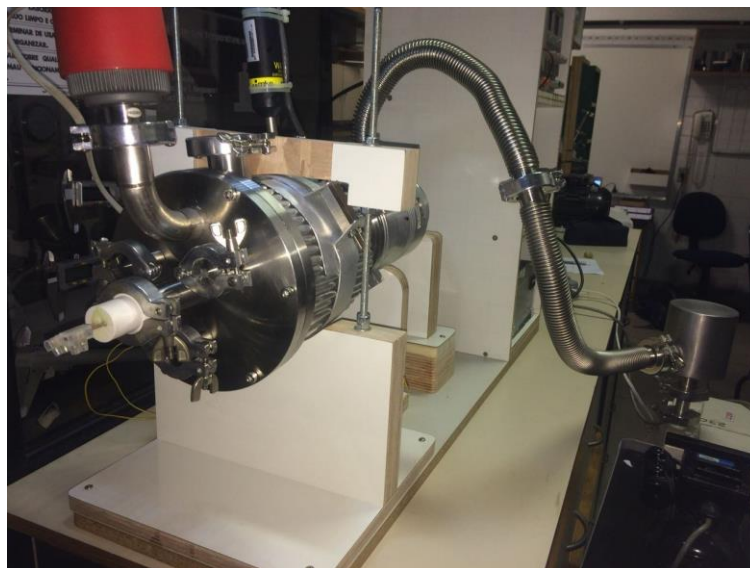


Figura 20 Câmara com passador de tensão.

O terceiro teste de vazamento foi realizado com a introdução passador do Termopar. Entre o passador do termopar e o KF-16 e a flange foi colocado um anel o-ring, a fixação do passador com o flange foi feita utilizando uma presilha apropriada.

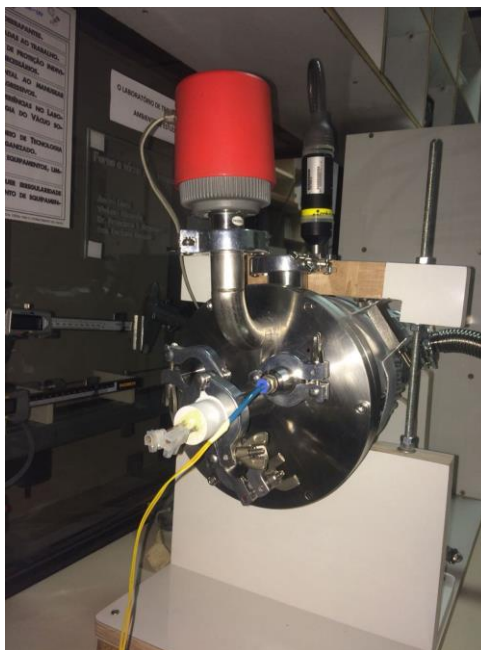


Figura 21 Câmara com passador do Termopar.

O quarto teste foi realizado com a câmara completamente fechada e com o forno dentro da câmara.

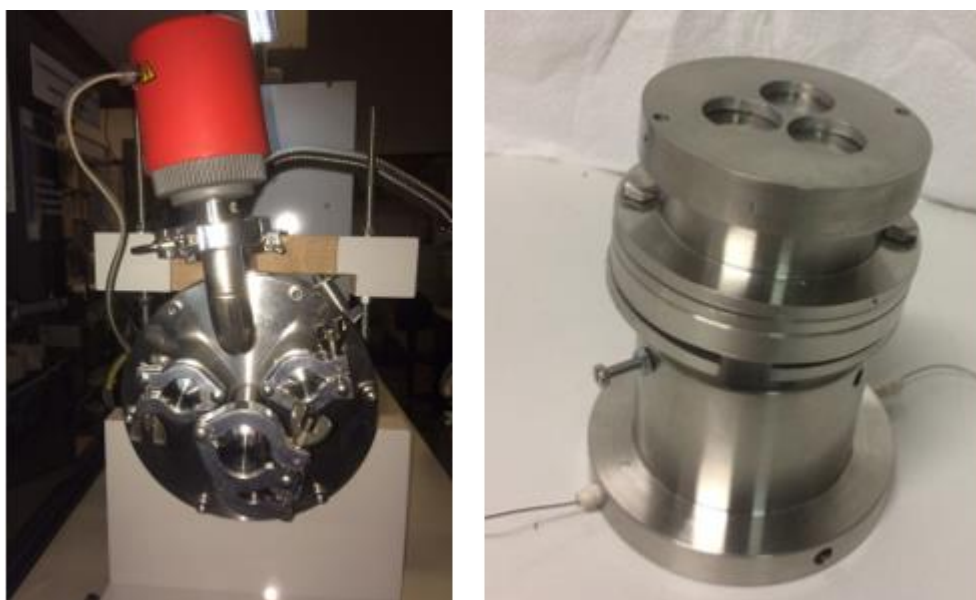


Figura 22 Câmara de vácuo com forno interno.

O quinto e último teste foi realizado com a câmara contendo todos os passadores posicionados (tensão e Termopar). O forno foi posicionado no centro da câmara e

após isso foram ligados os fios de alimentação e o fio do termopar no forno, que foram fixados com auxílio de parafusos de aço inoxidável.

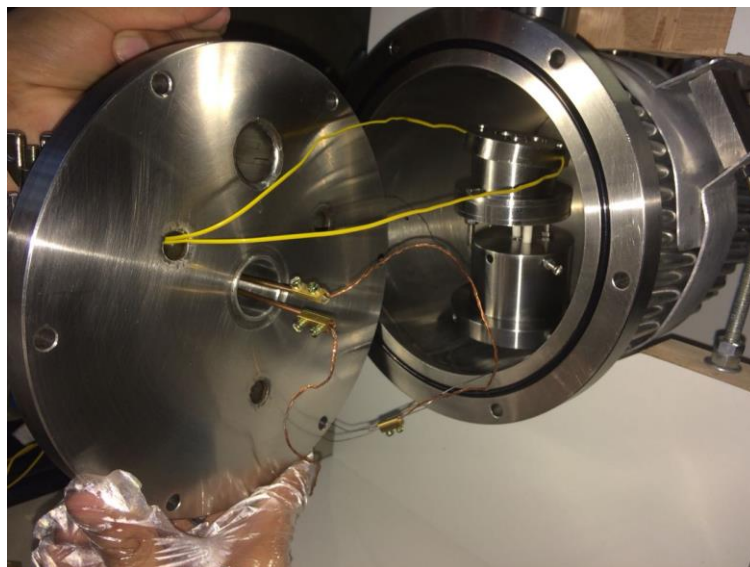


Figura 23 Câmara de vácuo com todos passadores e com forno dentro.

Com todo o sistema montado, limpo e testado pode-se dar início ao aquecimento do forno.

### 4.3 Alimentação do Forno

Com auxílio de uma fonte de tensão e corrente ajustável de 32V e 5A, foi possível fazer a alimentação do forno.

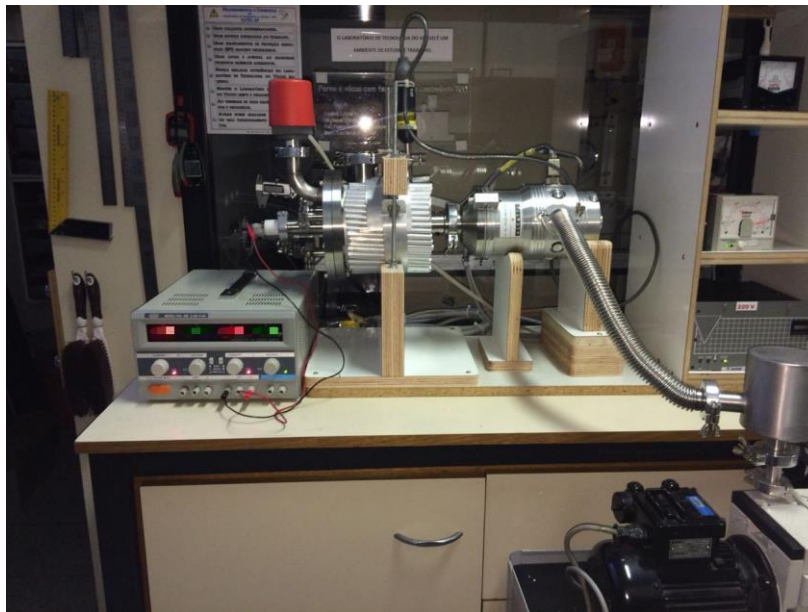


Figura 24 Arranjo experimental montado com fonte de tensão e corrente.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Resultados obtidos com teste de vazamento

Tabela 1 Resultados do teste de vazamento do sistema de vácuo

	<i>Câmara de Vácuo completamente fechada</i>	<i>Teste de flange com passador de tensão</i>	<i>Teste com passador do Termopar</i>	<i>Câmara fechada com forno</i>	<i>Câmara fechada com forno e passadores de tensão/Termopar</i>
<b>Tempo (min)</b>	<b>Pressão (mBar)</b>	<b>Pressão (mBar)</b>	<b>Pressão (mBar)</b>	<b>Pressão (mBar)</b>	<b>Pressão (mBar)</b>
<b>5 (pré-vácuo)</b>	0,79	0,79	0,79	0,79	0,79
<b>35 (alto vácuo)</b>	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

Com o levantamento da tabela de teste de vazamento do sistema de vácuo em função do tempo foi possível verificar que conseguimos atingir o alto-vácuo em apenas 35 min em toda fase de testes. O resultado obtido se manteve constante com diferentes tipos de componentes que foram sendo inseridos ao longo do experimento, o que foi bom, porque mesmo depois de colocarmos o forno e todos os passadores conectados a ele a pressão se manteve a mesma de quando a câmara estava vazia e completamente fechada. O alto-vácuo é importante para que não haja contaminações das futuras amostras que serão usadas e evitar a oxidação da resistência de tungstênio durante o aquecimento.

Mas devido a problemas de vazamento apresentados no termopar após o aquecimento do forno, as medições de temperatura foram feitas utilizando unicamente o medidor de temperatura com infravermelho. O vazamento pode ser proveniente do uso do passador em material de alumínio, que é um bom condutor de calor, logo o aquecimento do mesmo pode ter causado o rompimento do isolamento térmico dos fios do termopar, por onde pode ter ocorrido o vazamento.

## 5.2 Aquecimento do forno

Como esperado, conseguimos realizar o aquecimento do forno, os valores de potência aplicados na parte experimental tiveram que ser ligeiramente maiores quando comparados com os valores de potência teórica.

Começamos realizando o levantamento da rampa de temperatura, para atingirmos 785 K, tivemos que variar a potência aplicada seis vezes ao longo do tempo de ~120s. Foram realizados três testes de aquecimento do forno e foi levantada a média das temperaturas obtidas.

Tabela 2 Rampa de temperatura.

Potência (W)	Temperatura (K)	Tempo (segundo)
19	391	10
26	470	30
33	586	55
39	666	80
44	745	100
57	785	120

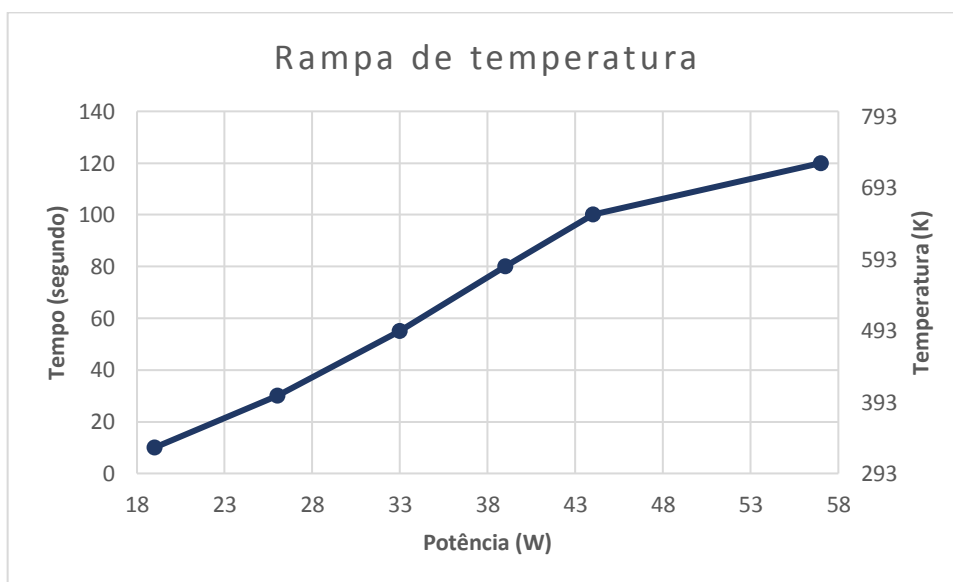


Gráfico 9 Rampa de temperatura (experimental)

Depois de atingirmos a temperatura desejada na rampa como mostrado na tabela 2 e gráfico 9, iniciamos o controle da temperatura no estado estacionário.

Tabela 3 Estado estacionário e estado transitório da temperatura

<b>Tempo (segundo)</b>	<b>Temperatura (K)</b>	<b>Potência (W)</b>
<b>10</b>	391	<b>19</b>
<b>30</b>	470	<b>26</b>
<b>55</b>	586	<b>33</b>
<b>80</b>	696	<b>39</b>
<b>100</b>	731	<b>44</b>
<b>120</b>	785	<b>57</b>
<b>125</b>	816	<b>55</b>
<b>144</b>	754	<b>48</b>
<b>160</b>	810	<b>52</b>
<b>192</b>	767	<b>46</b>
<b>205</b>	804	<b>50</b>
<b>220</b>	773	<b>39</b>
<b>240</b>	779	<b>39</b>
<b>285</b>	771	<b>39</b>
<b>310</b>	770	<b>39</b>
<b>330</b>	784	<b>39</b>
<b>370</b>	776	<b>39</b>
<b>395</b>	775	<b>39</b>
<b>440</b>	780	<b>39</b>
<b>500</b>	774	<b>39</b>
<b>540</b>	773	<b>39</b>
<b>570</b>	782	<b>39</b>
<b>600</b>	774	<b>39</b>

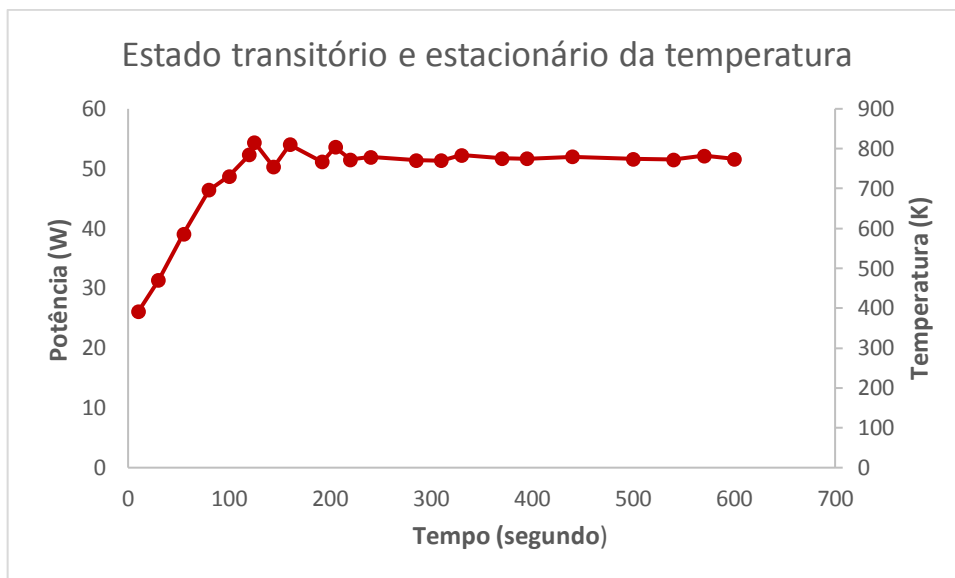


Gráfico 10 Estado transitório e estacionário da temperatura

Quando atingimos os 120s (rampa de temperatura), diminuimos e fixamos a potência em 39 (Watts) para iniciarmos o estado estacionário da temperatura em aproximadamente 775 Kelvin, que deveria se manter por 1200s. Na mudança do estado transitório para estado estacionário da temperatura, foi observado a presença de overshoot que deu uma variação de  $\pm 41$  Kelvin no eixo da temperatura como mostra a tabela 3 e gráfico10.

Após a fixação da potência a temperatura foi se estabilizar após, aproximadamente, ter passado 280 segundos e se manteve assim por mais 200 segundos apenas, após isso o controle da temperatura não foi mais possível, devido a presença de grandes picos de overshoot.

O controle de temperatura ficou limitado as características da fonte de tensão/corrente usada, o que não nos permitiu um controle mais preciso e refinado da temperatura. Este controle de temperatura foi feito configurando a fonte de tensão/corrente de forma manual e consequentemente tivemos retardo no tempo das mudanças de potência, tudo isso contribuiu para os picos de temperatura não desejados neste projeto.

A temperatura máxima alcançada também foi limitada pela fonte, que fornecia apenas 32V e 5 A.

## 6 CONCLUSÃO

O forno está operando com taxa de aquecimento de 120 s atingindo temperatura máxima de 775K; entretanto para funcionar com temperaturas superiores será necessário utilizar um controlador de temperatura mais potente.

O refinamento no controle de temperatura não foi possível devido ao fato de os ajustes da potência serem feitos manualmente. O ideal para este projeto seria um ajuste de potência automatizado, que impediria o overshoot acentuado na transição de estado da temperatura e no estado estacionário. Assim obteríamos um controle mais preciso e conseguiríamos manter a temperatura sem flutuações.

Todas alterações realizadas na câmara e tampa provaram que estão adequadas para esta utilização; a pressão pode ser variada, podendo assim trabalhar em outros regimes de vácuo. O dissipador de calor desempenhou bem seu papel, retirando o calor do entorno da câmara evitando danificações nos medidores e na bomba turbomolecular.

Podemos concluir que o objetivo deste trabalho foi alcançado com algumas ressalvas, já que se faz necessária a obtenção de temperaturas superiores a 775K para tratamento dos filmes de grafeno o que poderá ser feito no futuro.

## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

A fonte de tensão usada permite o levantamento da rampa em 120 segundos, um controle singelo da temperatura e um alcance considerável da temperatura. Entretanto, a implementação de um controlador de tensão e corrente mais potente e automatizado se faz necessária. No LTV, já foi desenvolvido um controlador de temperatura automatizado, mas que precisa ser ajustado as indigências do forno.

Através do medidor de temperatura por infravermelho é possível medir a temperatura de forma precisa; mas para que haja duas formas para medir a temperatura e assim assegurar mais confiabilidade ao forno, necessita-se da construção de um novo passador para Termopar em Nylon. O Nylon é um material isolante térmico, portanto evitaria possíveis danos ao fio do termopar.

O visor de vidro do KF-40, poderá ser fixado através da utilização de um anel oring entre o metal e o vidro, tendo como auxílio o vácuo para vedação. Com isso será possível a troca do visor de vidro com maior facilidade.

Para a segurança da integridade da bomba turbo molecular, a colocação de um anteparo entre a bomba e a câmara se faz necessária.

A automatização no controle de temperatura poderá dar uso mais amplo ao forno para tratamento térmico de amostras de outra natureza.

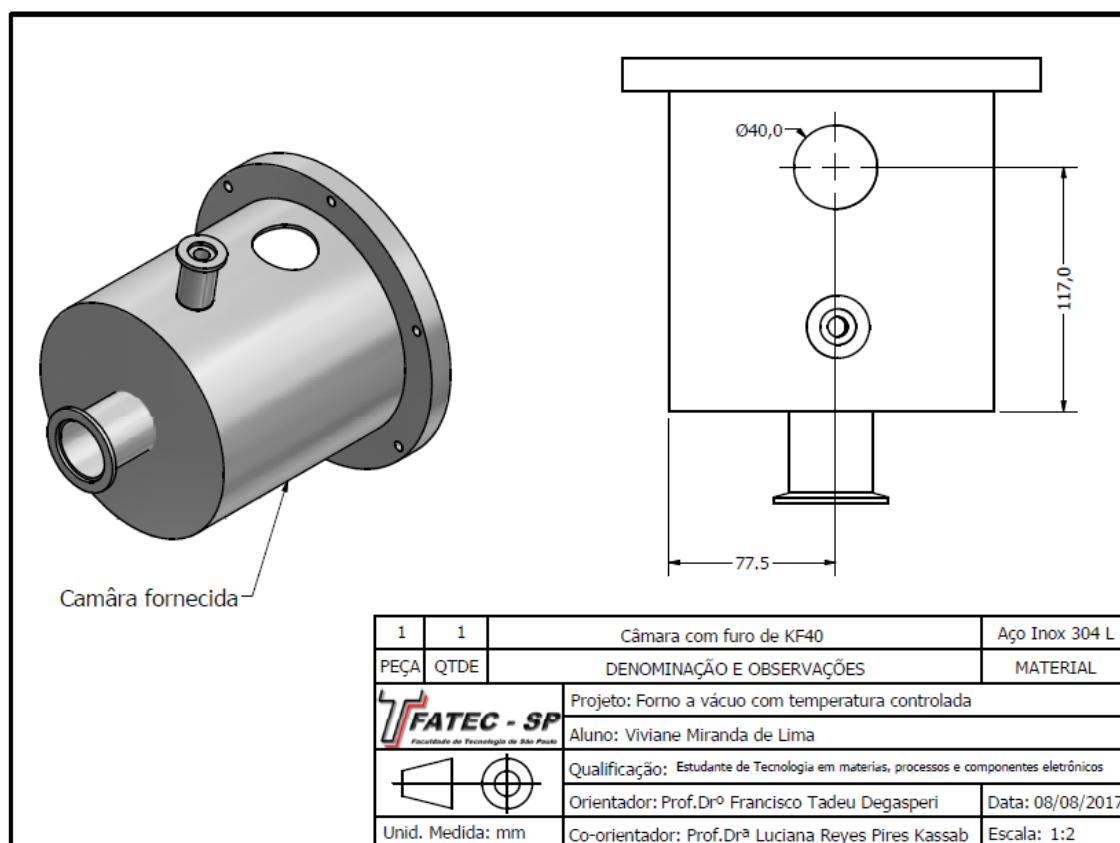
## 8 BIBLIOGRAFIA

- 1 DEGASPERI, F. T. **Modelagem de forno a vácuo**. Faculdade de tecnologia de São Paulo. São Paulo. 2017.
- 2 LIMA, A. **Projeto, modelagem e construção de forno a vácuo com temperatura controlada no tempo**. São Paulo, 2017.
- 3 SILVA, D. L. C. E. **FILMES FINOS DE CARBONO DEPOSITADOS POR MEIO DA TÉCNICA DE SPUTTERING**. São Paulo. 2015.
- 4 SILVA, R. T. D. **Notas de Aula de Física**, 2004. Disponível em: <[http://www.fisica.ufpb.br/~romero/pdf/20\\_teor%C3%ADa\\_cin%C3%A9tica.pdf](http://www.fisica.ufpb.br/~romero/pdf/20_teor%C3%ADa_cin%C3%A9tica.pdf)>. Acesso em: jul. 2018.
- 5 FERREIRA, A. B. H. **Novo Dicionário Aurélio**. Rio de Janeiro: ed. Nova Fronteira, 2017.
- 6 STEMPNIAK, R. A. **A CIÊNCIA E A TECNOLOGIA DO VÁCUO Resumo histórico e algumas aplicações**. São José dos Campos, SP: Sociedade Brasileira de Vácuo, 2002.
- 7 DEGASPERI, F. T. **Modelagem e Análise Detalhadas de Sistemas de Vácuo**.
- 8 DEGASPERI, F. T. **Slides da Disciplina de Tecnologia do Vácuo**. São Paulo, 2016.
- 9 MENDES, G. C. **Projeto e Construção de um Arranjo Experimental para Medição de Ângulos**. São Paulo: [s.n.], 2017.
- 10 HARRIS, N. S. **Modern Vacuum Practice/ Turbomolecular pumps**. Cambridge, 1989.
11. Disponível em: <<http://icrowdpt.com/2018/04/26/2018-de-mercado-da-industria-global-outlook-demanda-principais-fabricantes-de-bombas-turbomolecular-e-relatorio-de-previsao-de-2025/>>. Acesso em: 18 jul. 2018.
- 12 RICKERBY, B. A. D. S. **The Materials Science of Thin Films**. San Diego: Academic press Inc, 1992.
- 13 INCOPERA/DEWIIT/BERGMAN/LAVINE. **Fundamentos de Transferência de Calor e de Massa**. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- 14 Disponível em: <<http://penta3.ufrgs.br/CESTA/fisica/calor/conveccao.html>>. Acesso em: 16 Setembro 2017.

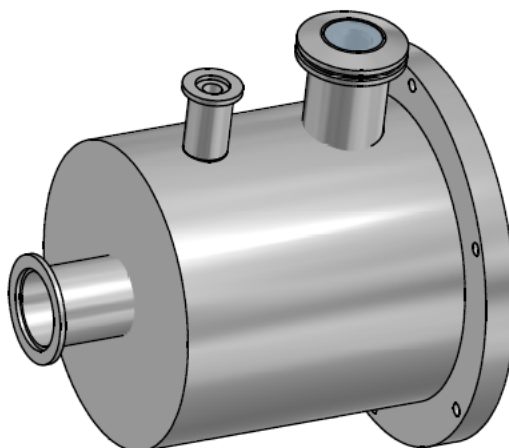
- 15 HOLBERG, P. E. A. &. **Projeto de circuito analógico CMOS**. segunda edição. Oxford University Press, 2002.
- 16 OXIGÊNIO, G. Disponível em: <<http://guias.oxigenio.com/como-funciona-um-termometro-infravermelho>>. Acesso em: 17 jul. 2018.
17. Disponível em: <<http://www.minipa.com.br/temperatura-e-ambiente/termometros-infravermelho/99-mt-360>>. Acesso em: 18 jul. 2018.


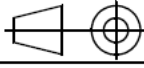
## 9 ANEXOS

Foram executados desenhos técnicos para modificação da câmara de vácuo, tampa modificação do forno, construção do dissipador de calor e construção de passadores de calor.

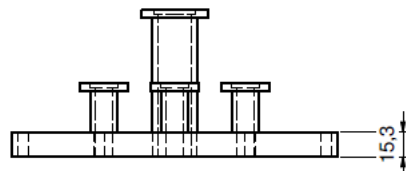
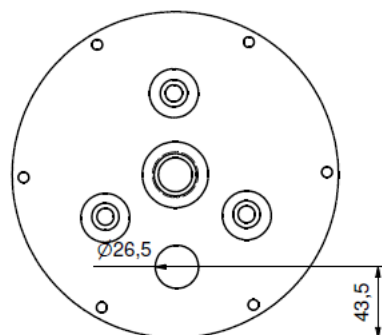
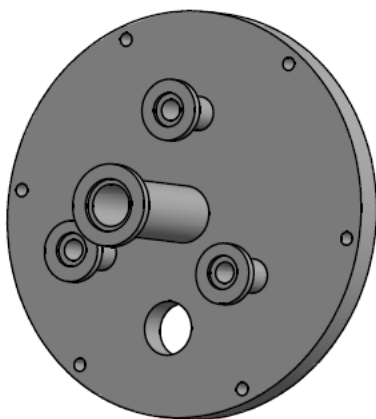




Anexo A



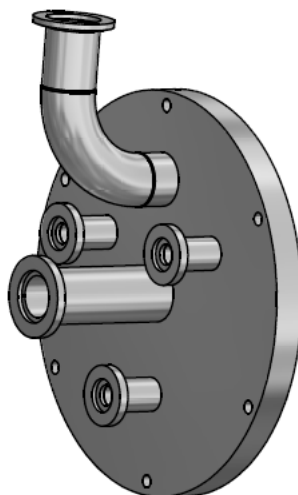
1	1	Montagem do KF40 com visor na câmara	Aço Inox 304L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperí	Data: 11/08/2017
Unid. Medida: mm		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1:2


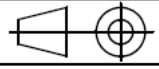
Anexo B



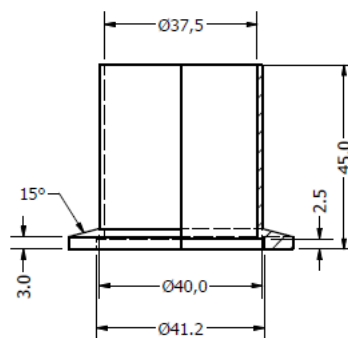
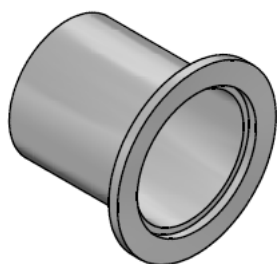
1	1	Tampa furo para cotovelo com KF25	Aço Inox 304 L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperí	Data: 08/08/2017
Unid. Medida: mm		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1: 2,5


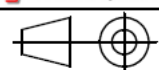
Anexo C



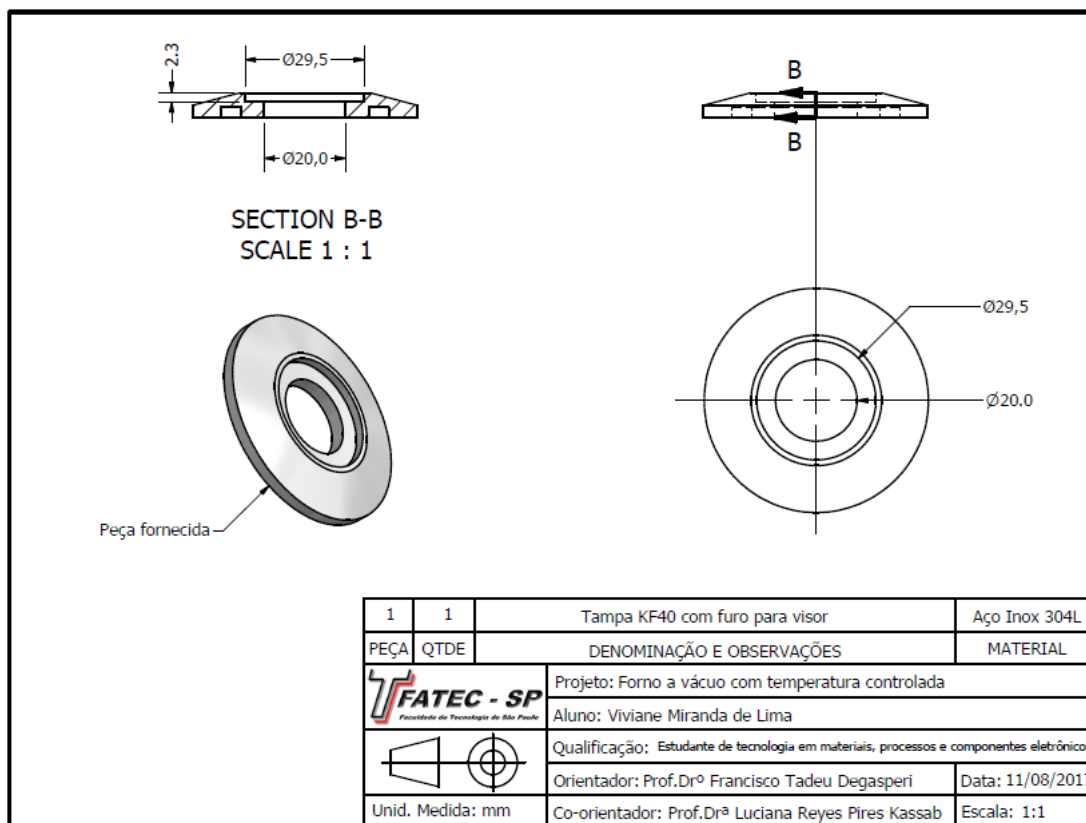
1	1	Tampa Montagem	Aço Inox 304 L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperi	Data: 08/08/2017
Unid. Medida: mm		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1:2

Anexo D

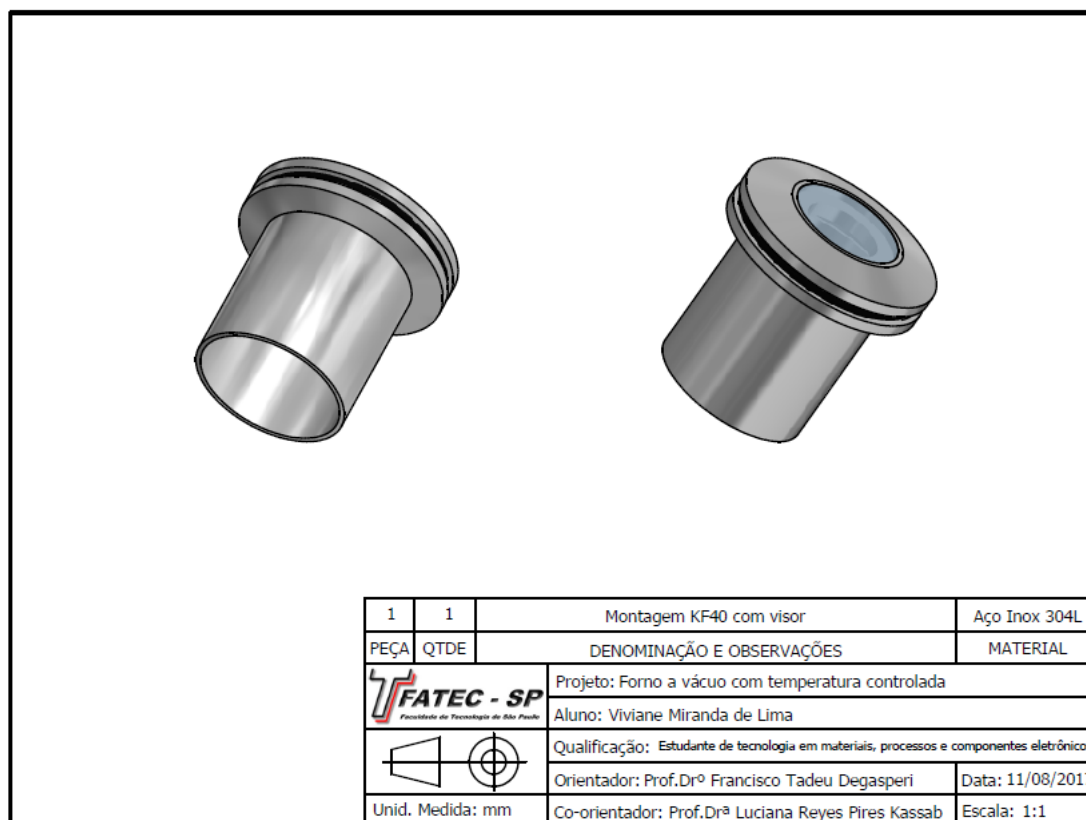


1	1	Tubo com KF40	Aço Inox 304 L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperi	Data: 11/08/2017
Unid. Medida: mm		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1:1

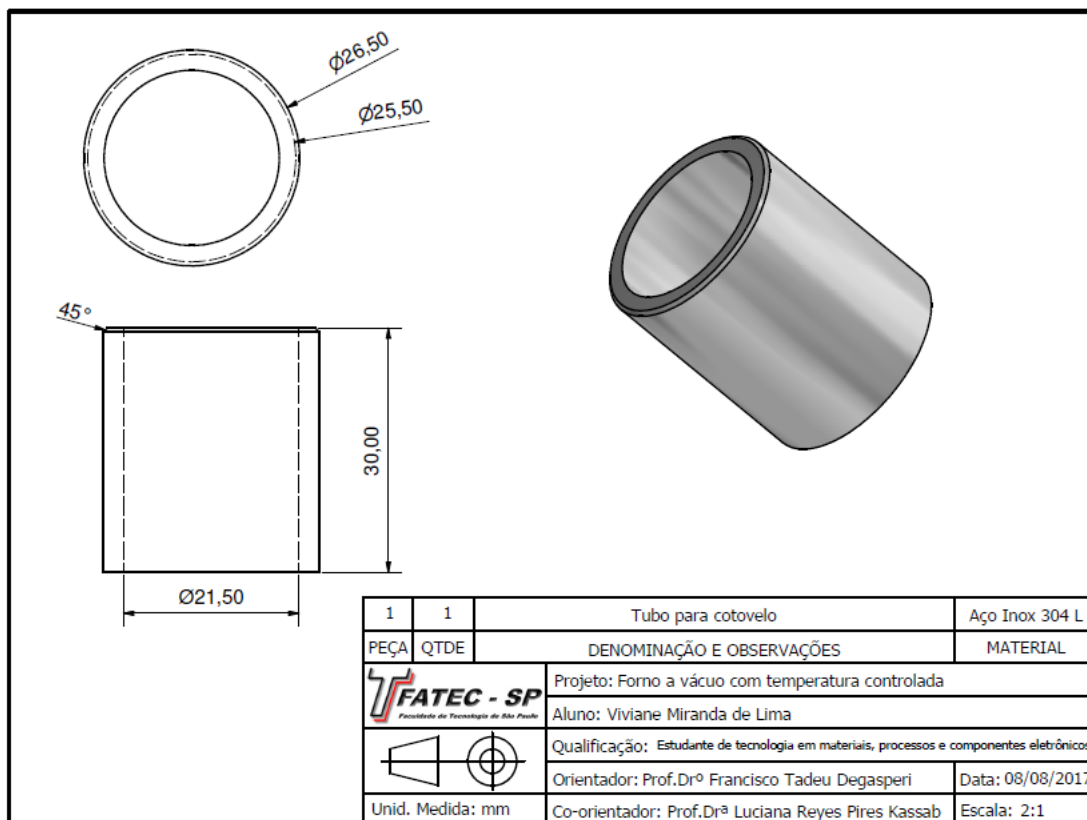
Anexo E



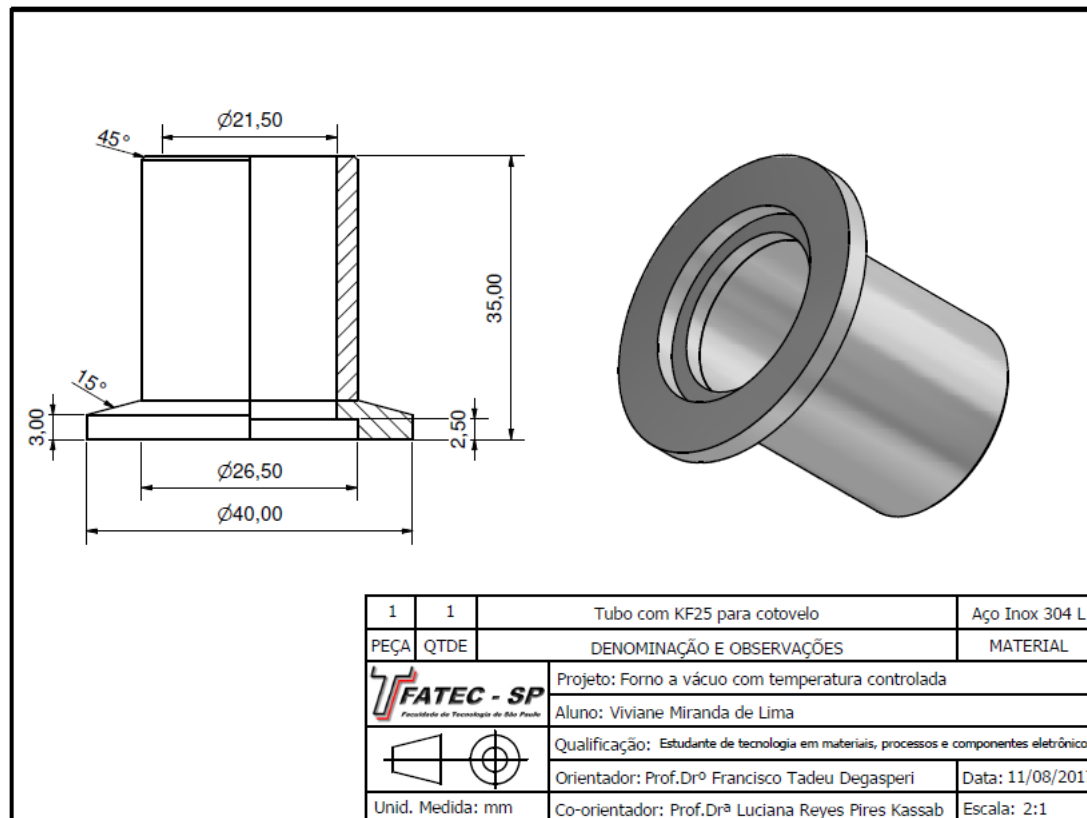
Anexo F



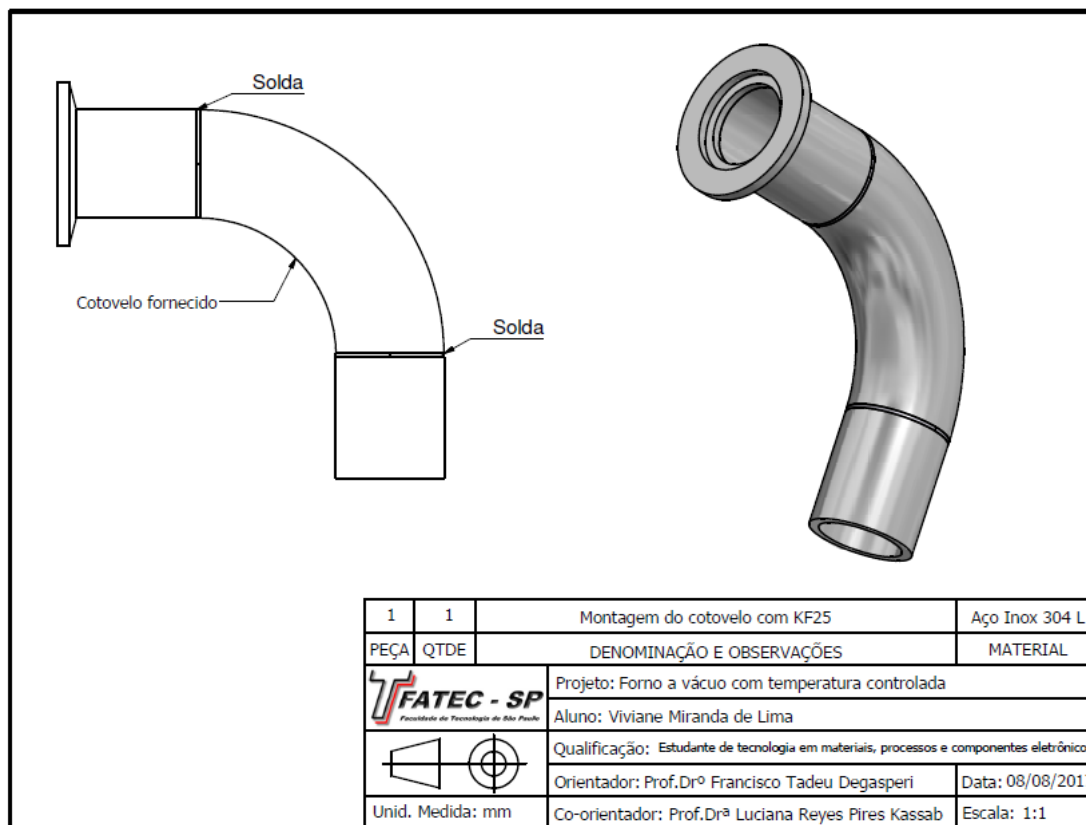
Anexo G



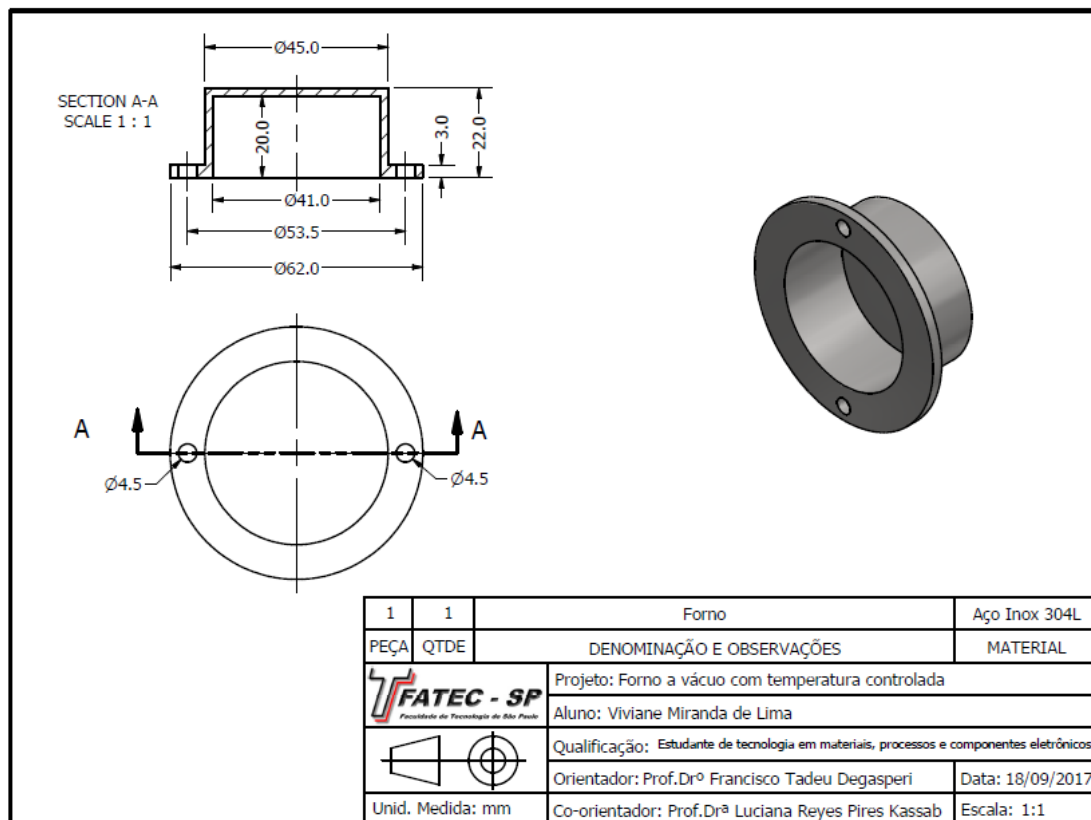
Anexo H



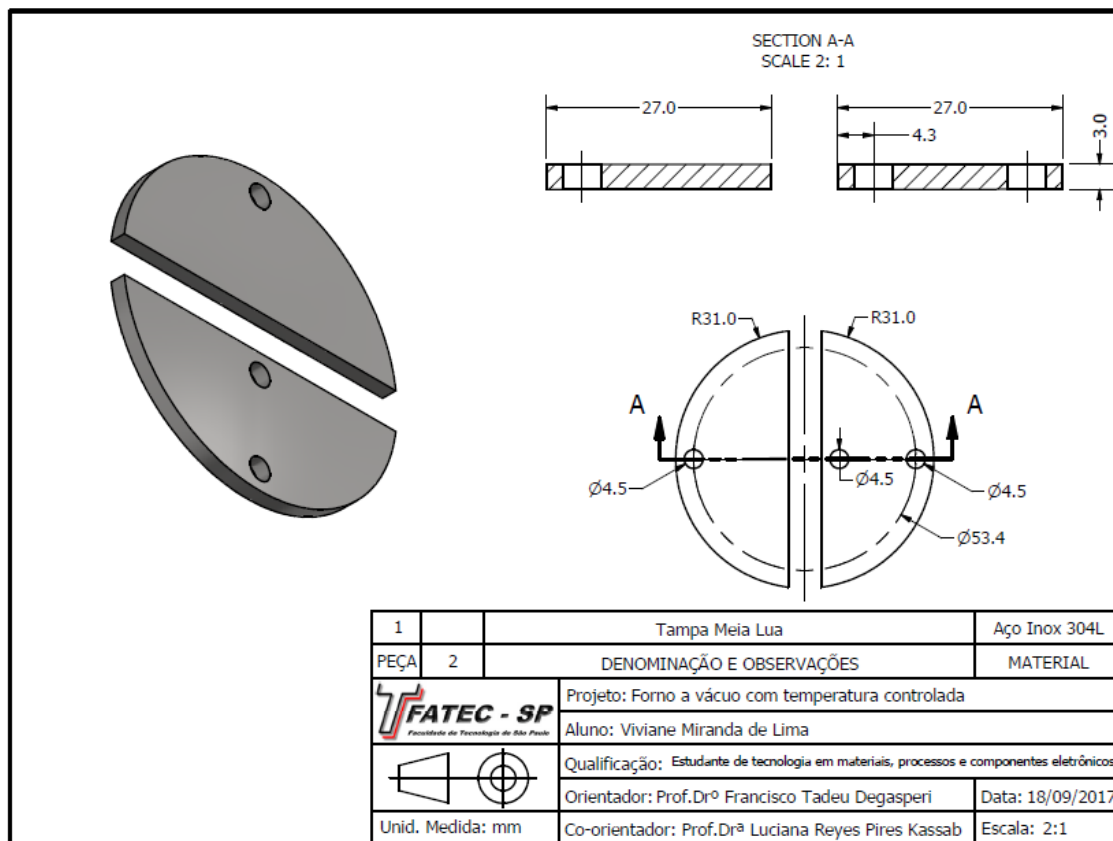
Anexo I



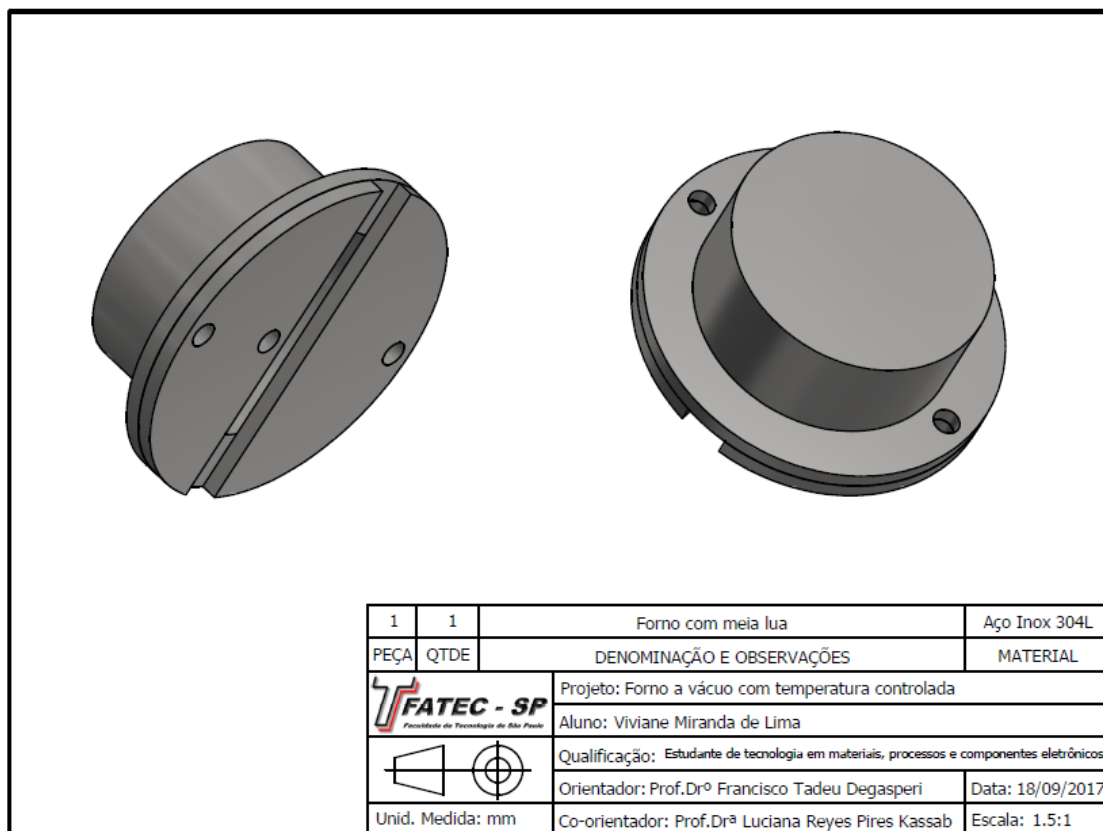
Anexo J



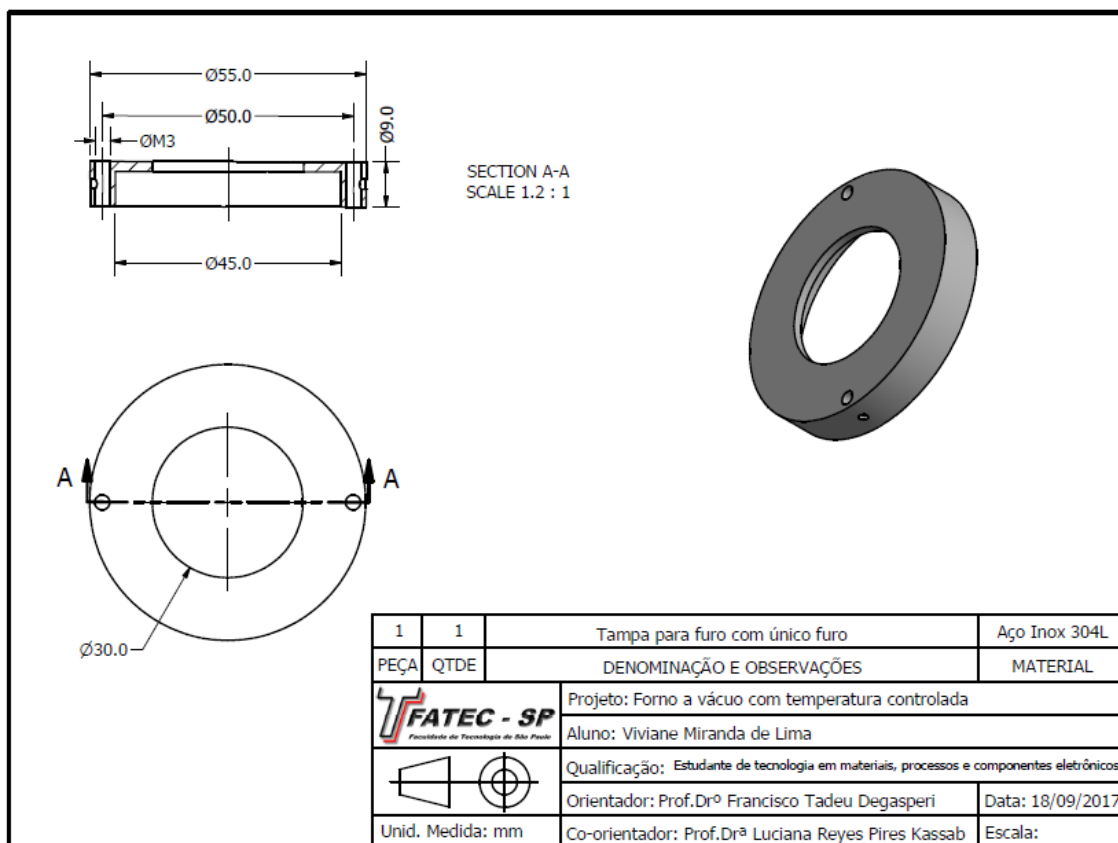
Anexo K



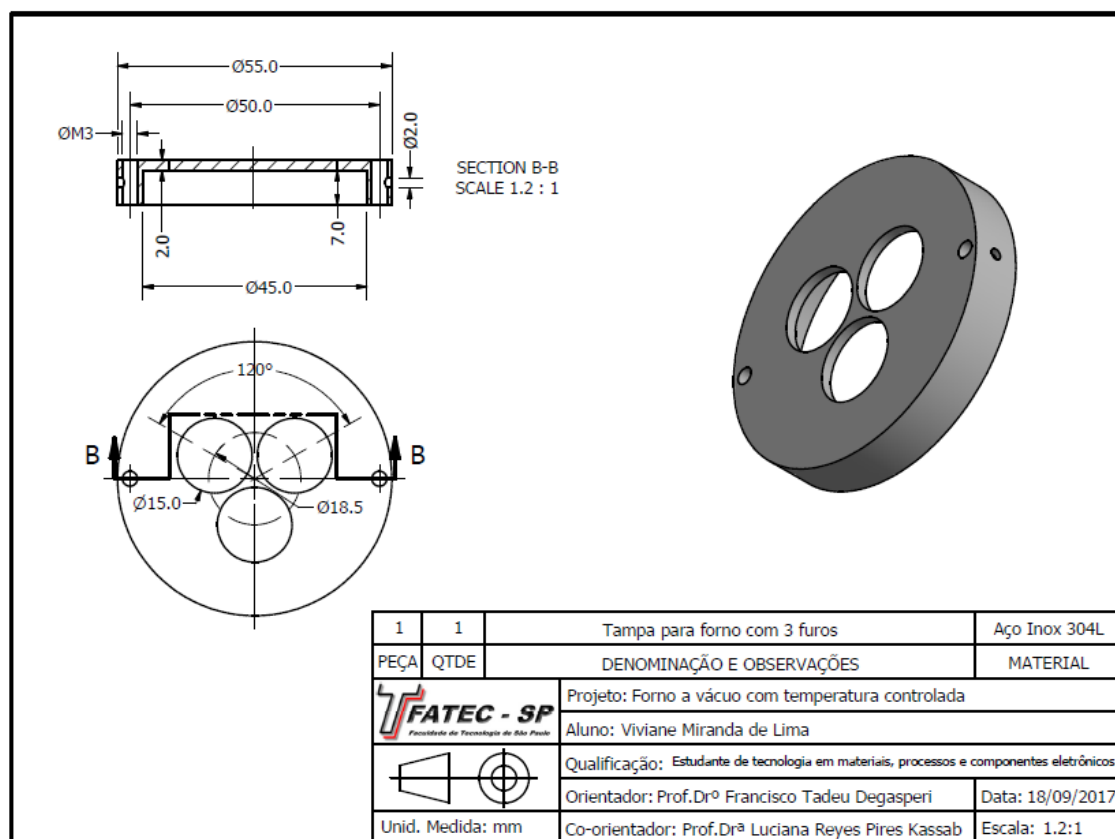
Anexo L



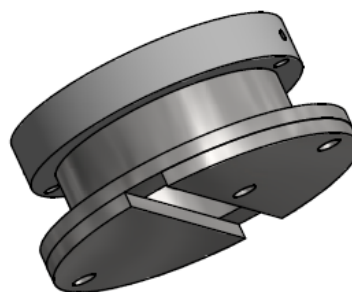
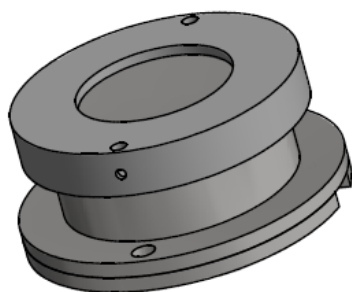
Anexo M


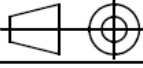


Anexo N

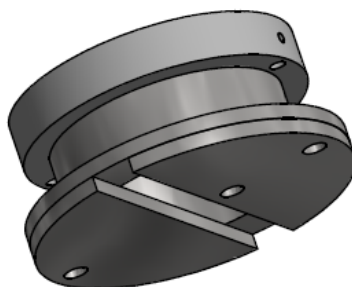
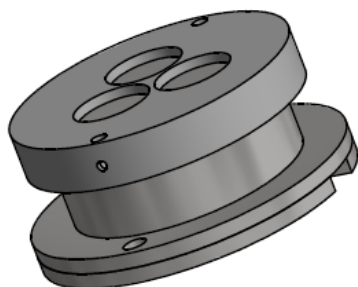



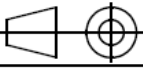
Anexo O



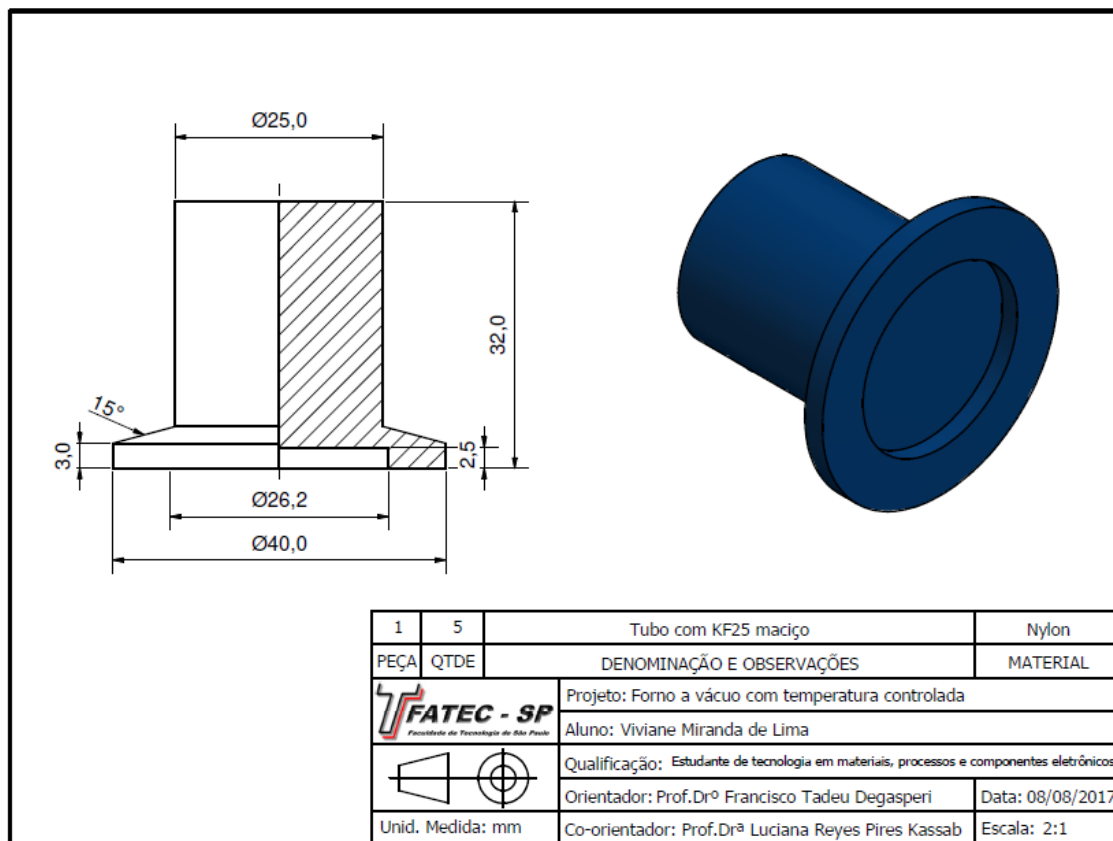
1	1	Montagem forno com tampa de furo único	Aço Inox 304L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
Unid. Medida: mm		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperí	Data: 18/09/2017
		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1.3:1

Anexo P

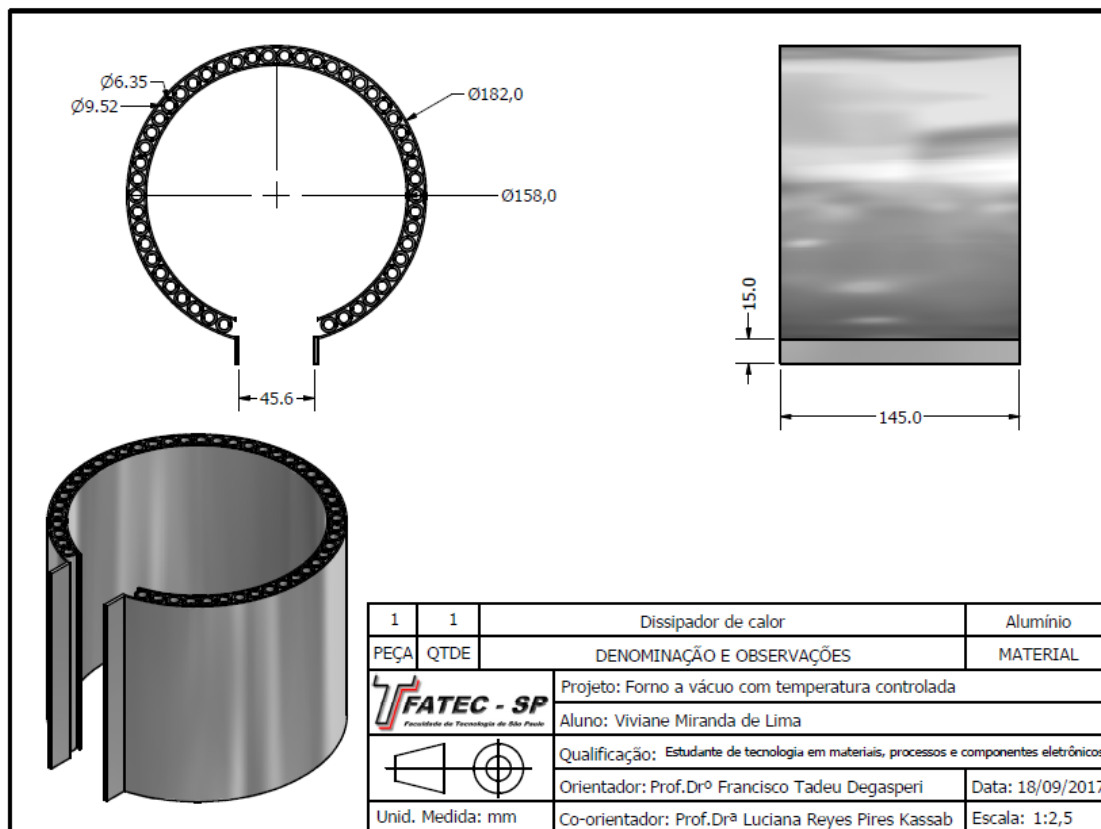


1	1	Montagem Forno com tampa 3 furos	Aço Inox 304L
PEÇA	QTDE	DENOMINAÇÃO E OBSERVAÇÕES	MATERIAL
		Projeto: Forno a vácuo com temperatura controlada	
		Aluno: Viviane Miranda de Lima	
		Qualificação: Estudante de tecnologia em materiais, processos e componentes eletrônicos.	
Unid. Medida: mm		Orientador: Prof.Drº Francisco Tadeu Degasperí	Data: 18/09/2017
		Co-orientador: Prof.Drª Luciana Reyes Pires Kassab	Escala: 1.3:1

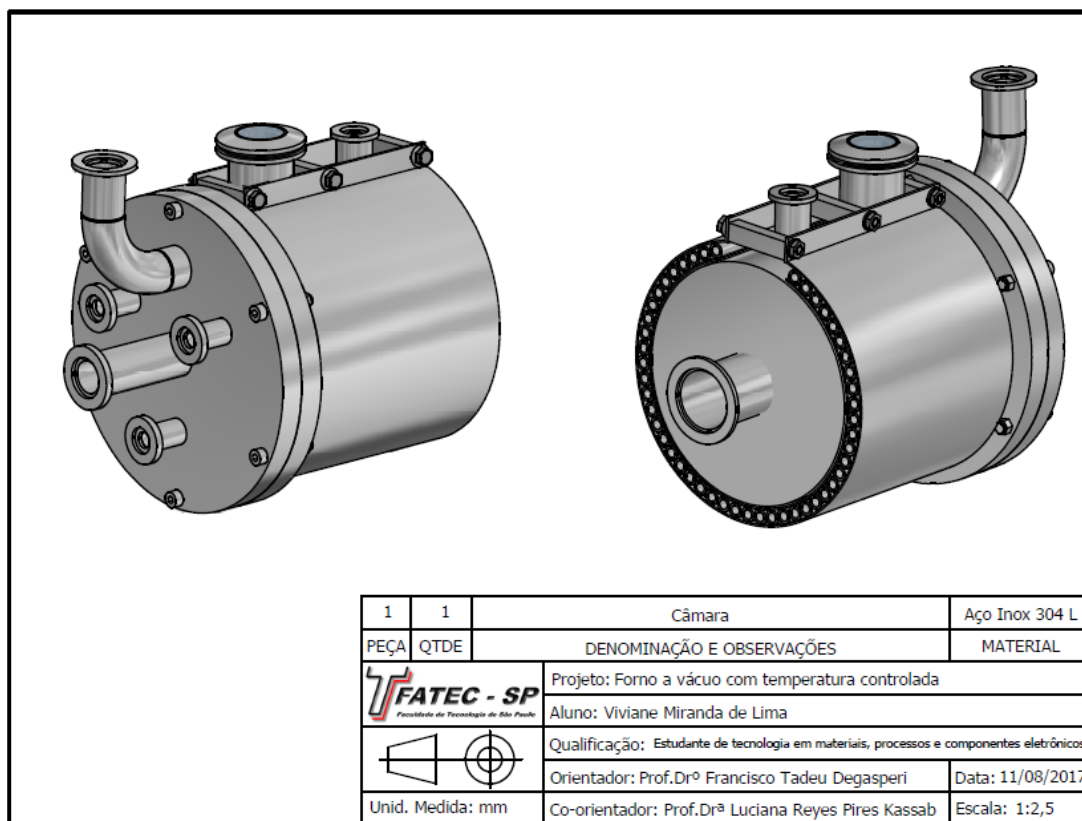
Anexo Q



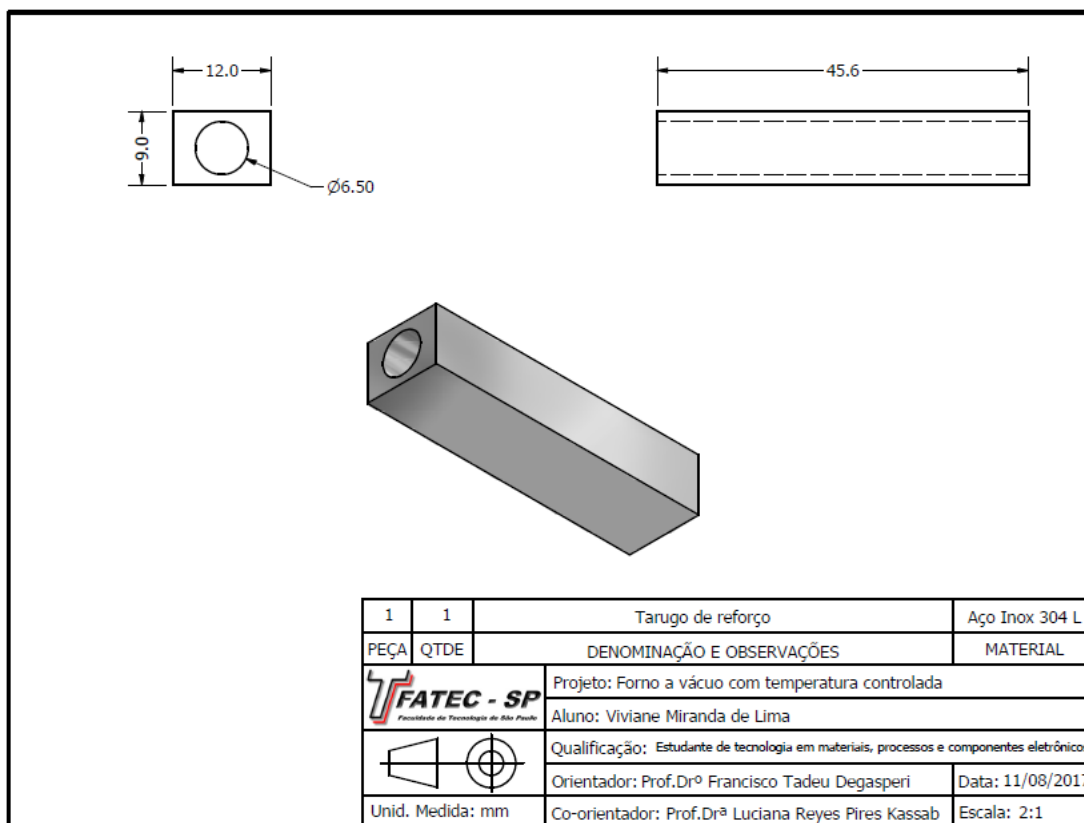
Anexo R



Anexo S



Anexo T



Anexo U