

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA MECÂNICA

**" Modelagem Físico-Matemática de Sistemas de
Determinação de Propriedades Termofísicas com
Aplicação ao Método Flash Laser "**

PABLO ANDRADE GROSSI

Belo Horizonte, 24 de Janeiro de 2003

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
Universidade Federal de Minas Gerais

" Modelagem Físico-Matemática de Sistemas de Determinação de
Propriedades Termofísicas com Aplicação ao Método Flash Laser "

Eng. Pablo Andrade Grossi

Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica
Orientação: Prof. Dr. Roberto Márcio de Andrade

Belo Horizonte, 24 de Janeiro de 2003



UFMG

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Av. Antônio Carlos, 6627 - Campus Universitário - 31270-901 - Belo Horizonte - MG

Tel. :+55 31 499.5145, Fax: +55 31 443.3783

E-mail: cpgmec@demec.ufmg.br - www.demec.ufmg.br

**"MODELAGEM FÍSICO-MATEMÁTICA DE SISTEMAS DE
DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS COM
APLICAÇÃO AO MÉTODO FLASH LASER"**

PABLO ANDRADE GROSSI

Dissertação submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de "Mestre em Engenharia Mecânica", na área de concentração de "Calor e Fluidos".

Dissertação aprovada em: 24 de fevereiro de 2003.

Por

Roberto Márcio de Andrade

PROF. ROBERTO MÁRCIO DE ANDRADE

Orientador, Doutor, Depto. de Engenharia Mecânica, EE/UFMG

Alcir de Faro Orlando

PROF. ALCIR DE FARO ORLANDO

Examinador, Ph.D., Depto. de Engenharia Mecânica, PUC-RJ

Marcio Fonte-Boa Cortez

PROF. MÁRCIO FONTE-BOA CORTÉZ

Examinador, Doutor, Depto. de Engenharia Mecânica, EE/UFMG

Ricardo Alberto Neto Ferreira

RICARDO ALBERTO NETO FERREIRA

Examinador, Doutor, CDTN-CNEN

©

*À minha querida irmã Isle Andrade Grossi
In Memoriam (1980 - 1998)*

AGRADECIMENTOS

A Deus por mais esta felicidade concedida em minha vida que só a ele pertence;

A meus pais Roberto e Lucelí, pelo amor dedicado; aos meus irmãos Érico e Isle (*in memoriam*), pelas alegrias compartilhadas; à Izabel, pela compreensão e carinho; à toda minha família, por me incentivarem apesar de não compreenderem bem o motivo de tanto estudo;

Ao professor Roberto Márcio de Andrade pela amizade, confiança e orientação acautelada;

Aos professores e funcionários do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica;

Aos meus colegas do curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, em especial ao Alberto Avelar Barreto e ao Ronaldo de Faria Antunes, pelo incentivo e amizade dedicados;

Ao pesquisador Ricardo Alberto Neto Ferreira pela coorientação segura e oportuna, pela perseverança, confiança e pela amizade;

Ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, pelo suporte na realização dos testes experimentais, sem os quais este trabalho não seria possível, e em especial aos meus colegas, pelo apoio, idéias, carinho e atenção nos momentos mais difíceis desta jornada;

À FAPEMIG, por financiar a implantação do sistema para medição de propriedades termofísicas através do Método Flash Laser, e pela Bolsa de Iniciação Científica durante a qual foi germinado este trabalho;

Meus sinceros agradecimentos.

" Por muito tempo achei que a ausência é falta.
E lastimava, ignorante, a falta.
Hoje não a lastimo.
Não há falta na ausência.
A ausência é um estar em mim.
E sinto-a, branca, tão pegada,
tão aconchegada nos meus braços,
que rio e danço e invento exclamações alegres.
Porque a ausência, em essência assimilada
ninguém a rouba mais de mim. "

Carlos Drummond de Andrade *in* Ausência

" Quando uma criatura humana desperta para um grande sonho e sobre ele lança toda
a energia de sua alma... Todo o universo conspira a seu favor! "

Goethe

"... caminhos de ferro,
mandaram arrancar. "

Milton Nascimento *in* Ponta de Areia

" ... empregar os pobres para produzirem para os pobres faz parte da lógica econômica
canalizada socialmente, a transferência de recursos para erradicar a pobreza faz parte
da lógica de um egoísmo inteligente de parte dos ricos. "

Cristovam Buarque *in* A Segunda Abolição

" Em toda a variação dos fenômenos permanece a substância,
e o *quantum* da mesma forma não é nem mesmo aumentado
nem diminuído na natureza. "

Immanuel Kant *in* Os Pensadores

RESUMO

Neste trabalho foi desenvolvida uma modelagem físico-matemática enfocando sistemas de medição de propriedades termofísicas de materiais com aplicação ao Método Flash Laser. A modelagem se baseia na solução inversa da equação de difusão térmica, utilizando como função-objetivo a minimização do desvio médio quadrático entre os valores transientes de temperatura experimentais e os obtidos através de simulações numéricas considerando as condições experimentais impostas pelo modelo físico.

A equação de difusão de calor para a amostra foi resolvida pelo Método de Diferenças Finitas com formulação em Volumes de Controle desenvolvido por Patankar (1980).

A solução inversa da modelagem físico-matemática foi obtida a partir da aplicação de um algoritmo de otimização, baseado no método das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984), focando minimizar a função desvio entre os resultados experimentais e a solução numérica. As variáveis de busca secundárias do modelo foram ajustadas à bancada de medição de propriedades termofísicas pelo Método Flash Laser do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN utilizando os resultado de um ensaio em uma amostra padrão de Aço observando boa concordância nos resultados.

As vantagens deste tipo de formulação físico-matemática, proposto para o Método Flash Laser, são: determinação simultânea das propriedades termofísicas α , c_p e k ; eliminação dos métodos de correção propostos na literatura; possibilidade de aplicação da modelagem físico-matemática em outros métodos para determinação de propriedades termofísicas, considerando um menor grau de simplificação das condições iniciais e de contorno, conferindo maior adequabilidade do modelo matemático ao experimento, um maior significado físico aos resultados e conseqüente diminuição das incertezas.

©

Palavras-chave: *Modelagem Físico-Matemática, Determinação de Propriedades Termofísicas, Método Flash Laser, Método de Volumes Finitos, Solução Inversa do Problema de Difusão de Calor, Algoritmos de Otimização, Identificação de Sistemas.*

ABSTRACT

A physic-mathematics modeling to measurement systems of thermophysics properties was developed and was applied in the flash laser method. This Modeling is based on the inverse solution of thermal diffusion equation that utilizes as an objective function the root-mean-square between transients of experimental and numeric simulated temperatures considering all experimental conditions imposed by physical model.

The heat diffusion equation was solved by the Finite Difference Technique with formulation in Control Volumes (Patankar, 1980).

From application of the optimization algorithm based on descent coordinates (Luenberger, 1984) was possible to obtain the inverse solution of the physics-mathematics modeling focusing to minimize the error function between the experimental results and the numeric solutions. Secondary search variables were adjusted to the thermophysics properties measurements carried out in the bench of the CDTN. These measurements were done in a standard sample. It was observed a good concordance between results.

This kind of physics-mathematics modeling applied to flash laser method allows simultaneous determination of thermophysical properties (α , c_p and k), elimination of the correction methods proposed in the literature and incentive the application of this kind of modeling in other methods used for determination of thermophysical properties. This modeling works with less constraints in initial and boundary conditions and leads to a better fitness between mathematical model and experimental results. As a consequence, the physical meaning of thermophysical properties is improved and the uncertainty in the results is reduced.

Keywords: *Physic-Mathematics Modeling, Thermal Properties Determination, Flash Laser Method, Finite Volume Method, Inverse Solution of Thermal Diffusion Equation, Optimization Algorithms , Systems. Identification.*

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	x
LISTA DE TABELAS.....	xiii
LISTA ABREVEATURAS E SIGLAS.....	xiv
NOMENCLATURA.....	xv
<i>Letras Latinas</i>	xv
<i>Letras Gregas</i>	xvii
<i>Índices Inferiores</i>	xvii
<i>Índices Superiores</i>	xix
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO 2 - PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS.....	7
2.1 Introdução	7
2.2 Determinação de Difusividade Térmica em Sólidos	10
2.3 Medição de Difusividade Térmica utilizando Fluxo de Calor Periódico	13
2.3.1 Técnica da Haste Longa.....	13
2.3.2 Técnica da Placa Plana.....	15
2.3.3 Técnica dos Cilindros.....	16
2.4 Medição de Difusividade Térmica utilizando Fluxo de Calor Não Periódico ...	17
2.4.1 Técnica da Placa Plana.....	17
2.4.2 Técnica dos Cilindros	19
2.4.3 Técnica da Haste Longa Finita	20
2.5 Método Flash Laser	21
2.5.1 Efeitos de Tempo de Pulso Finito e de Forma do Pulso.....	27
2.5.2 Efeito de Trocas Térmicas	34
2.5.3 Efeito Combinado de Tempo de Pulso Finito e de Trocas Térmicas.....	38
2.5.4 Efeitos causados pelo Sistema de Medição de Temperatura.....	40
CAPÍTULO 3 - MODELAGEM FÍSICO-MATEMÁTICA.....	47

3.1 Solução Numérica da Equação de Difusão Térmica	50
3.1.1 Aplicação do Método de Diferenças Finitas à Solução Numérica da Equação de Difusão do Método Flash Laser.....	52
3.2 Análise do Problema Inverso de Difusão de Calor	54
3.2.1 Técnica de Otimização Aplicada ao Método Flash Laser.....	56
CAPÍTULO 4 - CARACTERIZAÇÃO DA BANCADA E METODOLOGIA EXPERIMENTAL	61
4.1 Laser de Dióxido de Carbono (CO₂)	62
4.2 Forno de Aquecimento e Porta Amostras	65
4.3 Sistema de Medição de Temperatura	68
4.3.1 Sensor/Transdutor de Temperatura.....	68
4.3.2 Sistema de Condicionamento de Sinais e Armazenamento de Dados.....	70
4.4 Metodologia de Preparo da Amostra	72
4.5 Análise de Dados Experimentais	76
CAPÍTULO 5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	78
5.1 Validação da Modelagem Matemática e Análise de Dados	78
5.2 Análise do Sistema de Medição de Temperatura	89
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES	96
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101

LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 - Perfil de temperatura na face oposta da amostra (adimensionalizado e normalizado em relação a ΔT_M e $t_{1/2}$).....24
- Figura 2.2 - Curvas de transientes de temperatura na face oposta do material para pulsos quadrados e diferentes valores de τ30
- Figura 2.3 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura para pulsos quadrados e diferentes valores de τ31
- Figura 2.4 - Ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito obtido a partir de simulações computacionais que consideram como pulso de energia inicial pulsos quadrados e de tempo de duração variável.....32
- Figura 2.5 - Simulações apresentando curvas das respostas na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.....36
- Figura 2.6 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.....37
- Figura 2.7 - Esquema para a determinação dos pontos notáveis utilizados pelos métodos de identificação de sistemas de Sporer e de Radtke.....45
- Figura 3.1 - Esquema do domínio matemático de análise aplicado ao Método Flash Laser.....53

Figura 4.1 - Esquema da Bancada de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais através do Método Flash de Laser do LMPT-CDTN.....	62
Figura 4.2 - Diagrama esquemático de um sistema laser de estado gasoso excitado por alta tensão.....	63
Figura 4.3 - Detalhes do sistema de desvio do laser e medição de potência.....	65
Figura 4.4 - Detalhe do porta amostra.	67
Figura 4.5 - Gabarito para posicionar a amostra no porta amostra.....	67
Figura 4.6 - Foto do termopar e do sensor infravermelho utilizados para registro da variação de temperatura na face oposta da amostra.....	68
Figura 4.7 - Sensor infravermelho e capa usada para promover o alinhamento entre o sensor e a amostra e proteção contra o feixe de energia emitido pelo laser.....	69
Figura 4.8 - Foto do módulo para conexão dos sensores à placa condicionadora de sinais.....	71
Figura 4.9 - Tela do programa desenvolvido, mostrando a variação da temperatura em função do tempo em tempo real.....	72
Figura 5.1 - Comparação entre as soluções analítica e numérica da Equação de Difusão Térmica considerando condição inicial de temperatura prescrita e condição de contorno adiabática.....	79
Figura 5.2 - Alterações ocorridas no transiente de temperatura ao se variar o valor de k , τ , ε , α_{abs} e a potência de emissão laser.....	81

Figura 5.3 - Transientes de temperatura idênticos obtidos a partir de valores diferentes das variáveis de simulação.....	82
Figura 5.4 - Influência das variáveis de otimização no critério de convergência.....	83
Figura 5.5 - Fluxograma do programa de modelagem físico-matemática aplicada a sistemas para determinação de propriedades termofísicas.....	86
Figura 5.6 - Comparação entre o transiente de temperatura experimental e transiente numérico considerando os valores ótimos de ajuste à bancada do Capítulo 4.....	88
Figura 5.7 - Influência do número de pontos utilizado pelo filtro digital do tipo média móvel no transiente de temperatura.....	91
Figura 5.8 - Diagrama em bloco de um sistema de medição de temperatura.....	93
Figura 5.9 - Gráfico de análise do sinal de saída para determinação de parâmetros da F.T. pelas técnicas de Sponer e Radtke.	93
Figura 5.10 - Comparação entre a resposta real do sistema e as respostas encontradas pelas técnicas de Sponer e Radtke para a F.T. do sistema.....	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Valores de ordem do sistema e constantes de correlação em função de $t_{31,5\%}$ para o método de Sponer.....	46
Tabela 2.2 - Valores de ordem do sistema e constantes de correlação em função de $t_{31,5\%}$ para o método de Radtke.....	47
Tabela 5.1 - Valores das medidas de condutividade para a amostra padrão de Aço.....	85
Tabela 5.2 - Valores de densidade da amostra padrão de Aço.....	85
Tabela 5.3 - Valores ótimos para o ajuste das variáveis secundárias de busca do modelo matemático em relação à bancada de medição baseado em uma amostra padrão de Aço.....	87
Tabela 5.4 - Análise da influência de filtros do tipo média móvel nos valores calculados de difusividade térmica calculados pela Equação 2.27.....	92

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CDTN	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CNEN	Comissão Nacional de Energia Nuclear
FAPEMIG	Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais
FMM	Filtragem por Média Móvel
IHCP	Inverse Heat Conduction Problems
LMPT	Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas
RLC	Resistivo, Indutivo e Capacitivo
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais

NOMENCLATURA

Letras Latinas

a	coeficiente da equação discretizada
A	área [m ²]
b	termo fonte da equação discretizada
B	amplitude do sinal transiente
c	calor específico [J/(kg.K)]
c	velocidade molecular
C	constante de elevação percentual
g	geração ou consumo interno de energia [W/m ³]
h	coeficiente de trocas térmicas [W/(m ² .K)]
H	ganho introduzido no estágio de amplificação e conversão do sinal
J	constante de tempo do sensor ou pólo da função de transferência
k	condutividade térmica [W/m.K]
K	constante de correção
L	espessura da amostra [m]

m	massa [kg]
n	número de partículas por unidade de volume
P	potência
q	fluxo de calor [W/m ²]
Q	energia fornecida ao material [J ou J/m ²]
r	coordenada radial
s	operador de Laplace
t	tempo [s]
T	temperatura [°C ou K]
v	velocidade de propagação
V	parâmetro adimensional de temperatura
w	freqüência angular
x, y, z	coordenadas cartesianas

Letras Gregas

α	difusividade térmica [m ² /s]
----------	--

α	Absortividade
ε	emissividade
δ	profundidade de penetração do laser
φ	ângulo de fase
λ	percurso livre médio
Π	coeficiente de amplitude do transiente da solução numérica
ρ	densidade [kg/m ³]
σ	constante de Stefan-Boltzmann [5,6697x10 ⁻⁸ W/(m ² K ⁴)]
τ	tempo de aplicação do fluxo de calor [s]
ω	parâmetro adimensional de tempo
Ψ	coeficiente característico de trocas térmicas

Índices Inferiores

0	inicial
1/2	meio transiente

a	ambiente
abs	absorvido, absorção
ap	aparente
ar	ar
c	característico
d	disco absorvedor e pasta de prata
e	componente eletrônica
E	experimental
E, W, N e S	pontos vizinhos
g	global
laser	laser a CO ₂
m	relativo a tempo morto
M	variação máxima
max	valor máximo
M c t	em relação à variação máxima da curva teórica
n	indicação de ordem do sistema

a	ambiente
abs	absorvido, absorção
ap	aparente
ar	ar
c	característico
d	disco absorvedor e pasta de prata
e	componente eletrônica
E	experimental
E, W, N e S	pontos vizinhos
g	global
laser	laser a CO ₂
m	relativo a tempo morto
M	variação máxima
max	valor máximo
M c t	em relação à variação máxima da curva teórica
n	indicação de ordem do sistema

p	ponto central do volume de controle
p	pressão constante
r	componente de rede
s	sensor
SN	solução numérica
sup	superfície
sz	seleneto de zinco
x	percentual de elevação

Índices Superiores

0	valor da variável no instante de tempo anterior
—	indicador de valor médio
▪	indicação de taxa

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Os avanços atuais na área de novos materiais (metálicos, cerâmicos, compósitos, biomateriais etc.) e as suas aplicações industriais, em tecnologias de ponta e nas faixas mais extremas de temperatura, têm mostrando a importância da determinação das propriedades térmicas destes materiais (difusividade térmica, condutividade térmica, calor específico) em função da temperatura (Feit e Shaw, 1991).

As propriedades termofísicas de materiais retratam o comportamento das interações intermoleculares da matéria em processos de transporte de energia. Assim, as propriedades termofísicas são importantes na caracterização e distinção dos diferentes tipos de materiais, visando a adequabilidade de determinados tipos em detrimento de outros.

As propriedades termofísicas discutidas na presente dissertação são a Condutividade Térmica, o Calor Específico, e a Difusividade Térmica. Segundo Incropera e Witt (1998), a Condutividade Térmica proporciona uma indicação da taxa de transferência de energia através do processo de difusão. O Calor Específico está relacionado à capacidade de um material armazenar energia térmica. A razão entre a Condutividade Térmica, o Calor Específico e a Densidade do material é chamada Difusividade Térmica, que determina a taxa de propagação de calor em processos em regime transiente.

Os vários métodos existentes para determinação de Difusividade Térmica são baseados na natureza do processo de transferência de calor em regime transiente e podem ser divididos em duas vertentes. Na primeira vertente, enfoca-se uma metodologia de análise de fluxos de calor periódicos, onde se destacam as técnicas da haste longa, da placa plana, dos sólidos semi-finitos, dos cilindros (Tye, 1969), da onda

radial convergente (Joo et al., 2000), de Ångström e suas modificações, da onda radial, da tira quente (Gustafsson, 1987) e os métodos termoelétricos. Já na segunda vertente, encontram-se as técnicas que analisam fluxos de calor em regime transiente não periódicos, onde se destacam as técnicas da tira quente (Gustafsson, 1987), da haste longa finita, da placa plana, dos sólidos semi-finitos, dos cilindros (Tye, 1969), do fluxo de calor radial (Kubičár e Boháč 1999), da alta intensidade de arco e do flash laser (Parker et al, 1961).

Alguns inconvenientes como longo tempo requerido na realização das medições, necessidade de amostras grandes do material ou ainda elevados percentuais de incertezas de medição, impõem limitações na aplicação de alguns destes métodos para determinação de propriedades termofísicas.

O Método Flash Laser, apresentado e discutido primeiramente por Parker et. al. (1961), é baseado na solução analítica da equação de difusão térmica unidimensional. O método analisa os resultados de um experimento no qual uma amostra cilíndrica, sob condições de contorno adiabáticas, é submetida a um impulso inicial de energia em uma das faces. A variação no perfil de temperatura da face oposta é medida durante o período de teste que é de aproximadamente 3 segundos. Com base na curva de temperatura, obtida experimentalmente, a Difusividade Térmica é determinada a partir da espessura da amostra e do tempo no qual a temperatura na face oposta atinge a metade da variação máxima de temperatura.

Deem e Wood (1962) utilizaram um laser a rubi no lugar do flash de xenônio e demonstraram sua adequabilidade como fonte de energia. Moser e Kruger (1965) foram os primeiros a utilizar o método flash laser para a determinação de propriedades térmicas de materiais nucleares. Eles reportaram os resultados de medições em compostos de urânio (Moser e Kruger, 1967) e em compostos de plutônio (Moser e Kruger, 1968). Murabayashi et al. (1969) e Takahashi e Murabayashi (1975), empregaram este método para medições de propriedades térmicas de inúmeros materiais e combustíveis nucleares, tais como UO_2 , U_4O_9 , ThO_2 , BeO , $(Th,1\%U)O_2$,

$(\text{Th},5\%\text{U})\text{O}_2$, $(\text{Th},10\%\text{U})\text{O}_2$, $(\text{Th},\text{Ce})\text{O}_2$, $(\text{U},\text{Zr})\text{O}_2$, $\text{ThO}_2\text{-BeO}$, UC, UN, US, UP, $\text{UC}_{1-x}\text{N}_x$, e $\text{UP}_{1-x}\text{S}_x$.

O Método Flash Laser vem se tornando um dos mais importantes métodos para determinação de propriedades termofísicas por apresentar várias vantagens e aplicações:

- ⇒ curto tempo para a realização da medição;
- ⇒ amostras de pequena massa (aproximadamente 1g);
- ⇒ processo de aquecimento sem contato;
- ⇒ sistema de medição de temperatura sem contato;
- ⇒ efeito relativamente pequeno das perdas de calor na amostra;
- ⇒ medições em metais, ligas, cerâmicos, semicondutores, filmes, líquidos, compósitos dispersos e altamente heterogêneos, compósitos em camadas, resistência de contato térmico entre camadas e materiais nucleares (Taylor, 1978);
- ⇒ medições de propriedades próximo à região de transição de fase do material;
- ⇒ limitação das variações de temperatura da amostra a 1 K;
- ⇒ elevada exatidão, com erros menores que 0,5% (Taylor, 1978);
- ⇒ ampla faixa de medição de valores de Difusividade Térmica (entre 1×10^{-7} a $1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$), abrangendo assim desde materiais altamente condutores a materiais altamente isolantes térmicos;
- ⇒ medições de propriedades em uma grande faixa de temperaturas de 80 K a 2.500 K;
- ⇒ medições de propriedades de materiais anisotrópicos (extensão da análise para fluxo bidimensional e tridimensional);
- ⇒ possibilidade de medição simultânea da Difusividade Térmica (α), da Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e da Condutividade Térmica (k), (Parker et al., 1961;

Takahashi, 1974; Degueldre et al., 1998; Takahashi e Murabayashi, 1975).

Apesar das inúmeras vantagens do método flash laser, algumas obstáculos experimentais vem sendo encontrados. A solução analítica da equação de difusão térmica, proposta por Parker et al. (1961), impõe algumas simplificações que induzem a limitações de ordem física. Os problemas são basicamente gerados pela dificuldade em fornecer as condições iniciais e de contorno exigidas pelo método. Algumas soluções corretivas são relatadas e discutidas, na literatura, com o intuito de amenizar as principais dificuldades. As principais correções apresentadas são:

- ⇒ influência da forma do pulso de energia emitido pelo laser, (Parker et al., 1961; Heckman, 1972);
- ⇒ efeito do tempo de pulso finito do laser, que teoricamente deve ser infinitesimal, em relação ao transiente de temperatura na face oposta da amostra, (Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1972; Heckman, 1972; Takahashi e Murabayashi, 1975);
- ⇒ efeito do aquecimento não uniforme da amostra, (Takahashi e Murabayashi, 1975);
- ⇒ incerteza na medição da variação de temperatura na face oposta, (Taylor, 1972);
- ⇒ o efeito das trocas térmicas entre a amostra e o ambiente durante o experimento, (Parker e Jenkins, 1962; Cowan, 1962; Cape e Lehman, 1963; Watt, 1966; Heckman, 1972).

Os modelos adicionais propostos estão voltados para a correção dos efeitos citados acima. Por se tratar de ajustes a posteriori, em sua maioria requerem tempo excessivo e difíceis formas de implementação, e desta forma, não se têm notado avanços significativos no desenvolvimento do Método Flash Laser.

No Brasil, o Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN possui uma bancada, implantada através do projeto TEC 1141 / 90 " Sistema para Medição de

Condutividade Térmica através do Método do Flash de Laser ", financiado pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG). Essa bancada é capaz de realizar testes para determinação experimental de propriedades termofísicas através do Método Flash de Laser. Este sistema utiliza a solução clássica proposta por Parker et al. (1961). O relatório final do projeto TEC 85073/99, "Medição de Condutividade Térmica de Pastilhas Combustíveis de Dióxido de Urânio Através do Método Flash Laser", enviado à FAPEMIG apresenta a caracterização detalhada desta bancada com algumas tecnologias incorporadas e melhorias implementadas.

Os objetivos principais desta dissertação são:

- ⇒ modelagem matemática do processo de difusão térmica utilizado pelo Método Flash Laser na determinação de propriedade termofísicas;
- ⇒ desenvolvimento de uma solução numérica, como parte do modelo físico-matemático proposto, através do método de Diferenças Finitas com Formação em Volumes de Controle ou Método dos Volumes Finitos (Maliska, 1995; Patankar, 1980), em substituição à solução analítica proposta por Parker et al. (1961). Esta solução alternativa permitirá considerar as trocas térmicas envolvidas e as condições iniciais e de contorno mais adequadas às condições experimentais do Método Flash Laser;
- ⇒ validação do modelo matemático através de testes experimentais utilizando a bancada do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN;
- ⇒ implantação e aplicação de um algoritmo de programação, baseado no método das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984), para minimizar o desvio entre os resultados experimentais e a solução numérica. Desta forma, a partir de dados experimentais e considerando-se as particularidades inerentes à bancada experimental como a característica de respostas dos sistemas envolvidos, seus modos de funcionamento e processos de medição dos sensores, a solução

inversa do problema é obtida para determinados parâmetros de entrada. São gerados como saída principal os valores das propriedades termofísicas Difusividade Térmica (α), Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e Condutividade Térmica (k) do material analisado.

CAPÍTULO 2

PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS

2.1 Introdução

As propriedades termofísicas dependem da estrutura da matéria e são capazes de retratar o comportamento, a sensibilidade e as interações intermoleculares que ocorrem na matéria em processos de transporte de energia. Por serem dependentes da estrutura física da matéria, a nível atômico e molecular, estão intimamente relacionadas com o seu estado físico. As propriedades termofísicas não são somente importantes na caracterização e distinção dos diferentes tipos de materiais, elas se prestam também à determinação das adequabilidades e aplicações de determinados materiais em detrimento de outros. Estas propriedades incluem duas categorias distintas: as propriedades de transportes, relacionadas com as taxas de difusão; e as propriedades termodinâmicas, relacionadas com os estados de equilíbrio do sistema.

A seguir, são apresentados alguns conceitos relacionados às propriedades termofísicas condutividade térmica, calor específico e difusividade térmica, que serão abordadas neste trabalho.

A condutividade térmica, k [W/(m.K)], fornece uma indicação da taxa segundo a qual é transferida a energia pelo processo de difusão (Incropera e Witt, 1990). De acordo com a lei de Fourier a condutividade térmica é definida por:

$$k = - \frac{q''}{\nabla T(x, y, z)} \quad (2.1)$$

onde q'' é o fluxo de calor por condução [W/m²] e $\nabla T(x,y,z)$ é o gradiente de temperatura na direção normal ao fluxo [K/m].

Em sólidos, o transporte de energia térmica se dá por meio de dois efeitos distintos: migração de elétrons livres e ondas vibracionais através da rede. Desta forma a condutividade térmica k é dada pela adição da componente eletrônica k_e , com a componente de rede k_r , logo:

$$k = k_e + k_r \quad (2.2)$$

De acordo com a estrutura física dos materiais, uma das componentes pode se destacar em relação a outra na composição final do valor da condutividade térmica.

Em um meio fluido, a difusão de energia térmica é menos efetiva do que em um sólido, devido ao maior espaçamento intermolecular e à maior aleatoriedade no movimento das moléculas. A condutividade térmica dos fluidos é proporcional ao número de partículas por unidade de volume n , à velocidade molecular média \bar{c} , e ao percurso livre médio¹ λ . Logo, a condutividade térmica de fluidos é dada por:

$$k \propto n \bar{c} \lambda \quad (2.3)$$

A velocidade molecular média \bar{c} aumenta com o aumento da temperatura e com a diminuição da massa molecular, sendo assim, a condutividade térmica de um gás aumenta com a elevação da temperatura e a diminuição do peso molecular do gás. Sendo n e λ , respectivamente, diretamente e inversamente proporcionais à pressão do gás, sendo assim, a condutividade do gás independe da pressão.

Com relação à condutividade térmica de líquidos, as condições moleculares associadas a este estado possuem maior complexidade e os mecanismos físicos envolvidos na definição da condutividade não são bem entendidos (Tye, 1969). Para os líquidos não metálicos, a condutividade geralmente diminui com o aumento da temperatura, sendo as exceções mais notáveis a glicerina e a água. Esta propriedade geralmente diminui

¹ percurso livre médio λ é a distância média percorrida por uma molécula sem experimentar uma colisão

com o aumento do peso molecular, sendo também invariável com a pressão, exceto no ponto crítico.

Os metais líquidos são freqüentemente utilizados em aplicações que exigem um elevado fluxo de calor, tais como as que existem em usinas de geração nuclear. Os valores de condutividade térmica destes líquidos são muito maiores do que os relativos aos líquidos não metálicos.

O calor específico c_p [J/(g.K)] é definido como a relação entre a energia na forma de calor, transferida durante um determinado processo, por unidade de massa do material envolvido, dividido pela correspondente mudança de temperatura que ocorre no material durante o processo (Granet, 1995). Para qualquer processo a pressão constante:

$$c_p = \frac{Q}{m\Delta T} \quad (2.4)$$

onde Q é a energia fornecida ao material [J], m é a massa do material [kg] e ΔT é a variação de temperatura percebida no material [K].

O produto da densidade pelo calor específico do material ρc_p , define a capacidade de um corpo de armazenar energia térmica. Substâncias que possuem ρc_p superior a $1 \text{ MJ}/(\text{m}^3.\text{K})$, como muitos sólidos e líquidos, são considerados bons meios para o armazenamento de energia. Por outro lado, os gases, em função dos baixos valores de densidade, são pouco adequados para o armazenamento de energia térmica (produto ρc_p da ordem de $1 \text{ kJ}/(\text{m}^3.\text{K})$, (Incropera e Witt, 1990).

A difusividade térmica α (m^2/s) é, por definição, a razão entre a condutividade térmica k [$\text{W}/(\text{m.K})$] e a capacidade calorífica volumétrica do material, ρc_p , [$\text{J}/(\text{m}^3.\text{K})$]. Assim:

$$\alpha = \frac{k}{\rho c_p} \quad (2.5)$$

Ela mede a capacidade do material de conduzir a energia térmica em relação à sua capacidade de armazená-la. Materiais com elevados valores de α , como é o caso dos materiais metálicos, responderão rapidamente a variações nas condições térmicas impostas, enquanto materiais com valores reduzidos de α , caso dos materiais refratários, necessitarão de um maior tempo para atingir a uma nova condição de equilíbrio.

No item 2.2 será apresentada a base teórica que define a metodologia para determinação desta importante propriedade termofísica, bem como algumas considerações e caracterizações dos métodos existentes.

2.2 Determinação de Difusividade Térmica em Sólidos

A base metodológica para determinação de difusividade térmica de sólidos consiste em analisar o fluxo de calor por condução em regime transiente através do sólido.

A equação de balanço de energia tridimensional em regime transiente para um sólido estacionário, homogêneo e isotrópico, pode ser escrita como mostra a Equação 2.6:

$$\nabla k \nabla T + g'' = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.6)$$

sendo g'' a geração ou consumo interno de energia [W/m^3]

Sob condições adiabáticas, não havendo geração ou consumo interno de energia, considerando sólidos isotrópicos² e com suas variáveis independentes da temperatura, a Equação 2.6 pode ser rescrita como:

$$k \nabla^2 T = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.7)$$

ou

$$\nabla^2 T = \frac{\rho c_p}{k} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.8)$$

sendo $\alpha = k/(\rho c_p)$ a difusividade térmica dada em $[m^2/s]$.

Desta forma, a equação unidimensional para fluxo de calor é dada por:

$$\alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.9)$$

Todos os métodos para medição de difusividade térmica se baseiam na solução da Equação 2.9, utilizando condição iniciais e de contorno empíricas obtidas das mais diversas e criativas maneiras a partir de montagens experimentais.

Os métodos para determinação de α podem se tornar ineficazes em casos mais complexos, como em problemas que analisam as propriedades dos materiais nos limites extremos de temperatura (reentrada de veículos espaciais na atmosfera terrestre, materiais submetidos a intensas radiações laser de alta potência ou temperaturas criogênicas). Nesses tipos de problemas, o calor específico e a condutividade térmica estão fortemente relacionados com a temperatura e as propriedades do material passam a ser anisotrópicas. Deve-se tratar k como um tensor de segunda ordem, o que implica em complicações durante a solução das equações em regime transiente. Outros fatores limitadores são a presença de grandes gradientes de temperatura e a ocorrência de transientes rápidos, onde os tempos envolvidos são

² valores das propriedades termofísicas independentes da direção

muito pequenos. Entretanto, na maioria dos casos experimentais, é bastante razoável considerar k constante quando os gradientes de temperatura são relativamente pequenos. A comprovação disso é dada pelos pequenos percentuais de incerteza que são apresentados na maioria das determinações de difusividade térmica.

O desenvolvimento e aperfeiçoamento das técnicas de medição em regime transiente vêm aumentando o seu uso como meio de determinação simultânea dos valores de difusividade, calor específico e condutividade térmica. A aplicação de tais técnicas torna-se essencial em altas temperaturas, onde as alterações físico-químicas na amostra exigem um método de medição rápido. Em alguns casos, a medição de difusividade térmica possibilita a revelação de fenômenos de condução térmica que não poderiam ser detectados em medições em regime permanente. Os métodos em regime transiente utilizam fluxos de energia periódicos ou não para promover um transiente de temperatura detectável e determinar valores das propriedades dependentes do tempo, determinando α e potencialmente c_p e k . Por outro lado, os métodos em regime permanente utilizam um fluxo de calor estabilizado para determinar apenas a condutividade térmica, de acordo com a Equação 2.1.

Tanto na determinação de difusividade quanto de condutividade térmica, uma das fontes de erro se deve a indesejáveis transferências de calor entre a amostra e o ambiente. Tais erros podem ser reduzidos ao se diminuir o tempo do experimento e ou adequá-lo de forma a se obter transientes mais rápidos. A aplicabilidade dos métodos de medição em regime transiente vem aumentando com o desenvolvimento tecnológico que permite uma medição mais exata e precisa das variações de temperaturas em intervalos de tempo cada vez menores.

A metodologia de medição de difusividade térmica pode ter dois enfoques diferentes, de acordo com a natureza do sinal de estímulo que promove o transiente de temperatura no material (resposta ao estímulo):

⇒ análise de fluxos de calor periódicos (fluxos de calor modulados) onde podem ser destacados as técnicas da haste longa, da placa plana, dos sólidos semi-finitos,

dos cilindros (Tye, 1969), da onda radial convergente (Joo et al., 2000), de Ångström e suas modificações, da tira quente (Gustafsson, 1987) e os métodos termoelétricos;

- ⇒ análise de fluxos de calor não periódicos (pulso de energia) onde destacam-se as técnicas da tira quente (Gustafsson, 1987), da haste longa finita, da placa plana, dos sólidos semi-finitos, dos cilindros (Tye, 1969), do fluxo de calor radial (Kubičár e Boháč 1999), da alta intensidade de arco e do Flash Laser (Parker et al., 1961), (Holman, 1994; Ismail et al., 2000).

A seguir serão apresentados as principais técnicas de cada uma dessas duas categorias, bem como suas características e particularidades.

2.3 Medição de Difusividade Térmica utilizando Fluxo de Calor Periódico

2.3.1 Técnica da Haste Longa

Esta técnica foi primeiramente apresentada por Ångström, onde a medição de difusividade térmica utiliza, como fonte de energia, um fluxo de calor periódico, de forma senoidal, em uma das extremidades de haste longa radial semi infinita e delgada. Esta técnica tem sofrido diversas modificações e melhorias visando obter maior exatidão na determinação de difusividade térmica.

A equação diferencial parcial unidimensional que define o transiente de temperatura em qualquer posição x e tempo t é:

$$\alpha \frac{\partial^2 (T - T_0)}{\partial x^2} = \frac{\partial (T - T_0)}{\partial t} + h_g (T - T_a) \quad (2.10)$$

onde T_0 é a temperatura inicial da barra, T_a é a temperatura ambiente e h_g é o coeficiente global de trocas térmicas por condução, convecção e radiação.

Considerando que a diferença de temperatura entre a amostra e o ambiente é de apenas poucos graus, pode-se assumir que as trocas térmicas com o ambiente variam linearmente com a diferença de temperatura (lei de resfriamento de Newton).

Considerando $\theta = T - T_0$, as condições de contorno nas extremidades são dadas por:

$$\theta(0,t) = A_0 + A_1 \cos(\omega t + \varphi) \quad (2.11)$$

e

$$\theta(\infty,t) = 0 \quad (2.12)$$

onde ω é a frequência angular do sinal e φ é o ângulo de fase.

A solução da Equação 2.10, com as condições inicial e de contorno dadas pelas Equações 2.11 e 2.12, respectivamente, fornece o valor da difusividade térmica do material que é dada por (Tye, 1969):

$$\alpha = \frac{\pi L^2}{T_1 \ln q_1 \ln q_2} \left(\frac{(T_1/T_2)^2 - (\ln q_2 / \ln q_1)^2}{(\ln q_2 / \ln q_1)^2 - 1} \right) \quad (2.13)$$

onde T_1 e T_2 são diferentes períodos dados por diferentes frequências de oscilação, ω_1 e ω_2 ($T=2\pi/\omega$). Para cada período foram medidos os valores q_1 e q_2 , que são os decrementos de amplitude medidos entre os pontos x_1 e x_2 . Tais decrementos de amplitude podem ser definidos analiticamente, de uma forma geral, por:

$$q = e^{L(1/2 \alpha \omega)^{1/2}} \quad (2.14)$$

onde L a distância entre os dois pontos (x_1 e x_2) considerados para a medição de q .

A velocidade de propagação e o valor da amplitude de q , medidos em um único período, visa a diminuição de erros e torna o método mais rápido.

Sendo a velocidade de propagação das oscilações de temperatura em $x = 0$ dada por:

$$v = \frac{w}{(1/2 \alpha w)^{1/2}} \quad (2.15)$$

tem-se que:

$$\alpha = \frac{L v}{2 \ln q} \quad (2.16)$$

A técnica da haste longa, proposta por Ångström, apresenta algumas limitações, como a dificuldade em se obter um bom controle de temperatura nos ensaios realizados em temperaturas elevadas, que dificultam a medição da difusividade térmica.

2.3.2 Técnica da Placa Plana

A técnica da placa plana propõe a utilização de uma placa em forma de disco com diâmetro de cerca de 1 cm e espessura de 0,1 cm. Ao se aplicar um fluxo de calor modulado (feixe de elétrons ou de luz modulada) em uma das faces, o exame da variação de temperatura na outra face fornece o valor da difusividade térmica do material. Nesta técnica, a frequência de modulação do fluxo de calor (entre 0,1 e 1000 Hz) pode ser bem maior que a do método da haste (entre 0,0001 e 0,1 Hz). A utilização de frequências maiores tendem a promover a diminuição das perdas de calor, entretanto requerem detetores de temperatura mais precisos (Tye, 1969).

Nesta técnica, a difusividade térmica do material é dada por:

$$\alpha = \frac{w L^2}{2 \varphi^2} \quad (2.17)$$

onde w é a frequência angular do sinal de entrada, L é a espessura da amostra e φ é a diferença de fase entre os transientes de temperatura entre as duas faces (frontal e oposta) da amostra.

2.3.3 Técnica dos Cilindros

Amostras cilíndricas também vêm sendo utilizadas para realizar medições de difusividade térmica. Esta técnica é aplicada tanto em medições de sólidos quanto de líquidos em uma faixa de temperatura entre 670 K e 1870 K. Um fluxo de calor periódico, gerado por indução, é usado para promover uma variação de temperatura na amostra. Este transiente é medido em dois pontos, na superfície e no interior do cilindro. A difusividade térmica pode ser determinada a partir da diferença de fase entre os dois transientes de temperatura oscilatórios ou a partir da variação de amplitude em função da frequência das oscilações.

As vantagens na concepção de uma simetria cilíndrica são:

- ⇒ forma da amostra conveniente para medição tanto em sólidos quanto em líquidos, desde que o comprimento possa ser considerado infinito, devendo ser de três a cinco vezes o diâmetro da amostra;
- ⇒ eliminação dos efeitos causados por perdas de calor na superfície da amostra, pois estas determinam apenas a amplitude das oscilações de temperatura e não a fase ou dependência da amplitude com a frequência das oscilações que propagam para o centro do cilindro;
- ⇒ diminuição das incertezas do resultado de medição, alcançando valores de erro

percentual máximo entre 4% e 8%.

2.4 Medição de Difusividade Térmica utilizando Fluxo de Calor Não Periódico

A maioria das técnicas que utilizam de fluxo de calor não periódico é caracterizada pela simplicidade experimental e computacional. Estas técnicas analisam um fluxo de calor, geralmente unidimensional, em uma amostra, inicialmente, em equilíbrio com o ambiente. Várias condições de aquecimento podem ser empregadas com sucesso para a medição de difusividade térmica de amostra de geometrias diversas. As situações mais comuns são discutidas a seguir.

2.4.1 Técnica da Placa Plana

Amostras com geometria de placa plana são atrativas do ponto de vista matemático, pois podem ser consideradas como placas infinitas uniformemente aquecidas em uma das faces. São também atrativas do ponto de vista experimental, pois quando a face frontal é submetida a um fluxo de calor uniforme, a parte externa do disco tende a servir como um isolante térmico para a região mais central. Sendo assim, o transiente de temperatura nesta região da face oposta é essencialmente o transiente obtido em uma placa plana infinita.

As amostras em forma de discos finos são fáceis de ser fabricadas e requerem moderadas quantidades de material. A pequena massa de material facilita a obtenção de uma condição inicial de temperatura uniforme. Isso é especialmente importante em temperaturas elevadas, onde equalizações de temperatura em grandes volumes são difíceis de serem atingidas.

As condições experimentais mais freqüentemente empregadas são:

⇒ entradas de calor conhecidas (método usado para determinação de condutividade térmica);

⇒ apenas transientes de temperaturas conhecidos (método usado para medição da difusividade térmica).

Diversas configurações para a montagem experimental podem ser estabelecidas mas sempre visando a obtenção de um fluxo de calor transiente gerado pela aplicação de uma fonte de calor à amostra. A quantidade de energia por unidade de área pode ser determinada ao se utilizar fontes ou dissipadores de calor constituídos de materiais com calor específico conhecidos. Estes dados, aliados à medição de temperatura em pontos específicos e às dimensões da amostra, possibilitam a determinação das propriedades termofísicas do material (Tye, 1969).

Uma variação desta técnica é aplicada por Joo et al. (2000) para medição de difusividade térmica de placas finas (técnica da onda térmica convergente). O aparato experimental apresentado utiliza como fonte de calor um feixe de laser Nd:Yag pulsado (comprimento de onda de $1,06 \mu\text{m}$), com potência de $0,9 \text{ J/pulso}$ e largura de pulso igual a $0,35 \text{ ms}$. O feixe laser recebe um tratamento ótico que o transforma em um anel de aquecimento com diâmetro variando entre 9 e 10 mm , que é aplicado sobre face frontal da amostra. Ondas térmicas radiais são geradas em direção ao centro e à periferia da amostra.

Amostras com diâmetro igual a 100 mm e espessura igual a 1 mm podem ser consideradas como placas infinitas. As trocas térmicas com o ambiente são desprezadas devido ao curto intervalo de tempo no qual é realizada a medição (cerca de 10 ms). Os resultados experimentais, acoplados aos resultados de simulações numéricas por diferenças finitas, possibilitam realizar estudos sobre o efeito da espessura e do diâmetro da amostra no resultado experimental.

2.4.2 Técnica dos Cilindros

Amostras cilíndricas possibilitam a medição da difusividade térmica utilizando o fluxo de calor radial. Esta geometria apresenta poucos problemas com relação às perdas de calor com o ambiente. As amostras podem ser vazadas ou totalmente sólidas e o fluxo de calor pode fluir a partir do centro ou a partir da parede do cilindro. A condição de aquecimento uniforme é considerada e por isso deve-se assegurar que esta condição realmente ocorra experimentalmente. A utilização de amostras cilíndricas apresenta duas desvantagens:

- ⇒ grande quantidade de material para fabricação da amostra;
- ⇒ necessidade de medição dos transientes de temperatura em um ou mais pontos no interior do cilindro.

O acesso aos sensores de medição de temperatura é realizado a partir de furos axiais em direção ao plano central do cilindro. A influência do fluxo de calor na direção axial é considerada desprezível.

Ginnings (1960) desenvolveu uma metodologia onde a amostra é aquecida continuamente, a partir da parede externa do cilindro, e vários valores de difusividade térmica, em função da temperatura, são obtidos ao analisar os transientes observados. Os valores de temperatura em dois pontos r_1 e r_2 , ao longo do raio, são armazenados para a análise. Para cada temperatura T , a difusividade térmica α pode ser calculada a partir da distância que separa os dois sensores e do intervalo de tempo Δt necessário para que os respectivos transientes de temperatura se igualem à temperatura T .

O valor de difusividade térmica do material será então (Tye, 1969):

$$\alpha = \frac{1}{2 \Delta t} \left(\frac{r_2^2 - r_1^2}{2} + r_1^2 \ln \frac{r_2}{r_1} \right) \quad (2.18)$$

2.4.3 Técnica da Haste Longa Finita

Experimentos utilizando amostras em forma de haste longa finita vem sendo realizados para determinação da difusividade térmica à temperaturas de até 1300 K. As amostras são de fácil fabricação e necessitam de pequenas quantidades de material. Com pequenas modificações, podem ser medidas simultaneamente outras propriedades como resistividade elétrica e coeficiente Seebeck.

A haste é submetida a um fluxo de calor unidimensional em uma de suas extremidades. O perfil de energia, fornecido inicialmente, pode ser em forma de pulso ou degrau. Transientes de temperatura causados por este fluxo de calor inicial são medidos para três pontos da amostra, de comprimento L , na direção axial (em $x = 0$, $x = L$ e em um ponto intermediário, por exemplo, $x = L/2$, a partir da extremidade aquecida).

A partir das condições de contorno empíricas dadas pelos transientes de temperatura $T(0, t)$ e $T(L, t)$ e utilizando um método de diferenças finitas para solução da equação de difusão de calor, são geradas várias curvas de temperatura em $x = L/2$ para diferentes valores de difusividade térmica. Estas curvas, geradas computacionalmente, são comparadas com a curva medida experimentalmente, obtendo assim o valor de difusividade térmica do material. Os erros percentuais de medição deste método estão restritos a $\pm 2\%$ (Tye, 1969).

Jacovelli e Zinke (1966) resolveram a equação de difusão de calor considerando as perdas térmicas entre a amostra e o ambiente. Entretanto os seus resultados foram satisfatórios somente para temperaturas próximas à temperatura ambiente.

Um método similar pode ser utilizado, onde a fonte de calor inicial é aplicada somente durante um curto intervalo de tempo τ em uma das extremidades da amostra. Isso resulta em uma limitação da temperatura máxima alcançada, sendo o valor de difusividade térmica dada por:

$$\alpha = \frac{L^2}{6} \left(\frac{1}{t_{1/2} - 0,5 \tau} \right) \quad (2.19)$$

onde $t_{1/2}$ é o tempo para o qual ocorre a metade do transiente de temperatura na face não aquecida da amostra e L é o comprimento da amostra.

O transiente de temperatura observado na face não aquecida da amostra (face oposta) é bastante similar ao obtido no método flash laser que será apresentado a seguir. Em ambos os métodos τ deve ser bastante curto quando comparado a $t_{1/2}$.

2.5 Método Flash Laser

O método flash laser será descrito a seguir de uma forma bem detalhada, pois é o método utilizado no aparato experimental para medição de propriedades termofísicas, apresentado no Capítulo 4 desta dissertação. O Capítulo 3 apresenta uma modelagem físico-matemática de sistemas de determinação de propriedades termofísicas e a aplicação desta modelagem ao Método Flash Laser. A validação deste modelo é baseada nos dados empíricos fornecidos pela bancada de medição experimental. O Capítulo 3 aborda a técnica de análise do problema inverso, sob uma forma generalizada, objetivando a minimização da função erro entre os resultados empíricos e as soluções numéricas da equação de difusão térmica unidimensional.

O método Flash Laser foi apresentado primeiramente por Parker et al. (1961) e se baseia na solução analítica da equação de difusão de calor unidimensional. Considerando que a distribuição inicial de temperatura no sólido de espessura uniforme L , é $T(x,0)$, a distribuição de temperatura em qualquer instante posterior t será (Carslaw e Jaeger, 1959):

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x, 0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cos \frac{n \pi x}{L} \int_0^L T(x, 0) \cos \frac{n \pi x}{L} dx \quad (2.20)$$

Se um pulso sob a forma de um feixe de energia radiante Q [J/m^2] é instantânea e uniformemente absorvido em uma pequena profundidade g da superfície frontal $x = 0$ de um sólido de espessura L [m] isolado termicamente, a distribuição de temperatura neste instante é dada por $T(x,0) = Q/(\rho c_p g)$ para $0 < x < g$ e $T(x,0) = 0$ para $g < x < L$.

Com esta condição inicial, a Equação 2.20 pode ser escrita como:

$$T(x,t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n \pi x}{L} \frac{\text{sen}(n \pi g / L)}{(n \pi g / L)} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (2.21)$$

Nesta aplicação, somente uns poucos termos são necessários para a convergência da série. Sendo g um número muito pequeno para materiais opacos, segue-se que $\text{sen}(n \pi g / L) \approx n \pi g / L$. Na face oposta, onde $x = L$, o perfil de temperatura pode ser expresso por:

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho c_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (2.22)$$

Dois parâmetros adimensionais, V e ω , podem ser definidos como:

$$V(L,t) = \frac{T(L,t)}{T_M} \quad (2.23.a)$$

$$\omega = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2} \quad (2.23.b)$$

onde T_M representa a diferença entre a temperatura máxima na face oposta e a temperatura inicial. Desta forma, para uma condição de temperatura inicial constante e diferente de zero, ou seja, $T(x,0) = T_0$, tem-se que V pode ser dado por:

$$V(L,t) = \frac{T(L,t) - T_0}{T_M - T_0} = \frac{\Delta T(L,t)}{\Delta T_M} \quad (2.24)$$

Sendo assim, a utilização do parâmetro adimensional V proporciona uma normalização da curva em relação a ΔT_M [K].

O valor de $t_{1/2}$ [s] é o tempo requerido para a face oposta atingir a metade da variação máxima da temperatura, ou seja, o tempo para o qual $\Delta T(L, t) = \Delta T_M / 2$. O parâmetro adimensional ω , também é normalizado em relação a $t_{1/2}$, logo, a Equação 2.23 b pode ser rescrita como:

$$\omega = \frac{1,37 t}{t_{1/2}} \quad (2.25)$$

Com esta normalização obtém-se, para quaisquer valores de ΔT_M , α e L , uma mesma curva como resultado final. A combinação das Equações 2.22, 2.23.a e 2.23.b resulta em:

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (2.26)$$

A Figura 2.1 apresenta o gráfico da curva de resposta originado pela Equação 2.26.

O valor da difusividade térmica α é então determinado a partir da Equação 2.27 e da Figura 2.1.

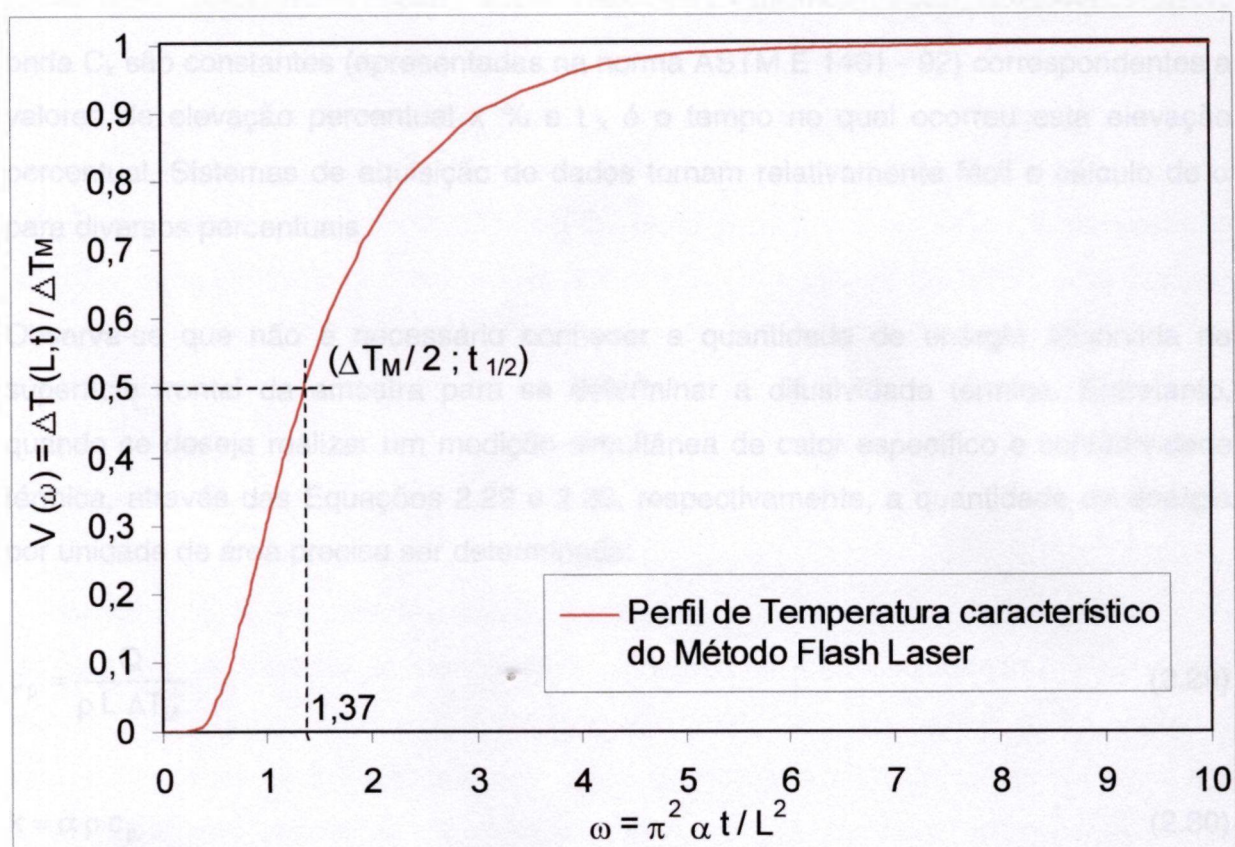


Figura 2.1. Perfil de temperatura na face oposta da amostra (adimensionalizado e normalizado em relação a ΔT_M e $t_{1/2}$)

Quando V é igual a 0,5, ω é igual a 1,37, e assim:

$$\alpha = \frac{1,37 L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (2.27)$$

De forma generalizada, pode-se usar qualquer elevação percentual de temperatura para o cálculo da difusividade:

$$\alpha = \frac{C_x L^2}{t_x} \quad (2.28)$$

onde C_x são constantes (apresentadas na norma ASTM E 1461 - 92) correspondentes a valores de elevação percentual x % e t_x é o tempo no qual ocorreu esta elevação percentual. Sistemas de aquisição de dados tornam relativamente fácil o cálculo de α para diversos percentuais.

Observa-se que não é necessário conhecer a quantidade de energia absorvida na superfície frontal da amostra para se determinar a difusividade térmica. Entretanto, quando se deseja realizar uma medição simultânea de calor específico e condutividade térmica, através das Equações 2.29 e 2.30, respectivamente, a quantidade de energia por unidade de área precisa ser determinada:

$$c_p = \frac{Q}{\rho L \Delta T_M} \quad (2.29)$$

$$k = \alpha \rho c_p \quad (2.30)$$

Uma maneira de se determinar o valor de energia absorvida pela amostra consiste em realizar ensaios em uma amostra com c_p e ρ conhecidos. A energia por unidade de área Q em $[J/m^2]$ absorvida pela amostra de referência é dada pela Equação 2.31:

$$Q = \rho c_p L \Delta T_M \quad (2.31)$$

Mantendo este valor de energia absorvida por unidade de área, é possível determinar além da difusividade térmica, os valores de calor específico e de condutividade térmica de uma amostra desconhecida, através das Equações 2.29 e 2.30, respectivamente.

Para garantir que ambas as amostras absorvam a mesma quantidade de energia, utilizam-se técnicas como a do disco absorvedor (Takahashi, 1974) ou a deposição de uma finíssima camada de carbono nas superfícies das amostras (Degueldre et al., 1998), padronizando, desta forma, o valor da absorvidade das superfícies.

Todo o tratamento acima não considera a variação da difusividade térmica com a temperatura. Apesar do método produzir um valor efetivo de difusividade para a amostra, é necessário ainda determinar o valor efetivo da temperatura correspondente. Em uma primeira aproximação, considerando-se pequena a variação de temperatura em uma dada medição, a temperatura efetiva (T_e) é a média, no tempo, das médias entre as temperaturas das faces frontal e oposta, até o instante em que a superfície oposta atinge a metade da temperatura máxima, Equação 2.32:

$$T_e = T_0 + 1,6 \Delta T_M \quad (2.32)$$

Evidentemente, o tempo de trânsito do pulso de calor irá depender da faixa de temperatura de trabalho. A temperatura da superfície pode inicialmente elevar-se a valores muito altos, porque a energia é absorvida em um tempo muito curto. É importante conhecer o limite superior desta temperatura afim de evitar operação em regiões de temperatura que podem conter mudanças de fase no material sendo testado. Uma estimativa desta temperatura é também apresentada pelos autores do método, resultando na Equação 2.33 para uma estimativa da temperatura máxima T_f atingida na face frontal:

$$T_f = T_0 + \frac{38 L \Delta T_M}{\alpha^{1/2}} \quad (2.33)$$

©

Toda a teoria do Método Flash Laser vem sendo largamente aplicada experimentalmente e muitos pesquisadores vem discutindo resultados obtidos e alguns obstáculos experimentais. A solução analítica da equação de difusão térmica, proposta por Parker et al. (1961), apresenta algumas simplificações que impõem limitações de ordem física. Os problemas são basicamente gerados pela dificuldade em fornecer as condições iniciais e de contorno exigidas pelo método e pela incapacidade de se medir com exatidão as alterações das grandezas ou quantidades de energia durante o experimento. Tais problemas podem gerar erros percentuais no resultado de medição superiores a 50% (Taylor e Cape, 1964). Algumas soluções corretivas são relatadas e

discutidas com o intuito de amenizar essas principais dificuldades.

A seguir serão mostrados e discutidos alguns dos problemas característicos da medição experimental de difusividade térmica, bem como comentários, considerações e soluções propostas para a correção dos resultados experimentais.

2.5.1 Efeitos de Tempo de Pulso Finito e de Forma do Pulso

O efeito de tempo de pulso finito pode ser observado quando não se consegue assegurar uma razão suficientemente pequena, que possa ser considerada infinitesimal, entre o tempo característico t_c de duração do transiente de temperatura e o tempo de aplicação do pulso laser τ .

A presença isolada do efeito de tempo de pulso finito pode ser facilmente detectada ao se comparar a curva de resposta experimental normalizada e a curva teórica da solução da equação de difusão do Método Flash Laser (Norma ASTM E 1461 - 92), podendo se perceber que:

- ⇒ A curva experimental se atrasa em relação à curva teórica a partir de 5 até 50% do percentual de elevação (exceto para tempo de duração de pulso relativamente grandes, pois, nestes casos, a curva experimental tende a liderar a curva teórica);
- ⇒ A curva experimental passa a liderar a curva teórica após 50% até aproximadamente 98% da elevação;
- ⇒ Pode-se observar um longo patamar máximo.

O efeito de tempo de pulso finito promove uma diminuição no valor final da difusividade térmica do material, pois a mesma quantidade de energia é entregue mais lentamente ao material, retardando o transiente de temperatura e aumentando o valor de $t_{1/2}$.

Cape e Lehman (1963) desenvolveram um modelo matemático com o objetivo de considerar o efeito de tempo de pulso finito. Nesta abordagem obteve-se uma solução analítica, porém muito complexa, para a variação de temperatura na face oposta da amostra (em $x = L$), considerando a forma do pulso como uma onda quadrada com duração finita (τ). Em uma abordagem mais realista, aproximou um pulso de energia emitido por uma lâmpada flash por um pulso dente de serra decrescente, conseguindo uma boa adequabilidade com a seguinte função para o pulso de energia.

$$Q(t) = Q_{\text{abs}} [(\tau - t)/\tau^2], \quad 0 \leq t \leq \tau \quad (2.34.a)$$

$$Q(t) = 0, \quad t > \tau \quad (2.34.b)$$

onde Q_{abs} é a energia absorvida por unidade de área na face frontal da amostra [J / m^2].

Taylor e Cape (1964) testaram experimentalmente as expressões de Cape e Lehman para pulsos finitos quadrados e triangulares em amostras de ferro Armco (que é geralmente considerado um material padrão de condutividade térmica). Concluíram que podem ser considerados exatos os resultados de difusividade térmica, gerados pela Equação 2.27, quando se consegue obter a seguinte relação entre o tempo de pulso do laser e o tempo de transiente:

$$t_c > 50 \tau \quad (2.35)$$

onde

$$t_c = \frac{L^2}{\pi^2 \alpha} \equiv \frac{t_{1/2}}{1,37} \quad (2.36)$$

Para valores relativamente grandes do tempo de pulso, a equação para o cálculo da

difusividade proposta por Parker et al. (1961) pode gerar resultados com erros percentuais superiores a 50%.

Em temperaturas próximas ao zero absoluto, o calor específico de todas as substâncias tende a zero, fazendo com que a condutividade e a difusividade térmica tendam a valores muito grandes. Consequentemente, para baixas temperaturas, o efeito de tempo de pulso finito passa a ser proibitivamente restritivo. Para algumas substâncias, a difusividade térmica pode ser superior a $1 \text{ m}^2/\text{s}$ fazendo com que t_c assumam valores próximos a 10^{-5} s para amostras com 1 cm de espessura. Para esses valores de t_c , o tempo de duração do pulso deve ser extremamente curto, da ordem de microsegundos, sendo portanto, de difícil obtenção. Nesses casos, torna-se inevitável tratar o problema conforme apresentado por Cape e Lehman (1963) ou Taylor e Cape (1964), que obtiveram soluções analíticas e implementações numéricas para a solução da equação de difusão térmica considerando o tempo de duração do pulso.

A metodologia generalizada para as técnicas de análise realizadas por Taylor e Cape (1964) e Heckman (1972), consiste em resolver numericamente as equações propostas por Cape e Lehman considerando diferentes formas de pulso (podendo ser quadrado, triangular, dente de serra descendente e ascendente, trapezoidal, parabólico, etc) para diferentes valores de tempo característico. Para cada combinação destas situações serão encontrados valores de $t_{1/2}$.

A Figura 2.2 mostra em um gráfico os resultados obtidos através de simulações numéricas da equação de difusão térmica em sólidos (Equação 2.20) similares aos resultados apresentados por Grossi et al. (2002). Nestas simulações foram considerados condições adiabáticas sendo a aplicação do pulso de energia simulada por pulsos quadrados, com τ variável, e valores de t_c também variáveis em função de $t_{1/2}$. Observa-se um retardamento da curva à medida que o valor do tempo de pulso aumenta.

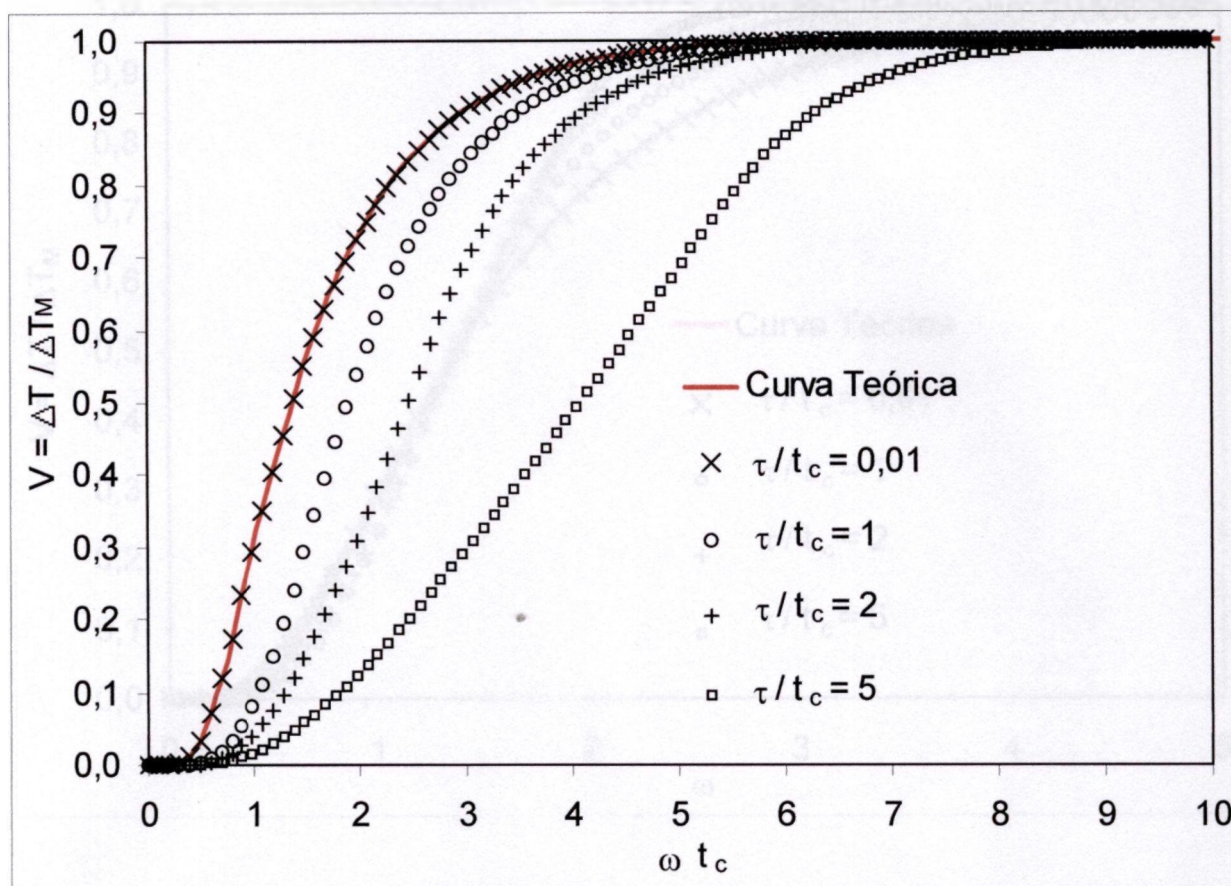


Figura 2.2 - Curvas de transientes de temperatura na face oposta do material para pulsos quadrados e diferentes valores de τ .

A Figura 2.3 mostra os mesmos resultados da Figura 2.2, porém, a variável tempo para cada curva é adimensionalizada e normalizada em relação ao $t_{1/2}$. Esta é uma outra forma de apresentação dos dados, bastante difundida nos trabalhos relacionados ao assunto.

A partir dos dados destas simulações, um ábaco ou uma tabela podem ser gerados, correlacionando os adimensionais τ/t_c e $t_{1/2}/t_c$ para cada tipo e duração de pulso. Desta forma, quando se conhece τ e $t_{1/2}$ através de medições experimentais, t_c e, conseqüentemente α , podem ser obtidos através das correlações estabelecidas.

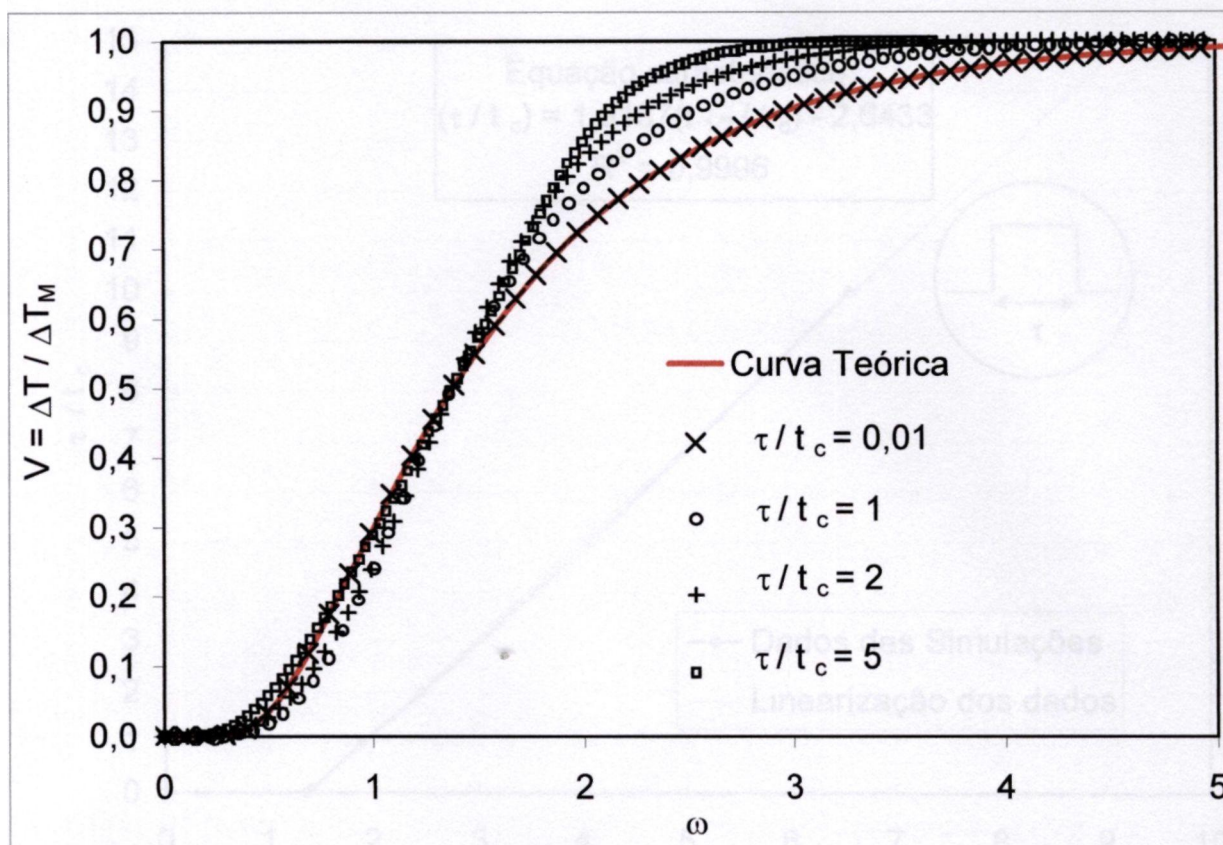


Figura 2.3 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura para pulsos quadrados e diferentes valores de τ .

A Figura 2.4 mostra um ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito considerando forma de pulso quadrado e τ variável.

De acordo com a equação apresentada no ábaco, o valor da difusividade térmica, é dado por:

$$\alpha = \frac{2,6433 L^2}{(1,9137 t_{1/2} - \tau) \pi^2} \equiv \frac{0,2678 L^2}{(1,9137 t_{1/2} - \tau)} \quad (2.37)$$

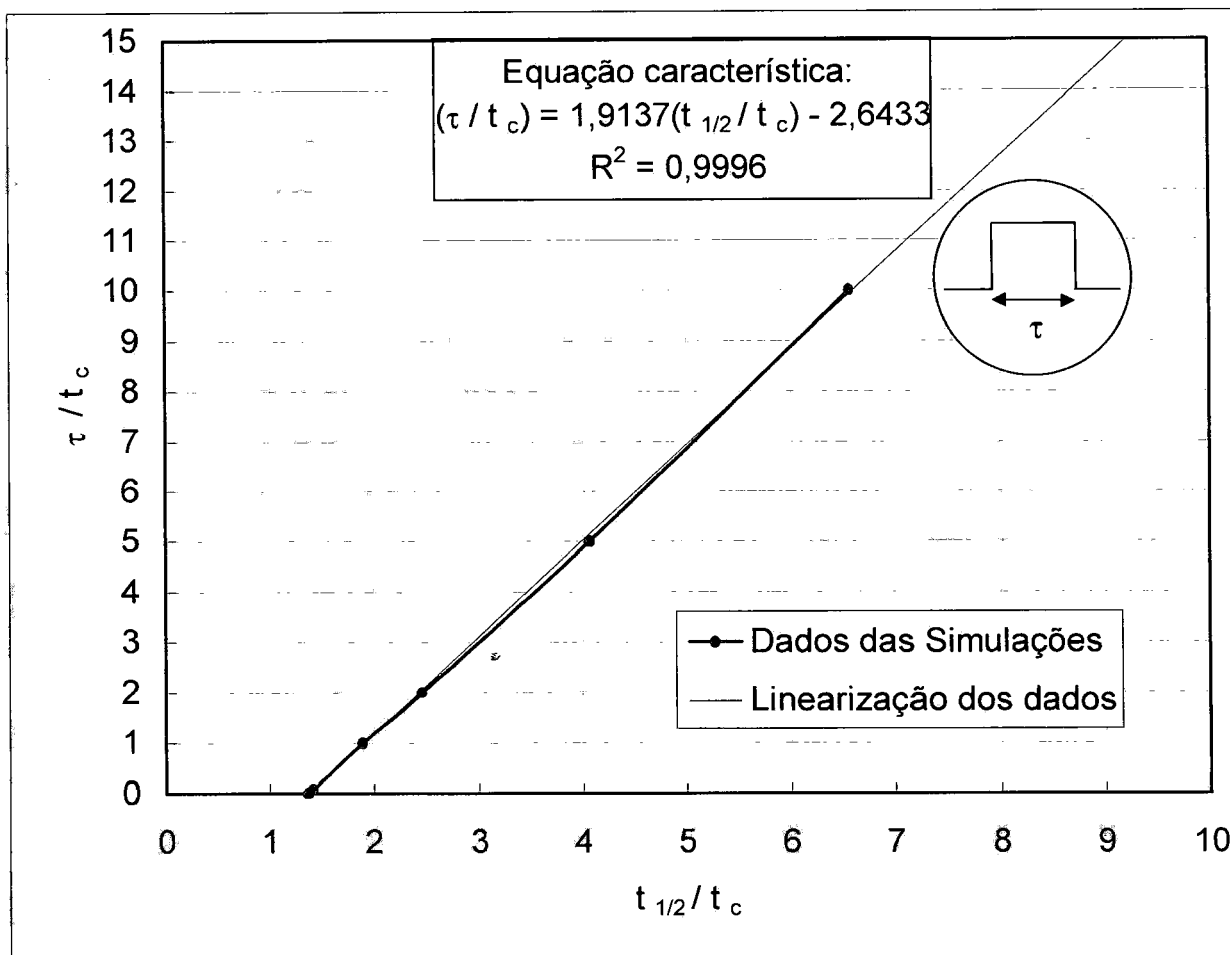


Figura 2.4 - Ábaco típico para a correção do efeito de tempo de pulso finito obtido a partir de simulações computacionais que consideram como pulso de energia inicial pulsos quadrados e de tempo de duração variável.

Desta forma, a influência da duração do pulso e de sua forma é bastante significativa para o valor final de difusividade térmica. Heckman (1972) propôs uma forma de correção nos valores de α para pulsos em formas triangulares e considerou este tipo de aproximação bastante adequada à maioria dos dispositivos utilizados para aplicação do pulso inicial de energia na amostra, que são basicamente Lasers, (CO₂, YAG, Rubi), lâmpadas Flash e lâmpadas de Xenônio. Para pulsos triangulares, de acordo com a norma ASTM E 1461 - 92, a correção do valor de α pode ser realizada usando a seguinte Equação:

$$\alpha = \frac{K_1 L^2}{K_2 t_x - \tau} \quad (2.38)$$

onde t_x é o tempo requerido para uma elevação de temperatura de x % do ΔT_M (ver Equação 2.32), sendo K_1 e K_2 as constantes de correção cujos valores estão tabelados na norma.

Quando τ / t_c e $t_{1/2} / t_c$ não são valores completamente experimentais, esses podem ser transformados em: $(\tau / t_c) / (t_{1/2} / t_c) = (\tau / t_{1/2})$ e $(t_{1/2} / t_c) / 0,1388 = \alpha / \alpha_0$, sendo α_0 o valor da difusividade desconsiderando o efeito de tempo de pulso finito. O uso destas transformações em dados experimentais reduz o tempo necessário para a obtenção do valor final de α pois α_0 , τ e $t_{1/2}$ são resultados experimentais imediatos.

Os efeitos de tempo finito e forma do pulso são problemas relevantes do Método Flash Laser. Os métodos de correção desses efeitos apresentados na literatura (Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1964; Heckman, 1972; Takahashi e Murabayashi, 1975; Norma ASTM E 1461 - 92) tratam de ajustes a posteriori, requerendo um certo tempo de processamento e são passíveis de implementação somente quando os efeitos são considerados de maneira isolada. Sendo assim, não se tem notado uma efetiva melhoria na teoria do Método Flash Laser.

Um enfoque diferente para este problema, apresentado no Capítulo 3, se baseia na análise de soluções numéricas para a equação de difusão de calor, considerando quaisquer condições iniciais e de contorno, diminuindo o grau de restrição, com relação à teoria de Parker et al. (1961), para o Método Flash Laser.

Sendo assim, as características da emissão laser, como tempo de duração e forma do pulso, poderão ser consideradas, denotando um avanço significativo na teoria do Método Flash Laser proposta por Parker

2.5.2 Efeito de Trocas Térmicas

O efeito de trocas térmicas ocorre quando não se consegue realizar o ensaio de medição de difusividade térmica sob as condições adiabáticas nas quais se baseia a teoria do Método Flash Laser. O perfil de temperatura na face oposta pode ser obtido para qualquer instante de tempo, de uma maneira simples, desde que a amostra esteja isolada termicamente. Quando são consideradas as trocas térmicas entre a amostra e o ambiente, a solução analítica da equação de difusão é mais trabalhosa (Parker e Jenkins, 1962; Watt, 1966). Na maioria dos casos práticos, a obtenção das condições ideais para realização do ensaio torna-se difícil, devido às várias variáveis envolvidas. A seguir, serão apresentados alguns conceitos, efeitos causados pelas trocas térmicas e algumas formas de se abordar o problema de maneira preventiva e corretiva.

A atenuação dos modos de transmissão de calor deve ser prevista no projeto e deve fazer parte dos detalhes construtivos do sistema de medição experimental (como o mostrado no Capítulo 4).

Na troca térmica global, a condução de calor representa a menor parcela, pois esta é bastante minimizada com a utilização de um sistema porta-amostras com áreas de contato pontuais. Quando se utiliza um termopar como sensor de temperatura, este também deve possuir fios com o menor diâmetro possível para minimizar as perdas por condução através do termopar (Takahashi, 1974; Michalski, Eckersdorf e McGhee, 1991).

Analisando a parcela de trocas térmicas por convecção, esta ocorre basicamente pelo processo de convecção natural. A prática mais difundida para a minimização desta parcela, como discutido por Parker et al. (1961), Minato et al. (1997), Clarck e Taylor (1975), e outros, consiste em estabelecer vácuo no interior da câmara onde é posicionada a amostra.

As trocas térmicas por radiação passam a se tornar cada vez mais significativas à

medida em que se aumenta a temperatura do ensaio. Para altas temperaturas, pequenos gradientes térmicos entre a amostra e o meio promovem significativas perdas de calor por radiação, na medida que a energia emitida por uma radiação é proporcional à temperatura da superfície à quarta potência.

Pela dificuldade da atenuação da parcela radiativa do fluxo de calor total e pelo interesse de se determinar as propriedades térmicas dos materiais à temperaturas elevadas, metodologias para correção dos efeitos causados por trocas térmicas radiativas vêm sendo largamente discutidas na bibliografia (Cowan, 1963; Cape e Lehman, 1963; Watt, 1966; Heckman, 1973; Clark e Taylor, 1975).

A ocorrência isolada do efeito de trocas térmicas é facilmente detectável, assim como o efeito de tempo de pulso finito. De maneira similar, quando se compara a curva de resposta experimental normalizada com a curva teórica do Método Flash Laser, percebe-se que:

- ⇒ A curva experimental lidera a curva teórica durante todo o período de elevação de temperatura na face oposta (ver Figura 2.6);
- ⇒ A amplitude do transiente experimental é menor que a do transiente teórico (ver Figura 2.5);
- ⇒ Após atingir o valor máximo, inicia-se uma queda no perfil de temperatura (no caso de perdas de calor) ou uma elevação de temperatura (no caso de absorção de calor).

Considerando a ocorrência do efeito troca térmica, o valor final da difusividade térmica é superestimado pois o tempo $t_{1/2}$, necessário para que ocorra metade do percentual de elevação da temperatura na face oposta do material, é menor. Essa diminuição no valor de $t_{1/2}$ ocorre devido à diminuição no valor da temperatura máxima atingida na face oposta, acarretando também uma redução no valor de temperatura efetiva de medição

da propriedade térmica e aumentando os valores de c_p e k .

Para melhor visualização e identificação destes efeitos, a Figura 2.5 mostra em um gráfico os resultados de simulações numéricas da equação de difusão quando se considera o efeito de perdas de calor (Grossi et al., 2002). Nestas simulações foram considerados pulsos quadrados de energia, com duração infinitesimal onde são apresentadas curvas com valores de trocas térmicas globais, h_g [$W/(m^2 \cdot K)$], crescentes.

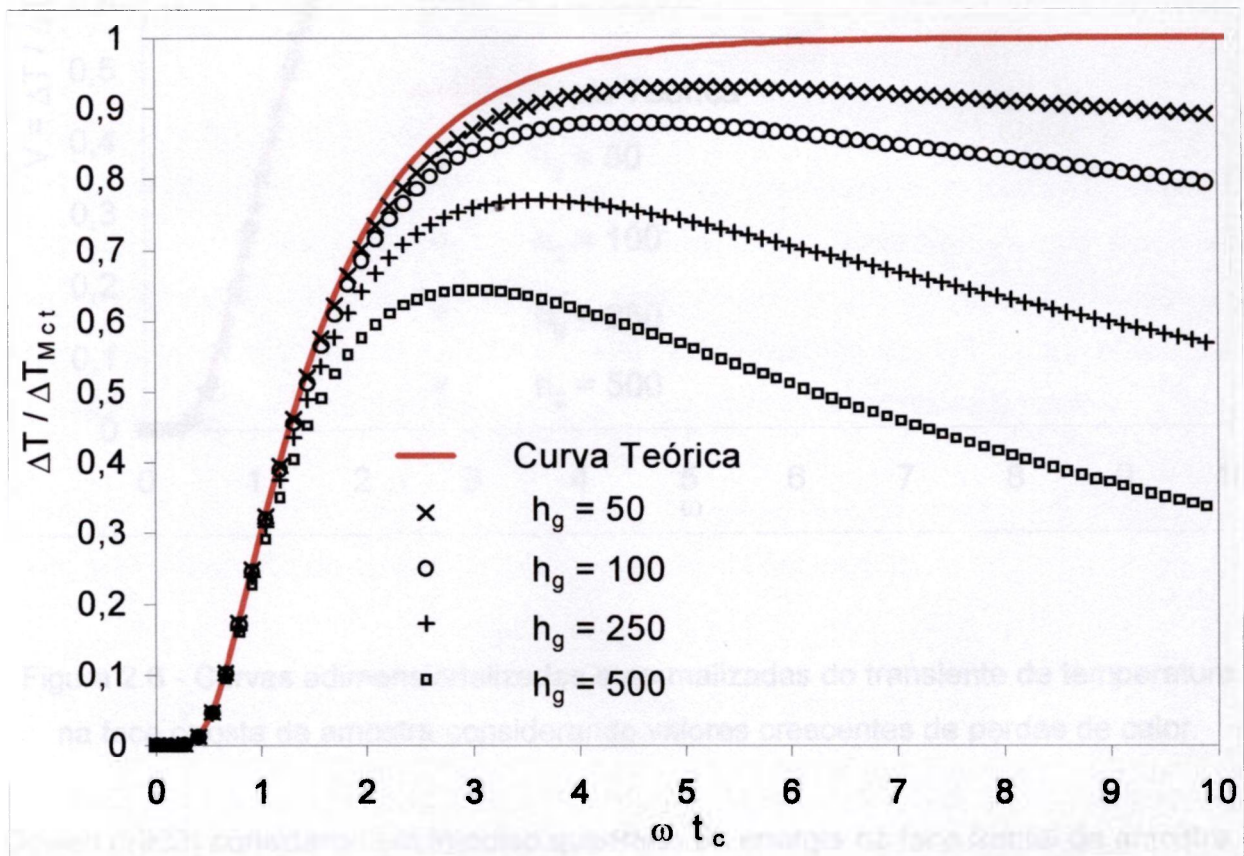


Figura 2.5 - Simulações apresentando curvas das respostas na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.

Já a Figura 2.6 mostra um gráfico adimensional e normalizado das curvas apresentadas na Figura 2.5. Na normalização, os parâmetros adimensionais, $t_{1/2}$ e ΔT_M , são constantes, diferentes para cada simulação. À medida que as perdas de calor vão

aumentando, os valores $t_{1/2}$ vão diminuindo, assim como os valores ΔT_M .

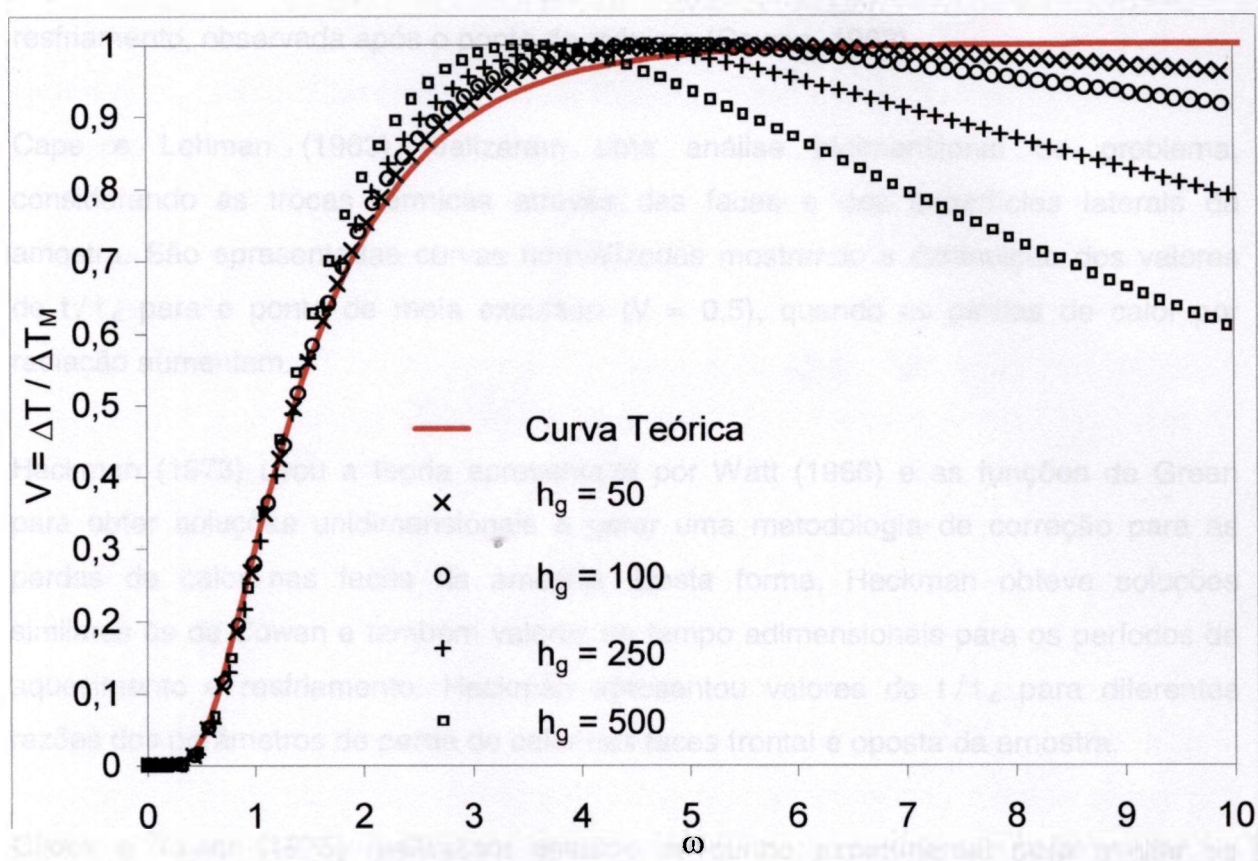


Figura 2.6 - Curvas adimensionalizadas e normalizadas do transiente de temperatura na face oposta da amostra considerando valores crescentes de perdas de calor.

Cowan (1963) considerou um impulso quadrado de energia na face frontal da amostra e apresentou curvas adimensionais da solução do problema de difusão de calor unidimensional para vários valores de perdas de calor. Ele estabeleceu correlações entre o parâmetro adimensional $\alpha t_{1/2} / L^2$ e razões de decaimento do perfil de temperatura na face oposta. A razão $V(5 t_{1/2}) / V(t_{1/2})$ é aplicada aos casos de elevada perda de calor e a razão $V(10 t_{1/2}) / V(t_{1/2})$ é empregada para perdas de calor mais suaves.

A norma ASTM E 1461 - 92 apresenta um método de correção baseado na curva experimental de elevação de temperatura (Clark e Taylor, 1975) e curva de resfriamento, observada após o ponto de máximo (Cowan, 1963).

Cape e Lehman (1963) realizaram uma análise bidimensional do problema, considerando as trocas térmicas através das faces e das superfícies laterais da amostra. São apresentadas curvas normalizadas mostrando a diminuição dos valores de t/t_c para o ponto de meia excursão ($V = 0,5$), quando as perdas de calor por radiação aumentam.

Heckman (1973) usou a teoria apresentada por Watt (1966) e as funções de Green para obter soluções unidimensionais e gerar uma metodologia de correção para as perdas de calor nas faces da amostra. Desta forma, Heckman obteve soluções similares às de Cowan e também valores de tempo adimensionais para os períodos de aquecimento e resfriamento. Heckman apresentou valores de t/t_c para diferentes razões dos parâmetros de perda de calor nas faces frontal e oposta da amostra.

Clarck e Taylor (1975) realizaram estudos de cunho experimental para avaliar os métodos de correção de perdas de calor propostos na bibliografia.

2.5.3 Efeito Combinado de Tempo de Pulso Finito e de Trocas Térmicas

Como se apresentou nos sub-itens 2.5.1 e 2.5.2, o efeito de tempo de pulso finito, a forma do pulso e o efeito de trocas térmicas são problemas relevantes do Método Flash Laser. A metodologia apresentada para correção destes efeitos pode ser aplicada apenas nas condições onde eles ocorrem de maneira isolada, não sendo aplicáveis nas situações onde estes efeitos se encontram de maneira acoplada.

Uma exceção é mostrada por Heckman (1973), que apresenta alguns gráficos para correção dos dois efeitos combinados. Entretanto, os resultados são dados para um grupo muito limitado de valores dos parâmetros considerados por Heckman e a

obtenção de resultados mais completos, utilizando tal metodologia, torna-se muito trabalhosa.

Grossi et al. (2002) utilizou a técnica de diferenças finitas com formulação em volume de controle (Método dos Volumes Finitos) para obter a solução da equação de difusão de calor. As simulações mostraram, de forma desacoplada, os transientes de temperatura na face oposta da amostra para diferentes valores de tempo de pulso e trocas térmicas globais. Dados experimentais de um ensaio, em uma amostra de alumina recristalizada, foram comparados com a solução analítica do Método Flash Laser e com uma simulação numérica considerando a forma e duração do pulso de laser e as trocas térmicas de maneira acoplada. Os desvios percentuais entre as curvas mostraram uma maior aproximação dos dados experimentais em relação à solução numérica (2,23%) do que em relação à solução analítica (4,05%).

No Capítulo 3 é desenvolvida uma técnica de comparação dos desvios percentuais entre soluções numéricas e resultados experimentais sob uma forma de abordagem, que considera, de forma acoplada, a ocorrência dos problemas característicos aos métodos de determinação de difusividade térmica. É também apresentada uma aplicação desta técnica ao Método Flash Laser. Estes são os objetivos principais desta dissertação.

2.5.4 Efeitos causados pelo Sistema de Medição de Temperatura

O objetivo deste item é mostrar a aplicação do método de identificação de sistemas para determinação de propriedades dinâmicas de sensores de temperatura. Este tipo de análise visa a diminuição das incertezas de medição em processos ou ensaios em regime transiente, como é o caso do ensaio para determinação de propriedades termofísicas pelo método Flash Laser. Uma aplicação prática típica para este estudo é apresentada para a resposta do sistema de medição de temperatura. A análise enfoca um sensor do tipo pirômetro ótico infravermelho, que é responsável pela aquisição de dados da bancada mostrada no Capítulo 4.

A identificação de sistemas se dá a partir da análise da resposta transitória observada na saída do sistema de medição ao se aplicar sinais de teste na entrada deste sistema. Existem inúmeras técnicas que utilizam diferentes sinais de teste, sendo o degrau, o impulso e a rampa os mais freqüentemente utilizados e estudados na teoria de controle moderno (Ogata, 1998; Paniagua e Dénos, 2002).

A dinâmica de sensores de temperatura, representada pela função de transferência que descreve o seu comportamento, pode ser expressa sob a forma de equações diferenciais que descreve o balanço de energias do sistema. De acordo com Michalski, Eckersdorf e McGhee (1991), considerando um instante de tempo infinitesimal antes do tempo zero, $t = 0^-$, onde o sensor está em equilíbrio com o ambiente $T_s = T_a$. Para um instante de tempo posterior, $t = 0^+$, o sensor passa a receber uma energia de um corpo a uma temperatura maior que a temperatura ambiente ($T > T_a$). Introduzindo a notação Δ como sendo o excesso de temperatura com relação ao valor de referência, a condição inicial em $t = 0^-$ é dada pelas seguintes equações:

$$\Delta_s = T_s - T_a = 0 \quad (2.39)$$

e

$$\Delta = T - T_a > 0 \quad (2.40)$$

De acordo com a lei de Newton a taxa de transferência de calor, q , para o elemento sensor é dada pela Equação 2.41.

$$q = \frac{dQ}{dt} = h A (\Delta - \Delta_s) \quad (2.41)$$

onde Q é a quantidade de energia transferida, h é o coeficiente de transferência de calor entre o sensor e o meio ou corpo emissor de energia e A é a área de troca térmica.

A energia armazenada no sensor é dada pela Equação 2.42.

$$dQ = m c d\Delta_s \quad (2.42)$$

onde m é a massa do sensor e c é o calor específico do elemento sensor.

A partir das Equações 2.41 e 2.42 temos que:

$$h A (\Delta - \Delta_s) dt = m c d\Delta_s \quad (2.43)$$

ou

$$\Delta = \frac{m c}{A h} \frac{d\Delta_s}{dt} + \Delta_s \quad (2.44)$$

introduzindo a notação:

$$J = \frac{m c}{A h} \quad (2.45)$$

onde J é a constante de tempo do sensor, a Equação 2.44 pode ser rescrita da seguinte forma:

$$\Delta = J \frac{d\Delta_s}{dt} + \Delta_s \quad (2.46)$$

Aplicando a transformada de Laplace à Equação 2.43, temos:

$$J s \Delta_s(s) + \Delta_s(s) = \Delta(s)_s \quad (2.47)$$

onde s é o operador de Laplace. Sendo a função de transferência do estágio térmico do sensor dada por:

$$F(s) = \frac{\Delta_s(s)}{\Delta(s)} \quad (2.48)$$

A partir das Equações 2.47 e 2.48 temos que:

$$F(s) = \frac{1}{1 + J s} \quad (2.49)$$

Considerando o ganho H introduzido, no estágio de amplificação e conversão do sinal emitido pelo sensor, temos que a função de transferência, acoplando os estágios térmico e elétrico, pode ser melhor descrita como sendo:

$$G(s) = H F(s) = \frac{H}{1 + J s} \quad (2.50)$$

A Equação 2.50 mostra que a função de transferência de um sensor de temperatura ideal é de primeira ordem de inércia. Entretanto, a função de transferência de um sistema de medição real pode ter ordem de inércia muitas vezes superior ao sistema ideal. Isto se deve a fatores que induzem a uma não idealidade, tanto no estágio térmico quanto no elétrico, como complexidade das trocas térmicas envolvidas, interferências externas do ambiente, componentes elétricos não ideais, influência de estágios posteriores de amplificação, transmissão de sinal, efeitos capacitivos e indutivos do circuito de transmissão, introdução de ruído e filtragem do sinal. Uma outra característica é o aparecimento de um intervalo de tempo no qual ao se aplicar uma excitação na entrada do sensor não se observa variação no sinal de resposta. Este fenômeno é conhecido como tempo morto do sensor.

Apesar das considerações feitas no parágrafo anterior, uma das vantagens do método de identificação de sistemas é que este analisa a resposta dinâmica do sistema de medição como um todo, acoplando as etapas de detecção da grandeza, transmissão e tratamento do sinal. Desta forma, o sistema analisado é modelado por completo e

representado por uma função de transferência que é descrita em sua forma genérica pela Equação 2.51:

$$G(s) = \frac{B e^{-t_m s}}{\prod_{n=1}^n (1 + J_n s)} \quad (2.51)$$

onde B é a amplitude do sinal em regime permanente, t_m é o tempo morto da resposta do sistema, J representa os pólos da função de transferência ou constantes de tempo do sensor e n indica a ordem do sistema analisado.

A determinação dos parâmetros acima pode ser feita utilizando análise gráfica do sinal de resposta ou através de processamentos de dados mais complexos para determinação de pontos de máximo, mínimo e inflexão, retas tangentes, tempos característicos, constantes de tempo e percentuais de resposta.

A função de transferência no domínio da frequência (s), ao passar pelo processo de anti-transformada de Laplace, pode ser expressa no domínio do tempo (t). Desta forma F. T representa a influência do sistema de medição no sinal de temperatura versus tempo observado na face oposta da amostra. Um sistema de tratamento digital de dados (similar a um filtro) pode ser implementado com o objetivo de recuperar o sinal original, sendo equivalente ao inverso da F.T. no domínio do tempo ($1/g(t)$) ou à (-) F.T. no domínio da frequência (- G(s)).

Um experimento típico utilizado para se determinar as características dinâmicas de sistema de medição de temperatura consiste em aplicar um sinal de teste sobre a forma de um degrau de temperatura e realizar a análise da resposta em regime transiente. O processo de aplicação desta entrada em degrau é a parte mais crítica para viabilização dos métodos de identificação de sistemas. Degraus de entrada próximos a degraus ideais são difíceis de ser obtidos e requerem equipamentos adequados e grandes esforços por parte do executante, pois podem levar à inviabilização prática do

experimento em alguns casos.

Após a aplicação da entrada em degrau e leitura do sinal de resposta do sistema de medição de temperatura, pode-se iniciar a segunda fase para se identificar a função de transferência do sistema em questão. Esta fase consiste na análise do sinal de resposta sendo que inúmeras técnicas são propostas na literatura (Ogata, 1998). Todas as técnicas tem por objetivo descrever a resposta do sistema no domínio da frequência adequando-a a uma função de transferência $G(s)$ da forma como mostrada na Equação 2.51.

Sponer e Radtke apresentaram métodos de identificação de sistemas para a determinação de suas características dinâmicas de resposta. Os métodos utilizam como base o instante de tempo ($t_{63\%}$) para o qual a variação de amplitude do sinal atinge 63% de sua variação máxima ($B_{63\%}$) e o valor percentual de variação de amplitude do sinal ($B_{x\%}$) relativo a metade do valor de instante de tempo anterior ($t_{31,5\%}$), mostrado esquematicamente na Figura 2.7.

As formas de determinação das funções de transferência no domínio da frequência pelos métodos de Sponer e de Radtke são dadas, respectivamente pelas, Equações, 2.52, 2.53 e 2.54.

Método de Sponer:

$$G(s) = \frac{B e^{(-s t_m)}}{(1 + J s)^n} \quad (2.52)$$

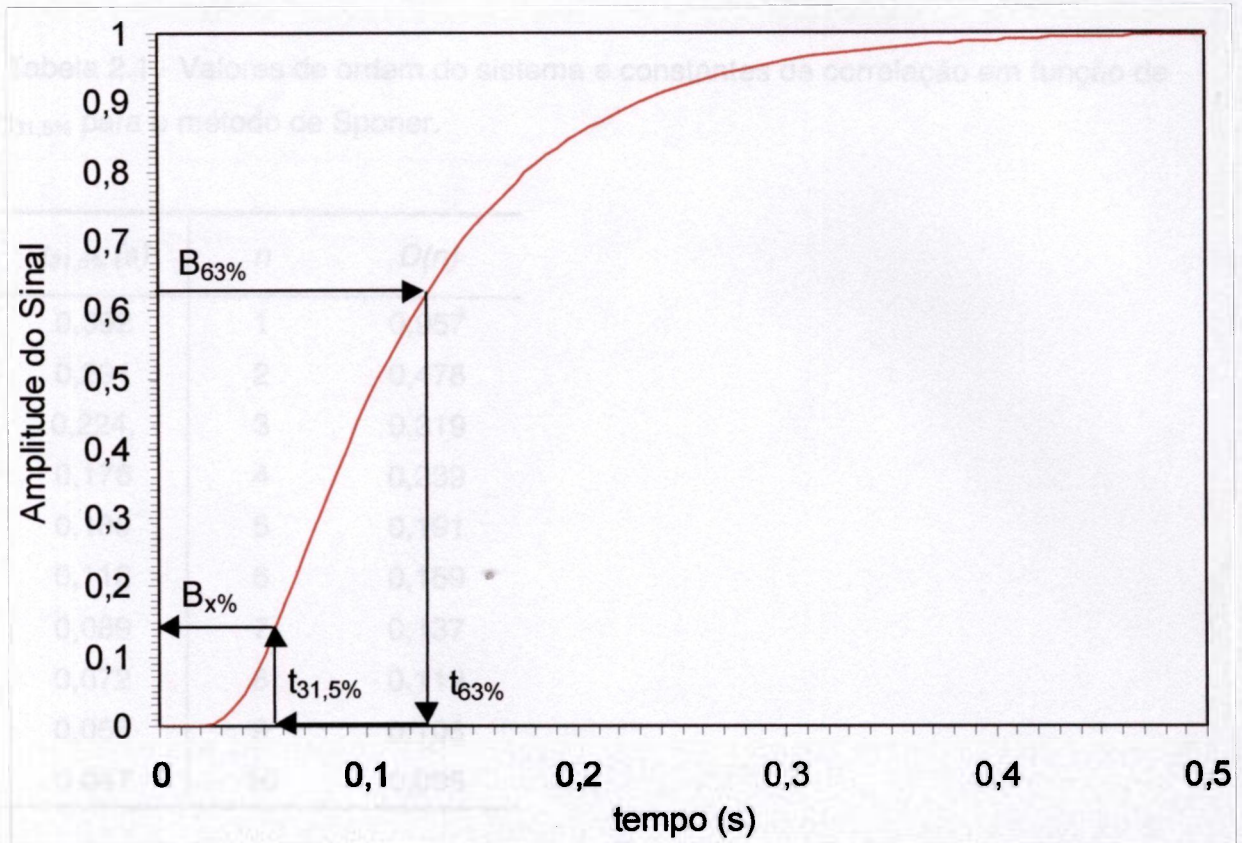


Figura 2.7 - Esquema para a determinação dos pontos notáveis utilizados pelos métodos de identificação de sistemas de Sponer e de Radtke.

onde J é dado por:

$$J = D(n) t_{63\%} \quad (2.53)$$

sendo n a ordem do sistema e $D(n)$ as constantes de correlação em função de n dadas pela Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Valores de ordem do sistema e constantes de correlação em função de $t_{31,5\%}$ para o método de Sponer.

$t_{31,5\%}$ (s)	n	$D(n)$
0,392	1	0,957
0,291	2	0,478
0,224,	3	0,319
0,176	4	0,239
0,139	5	0,191
0,112	6	0,159
0,089	7	0,137
0,072	8	0,119
0,058	9	0,106
0,047	10	0,095

Método de Radtke:

$$G(s) = \frac{B e^{(-s t_m)}}{\prod_{i=0}^n \left(1 + \frac{J}{i} s\right)} \quad (2.54)$$

onde n e $D(n)$ são mostrados pela Tabela 2.2.

O Capítulo 5 mostra os resultados da aplicação destas duas técnicas de identificação de sistemas ao pirômetro ótico da Bancada de Medição do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN apresentada no Capítulo 4.

Tabela 2.2 - Valores de ordem do sistema e constantes de correlação em função de $t_{31,5\%}$ para o método de Radtke.

$t_{31,5\%}$ (s)	n	$D(n)$
0,392	1	0,957
0,299	2	0,638
0,242	3	0,522
0,202	4	0,459
0,173	5	0,419
0,149	6	0,391
0,129	7	0,368
0,116	8	0,352
0,103	9	0,338
0,093	10	0,326

O Capítulo 3 apresenta uma modelagem físico-matemática focada da teoria de determinação de propriedades termofísicas e uma adequação deste modelo à teoria do Método Flash Laser, considerando os problemas abordados neste Capítulo para este método (itens 2.5.1, 2.5.2, 2.5.3 e 2.5.4). A implantação desta forma de análise de dados experimentais, além de contribuir significativamente para o desenvolvimento e uma reavaliação do Método Flash Laser, possibilita a diminuição dos investimentos em melhorias necessárias ao atual modelo físico utilizado, mostrado no Capítulo 4.

CAPÍTULO 3

MODELAGEM FÍSICO-MATEMÁTICA

De acordo com o que foi apresentado no Capítulo 2, em geral, a determinação das propriedades termofísicas de materiais se baseia na realização de um experimento no qual uma amostra, com uma dada geometria, é submetida a um processo de aquecimento. As distribuições de temperatura em função do tempo são medidas em pontos notáveis. A análise destes transientes térmicos, a partir da solução da Equação da Difusão Térmica, ao aplicar as condições inicial e de contorno ideais do Método Flash Laser, possibilita a determinação da difusividade térmica. Valores adicionais de calor específico e condutividade térmica são obtidos quando se conhece a magnitude do fluxo de calor envolvido.

Sendo a imposição das condições inicial e de contorno e a medição do perfil de temperatura ao longo do tempo fatores fundamentais para a investigação das propriedades termofísicas, qualquer incompatibilidade ou erro em relação a esses parâmetros pode tornar ineficaz ou incorreta a aplicação do método escolhido para determinação das propriedades do material. Por este motivo, os métodos para determinação das propriedades termofísicas são relativamente novos, pois somente com os recentes avanços no campo da modelagem matemática e de desenvolvimentos de instrumentação com boa exatidão e de pequeno tempo de resposta, foi possível resolver adequadamente a Equação da Difusão Térmica e realizar medições corretas em curtos intervalos de tempo.

Como apresentado no item 2.5 do Capítulo 2 desta dissertação, os inconvenientes experimentais encontrados nas aplicações do método Flash Laser estão associados à dificuldade em se obter as condições iniciais e de contorno utilizadas na solução analítica proposta por Parker et al. (1961). Fontes de incerteza estão relacionadas à determinação dos valores de absorvidade e emissividade da amostra e incertezas

inerentes ao sistema de medição. Estes inconvenientes causam efeitos indesejáveis (efeito de tempo de pulso finito, efeito de forma de pulso, efeito de trocas térmicas e os efeitos / influências do sistema de medição de temperatura) que são retratados nos resultados experimentais, mascarando os valores finais das propriedades térmicas da amostra.

A utilização de um modelo físico-matemático que incorpora, em sua análise, todas essas fontes de erro torna possível a minimização da incerteza do resultado de medição das propriedades termofísicas.

O objetivo deste Capítulo é apresentar uma modelagem físico-matemática do problema da difusão térmica, que visa minimizar os problemas freqüentemente encontrados nos métodos de determinação de propriedades termofísicas. Esta modelagem consiste em duas etapas:

1. Obtenção das soluções numéricas da Equação de Difusão Térmica, através do Método dos Volumes Finitos. Simulações numéricas são realizadas para faixas de valores de variáveis do modelo que retratam condições próximas das encontradas experimentalmente. Isso diminui o grau de simplificação do modelo físico-matemático, conferindo maior significado físico aos resultados e diminuição das incertezas (Grossi et al., 2002).
2. Aplicação do algoritmo de programação não linear, baseado no método das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984) para minimizar o desvio entre os resultados experimentais e a solução numérica. Uma solução inversa do problema é obtida para determinados parâmetros de entrada, gerando como saída principal os valores das propriedades termofísicas Difusividade Térmica (α), Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e Condutividade Térmica (k) do material analisado.

Nos itens a seguir serão apresentados os detalhamentos dessas duas etapas.

3.1 Solução Numérica da Equação de Difusão Térmica

De forma generalizada, os experimentos para medição de propriedades térmicas através de técnicas de análise do regime transiente de temperatura estão baseados na Equação que rege o fenômeno de difusão térmica:

$$\nabla k \nabla T + g'' = c_p \rho \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3.1)$$

sendo g'' a geração ou consumo interno de energia [W/m^3].

A metodologia para determinação das propriedades termofísicas consiste em comparar e relacionar os dados experimentais obtidos em ensaios sob condições controladas, com soluções da equação de difusão térmica, admitindo algumas simplificações ou não.

A adoção de hipóteses simplificadoras permite a obtenção de uma solução simples para a equação de difusão, tornando simples e rápida a determinação da propriedade termofísica. Entretanto, o foco de análise deste Capítulo está voltado para as situações onde não se pode admitir hipóteses simplificadoras ou então quando a adoção destas hipóteses induz a erros grosseiros. Nestes casos só é possível obter a solução da equação de difusão através de técnicas numéricas.

Dentre os métodos mais divulgados para obtenção de soluções numéricas está o método de Diferenças Finitas com formulação em Volumes de Controle (Método dos Volumes Finitos, Patankar, 1980 e Maliska, 1995). A essência desse método está na abordagem da equação de difusão térmica, que assume a forma discretizada mostrada pela Equação 3.2:

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + a_N T_N + a_S T_S + b \quad (3.2)$$

O sistema de coordenadas a ser adotado pode ser escolhido de forma que melhor se adapte à geometria sobre a qual se deseja obter a solução numérica. Considerando, por exemplo, um sistema de coordenadas axissimétricas, os termos da Equação 3.2 são definidos como:

$$a_E = \frac{k_E \Delta r}{(\delta x)_E} \quad (3.3)$$

$$a_W = \frac{k_W \Delta r}{(\delta x)_W} \quad (3.4)$$

$$a_N = \frac{k_N \Delta x}{(\delta r)_N} \quad (3.5)$$

$$a_S = \frac{k_S \Delta x}{(\delta r)_S} \quad (3.6)$$

$$a_P = a_E + a_W + a_N + a_S + a_P^0 \quad (3.7)$$

$$b = a_P^0 T_P^0 \quad (3.8)$$

$$a_P^0 = \frac{\rho c_p \Delta x \Delta r}{\Delta t} \quad (3.9)$$

onde k é a condutividade térmica do material, os sub-índices E, W, N e S correspondem as características dos pontos nodais localizados, respectivamente, à esquerda, direita, acima e abaixo do ponto analisado, Δx é o tamanho do volume de controle na direção x , Δr é o comprimento radial do volume de controle, Δt é o incremento no tempo e δ é a distancia entre os nós de volumes de controle consecutivos.

Associado à programação desta discretização, o método de diferenças finitas permite a obtenção de simulações numéricas com condições iniciais e de contorno quaisquer, considerando ainda as características físicas particulares ao sistema, que podem ser definidas da maneira que se desejar em sub-rotinas específicas durante a fase de desenvolvimento do programa gerador das simulações numéricas. Refinamentos das malhas espaciais e temporais podem ser aplicados às regiões de maior interesse ou com geometrias intrincadas. Dessa forma, as condições sobre as quais são realizados os ensaios experimentais podem ser consideradas nas simulações numéricas para obtenção da solução da equação de difusão de calor (3.1).

3.1.1 Aplicação do Método de Diferenças Finitas à Solução Numérica da Equação de Difusão do Método Flash Laser

A utilização de um modelo matemático que incorpora, em sua análise, um menor grau de simplificação do modelo físico para o Método Flash Laser, possibilita a minimização das incertezas do resultado de medição das propriedades termofísicas, tornando tais valores mais significativos do ponto de vista físico.

O modelo matemático proposto considera a solução numérica da Equação 3.1 de difusão de calor aplicada ao método flash laser considerando as condições experimentais sobre as quais são realizadas as medições das propriedades termofísicas. A figura 3.1 mostra esquematicamente o domínio matemático de análise do problema.

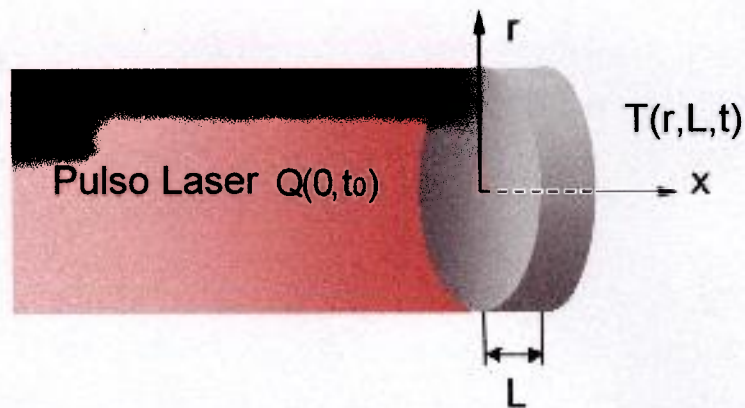


Figura 3.1 - Esquema do domínio matemático de análise aplicado ao Método Flash Laser.

Adotando o sistema de coordenadas axissimétricas, a equação diferencial parcial de segunda ordem bidimensional, que rege a difusão térmica e em regime transiente, considerando as condições experimentais do Método Flash Laser, é dada por:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3.10)$$

onde r é a distância radial da amostra e x é a distância axial da amostra tomada a partir da face frontal.

A condição inicial é:

$$T(r, x, 0) = T_0 \quad (3.11)$$

onde T_0 é a temperatura inicial da amostra.

Sendo τ o tempo de aplicação do pulso de laser na face em $x = 0$, as condições de contorno, no intervalo de tempo $0 < t < \tau$, são dadas por:

$$T(r, x, \tau)_{x \leq \delta} = \frac{Q_0}{\rho c_p \delta} \quad (3.12)$$

e

$$T(r, x, \tau)_{x > \delta} = T_0 \quad (3.13)$$

onde

$$Q_0 = \frac{P_{\text{laser}} \alpha_{\text{abs}} \tau}{\pi r_{\text{max}}^2} \quad (3.14)$$

onde δ é a pequena espessura da amostra [m] na qual é absorvida a energia emitida pelo laser, P_{laser} é a potência da emissão laser pelo laser [W], α_{abs} é a absorptividade da face frontal da amostra e r_{max} é o raio máximo da amostra [m].

Para o tempo acima de τ , as superfícies trocam calor com o ambiente. Assim a condição de contorno torna-se:

$$-k \nabla T_{\text{sup}} = Q_{\text{sup}} \quad (3.15)$$

onde T_{sup} é a temperatura da superfície da amostra e Q_{sup} é o fluxo de calor perdido pelas superfícies da amostra por convecção natural e por radiação.

A Equação 3.10 é discretizada segundo a Equação 3.2, utilizando os termos definidos pelas equações de 3.3 a 3.9. Os resultados das soluções numéricas obtidas são tratados como mostrado no item 3.2 desse Capítulo, permitindo substituir, de uma só vez, todas as outras técnicas utilizadas para correção dos resultados experimentais.

A utilização desse modelo físico-matemático, além de contribuir significativamente para o desenvolvimento e uma reavaliação do método Flash Laser, possibilita a diminuição dos investimentos necessários à implantação de uma bancada experimental de medição como a mostrada no Capítulo 4.

O próximo item deste Capítulo irá apresentar um tratamento introdutório na teoria relativa aos problemas inversos de difusão de calor e uma aplicação dessa técnica ao Método Flash Laser.

3.2 Análise do Problema Inverso de Difusão de Calor

Problemas inversos são encontrados em vários ramos da ciência e da engenharia. Engenheiros mecânicos, aeroespaciais e químicos, matemáticos, astrofísicos, geógrafos, estatísticos e especialistas em muitas outras disciplinas são todos interessados em problemas inversos, cada um com diferentes tipos de aplicação. No campo de transferência de calor, o uso da análise inversa para estimar as condições superficiais, tais como, temperatura e fluxo de calor ou determinar as propriedades térmicas como difusividade, condutividade e calor específico de sólidos utilizando as medições de transientes de temperatura tomados em um meio, tem demonstrado inúmeras aplicações práticas.

Entretanto, dificuldades associadas com a implementação computacional de análises inversas são freqüentemente encontradas. A principal dificuldade decorre do fato de que as soluções inversas são muito sensíveis às alterações nos dados de entrada resultantes de erros de medição ou de modelagem, e, conseqüentemente, esta solução não pode ser única. Matematicamente, os problemas inversos pertencem a uma classe de problemas chamada de problemas mal postos (*"ill-posed problems"*). Esses tipos de problema não satisfazem os requisitos gerais de *existência*, *singularidade* e *estabilidade*, quando se têm pequenas alterações nos dados de entrada. Para superar tais dificuldades, uma variedade de técnicas de análise do problema inverso de difusão de calor vem sendo propostas (Özişik, 1993).

Os problemas diretos clássicos, relacionados à difusão de calor, consistem em determinar a distribuição de temperatura no interior de um corpo quando as condições iniciais e de contorno, a taxa de geração de energia e as propriedades termofísicas do meio são especificadas. Os problemas inversos de condução de calor (IHCPs) realizam exatamente o caminho contrário, determinando as condições iniciais, de contorno, taxas de geração de energia ou propriedades termofísicas a partir de medições de históricos de temperatura em um ou mais pontos do sólido.

A aplicação da técnica de análise do problema inverso de interesse desta dissertação está focada em experimentos de determinação de propriedades termofísicas de materiais. Neste caso, a solução do problema inverso fornece valores ótimos, estimados para tais propriedades, a partir da medição ou avaliação razoável das condições iniciais e de contorno e também dos transientes de temperatura no interior do material.

Como citado por Beck (1970), as soluções dos problemas inversos lineares em difusão de calor podem ser obtidas usando método exato (Burggraf, 1964), método integral (Stolz, 1960; Sparrow, Haji-Sheikh e Lundgren, 1964; Beck, 1965; Beck, 1968) ou o método de diferenças finitas (Frank, 1963; Beck e Wolf, 1965; Davies, 1966; Patankar, 1980). A determinação da solução inversa ótima pode ser obtida através de uma série de algoritmos de programação linear e não linear, como apresentado por Luenberger (1984).

O próximo item deste Capítulo apresenta um algoritmo de otimização, baseada no método de coordenadas descendentes, aplicado ao Método Flash Laser

3.2.1 Técnica de Otimização Aplicada ao Método Flash Laser

A solução do problema inverso de difusão térmica, apresentado a seguir, é aplicada à medições de propriedades termofísicas pelo método flash laser. O algoritmo de

otimização utilizado se baseia no método das coordenadas descendentes para minimização de uma função com várias variáveis e com restrições.

A função objetivo, que se deseja minimizar, é o desvio entre os transientes de temperatura na face oposta da amostra, obtidos a partir dos resultados experimentais e os obtidos a partir das simulações numéricas, considerando faixas de valores para as condições iniciais, de contorno e experimentais que mais se adaptem modelo físico utilizado pelo Método Flash Laser. Desta forma, a formulação do problema é concretizada da seguinte forma:

$$\text{Min } f(x) \quad \text{sendo } x = [k, \rho, c_p, \tau, \phi, \Psi, \Pi, \varepsilon, \alpha_{\text{abs}}]^T \quad (3.16)$$

onde x é o vetor que contem as variáveis de busca do problema, ϕ é a forma do pulso laser, Ψ é o coeficiente característico de trocas térmicas, relativo à composição de h_g e do efeito de saturação do sistema de medição de, Π é o coeficiente amplitude do transiente da solução numérica, relativo à composição de P_{laser} e das perdas de amplitude introduzidas pelo sistema de medição de temperatura, ε é a emissividade da superfície da amostra e α_{abs} é a absorvidade da face frontal da amostra.

A função objetivo, $f(x)$, é uma função discreta no tempo, definida como:

$$f(x) = \sum_{t=0}^{t=t_m} [T_E(t) - T_{\text{SN}}(t)]^2 \quad (3.17)$$

onde t é que se comporta como uma variável discreta (sendo incremento temporal definido pela frequência de amostragem do sistema de medição, ver Capítulo 4), T_E são os valores de temperatura experimentais na face oposta e T_{SN} são os valores de temperatura na face oposta obtidos pelas soluções numéricas.

A minimização de $f(x)$ está sujeita a restrições que são impostas para conferir uma interpretação física confiável aos resultados. Sendo assim, uma estimativa inicial da faixa mais provável para os valores das variáveis do problema possibilita uma convergência mais rápida e garante uma interpretação física para os resultados. O número de faixas e o tamanho de cada uma irá depender da quantidade de informações que se tem a respeito do material, da influência das alterações de cada variável e da velocidade que se deseja para a convergência. Dessa forma, pode-se restringir as variáveis, considerando os seus valores mais comumente encontrados. A faixa de variação das variáveis, aplicada aos interesses desta dissertação, é mostrada a seguir:

Condutividade térmica (k): o espectro para esta propriedade está entre 10^3 e 10^{-6} [W/(m.K)], abrangendo desde materiais altamente condutores, até os altamente isolantes.

Densidade (ρ): os valores de densidade dos materiais se encontram na faixa entre 10^4 e 10^0 [kg/m³] que é relativamente pequena, sendo que para a maioria dos casos é da ordem de 10^3 .

Calor específico (c_p): em geral assume valores da ordem de 10^3 e 10^{-1} [J/(kg.K)], representando a capacidade de retenção de energia na estrutura do material.

©

Estas três primeiras variáveis influenciam diretamente no valor da difusividade térmica do material, portanto merecem uma atenção especial, pois estimativas incorretas podem comprometer a interpretação física do processo de solução do problema inverso. Sendo assim, estas variáveis são consideradas variáveis de busca primárias do processo de otimização. As variáveis mostradas a seguir serão consideradas variáveis de busca secundárias ou de influência indireta. Para as demais variáveis secundárias também devem ser estabelecidas faixas de domínio para os seus valores, em que:

Tempo de duração do pulso laser (τ): possui um valor relativamente bastante estável em torno de 0,1 s. Estima-se que sua incerteza esteja na faixa de 5%.

Forma do pulso laser (ϕ): esta variável pode representar diferentes tipos de perfis de irradiação da superfície da amostra. De acordo com o item 2.5.1 do Capítulo 2, os perfis mais representativos são os triangulares, os parabólicos e os trapezoidais.

Coeficiente característico de trocas térmicas (Ψ): variável que modifica o transiente de temperatura de maneira similar a trocas térmicas. É efetivamente a composição coeficiente global de transferência de calor (h_g), cujo o seu valor inicial poder ser calculado para os três modos de transferência de calor, e as alterações causadas pelo sistema de medição, como por exemplo a saturação do sensor, que podem causar na saída um efeito similar ao de perdas de calor muito elevadas. Por este tipo de efeito nos resultados ocorrer de forma isolada, ele é de fácil detecção, sendo que estimativas iniciais inexatas não comprometem a solução final do problema inverso.

Coeficiente de amplitude do transiente da solução numérica (Π): variável que afeta a magnitude do transiente de temperatura. É determinada pela composição de P_{laser} , cujo valor pode ser variado e medições instantâneas são realizadas por uma célula Peltier (ver Figura 4.3), e as variações de amplitude introduzidas pelos efeitos do sistema de medição de temperatura.

©

Emissividade e Absortividade superficial da amostra (ϵ e α_{abs}): possuem valores adimensionais que podem variar entre 0 e 1. Para faixas estreitas de variação de comprimento de onda, os valores de emissividade e absortividade podem ser considerados iguais, representando, respectivamente, a eficiência na qual a radiação infravermelha é emitida para o sensor de temperatura e a eficiência de absorção da energia emitida pelo laser. A solução numérica condensa estas duas variáveis em uma só que influencia diretamente na amplitude do transiente na face oposta.

De uma maneira generalizada, a influência do sistema de medição, mostrada no item 2.5.4 do Capítulo 2, é minimizada ao ser incorporada pelas variáveis ϕ , Ψ e Π , que realizam um tratamento similar à aplicação de um filtro inverso no transiente de temperatura.

O método das coordenadas descendentes tem como principal objetivo encontrar um valor ótimo, para cada das variáveis de busca, que minimiza a função objetivo. A procura é realizada individualmente para cada uma das variáveis, podendo realizar a otimização de uma forma cíclica até que se atinja um valor mínimo exigido para a função objetivo.

Grossi et al. (2002) realizou um trabalho similar, entretanto mais simplificado. Utilizando como parâmetros as mesmas variáveis mostradas na Equação 3.15, obteve, sem utilizar uma técnica de otimização, uma curva bem mais próxima da obtida experimentalmente. Realizou também uma comparação dos erros percentuais, nos pontos de amostragem, entre as curvas experimental e simulada, (de maneira similar ao que faz a função objetivo, Equação 3.16). Entretanto não correlacionou estes resultados com valores das propriedades térmicas do material.

A validação da técnica mostrada neste Capítulo, será baseada nos dados empíricos fornecidos pela bancada de medição pelo Método Flash Laser.

O Capítulo seguinte apresenta e caracteriza a Bancada Experimental do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas pelo Método Flash Laser do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – LMPT/CDTN. É com base nos dados fornecidos por esta bancada que será realizada a validação do modelo físico-matemático e a aplicabilidade experimental dessa técnica ao Método Flash Laser.

CAPÍTULO 4

CARACTERIZAÇÃO DA BANCADA E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

O escopo deste capítulo é apresentar a Bancada Experimental do Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – LMPT/CDTN, bem como uma abordagem da metodologia de preparo da amostra e análise de dados aplicada para a realização do ensaio.

A bancada pode ser dividida em três módulos principais:

- ⇒ Laser CO₂, responsável pela emissão do pulso de energia sobre a superfície da amostra;
- ⇒ Forno de aquecimento e porta amostras, que possibilita criação de condições para a medição das propriedades termofísicas em diferentes faixas de temperatura e garante o alinhamento entre a amostra o Laser e o sistema de medição de temperatura;
- ⇒ Sistema de medição de temperatura, responsável pela aquisição da variação de temperatura na face oposta da amostra, condicionamento do sinal, armazenamento e tratamento final dos dados.

Grossi, Ferreira e Andrade (2001) Grossi et al. (2001) e Ferreira et al. (2002) apresentaram esta bancada de medição, a teoria do Método Flash Laser e alguns resultados de difusividade térmica obtidos experimentalmente.

A Figura 4.1 apresenta esquematicamente os principais módulos da bancada.

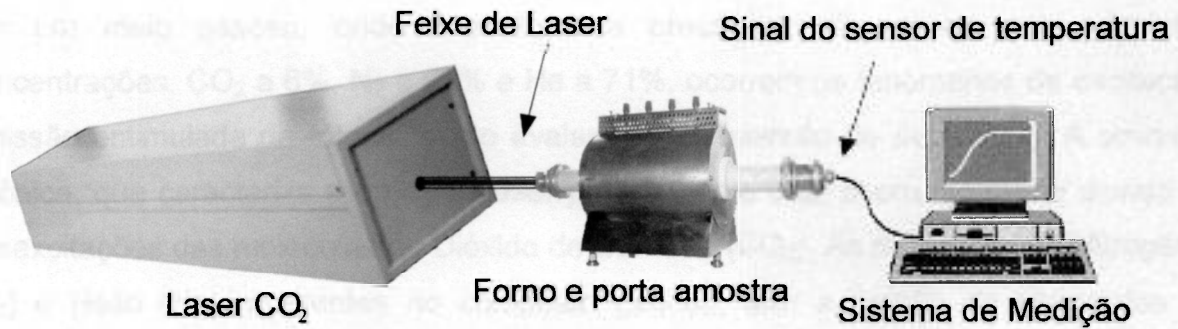


Figura 4.1 - Esquema da Bancada de Medição de Propriedades Termofísicas de Materiais através do Método Flash de Laser do LMPT-CDTN.

A caracterização detalhada desta bancada e os princípios de funcionamento de seus módulos serão apresentados a seguir.

4.1 Laser de Dióxido de Carbono (CO₂)

Módulo responsável por impingir à face frontal da amostra um fluxo de calor radiante, o Laser CO₂ é considerado uma das principais partes desse sistema de medição. A correta determinação de suas principais características torna-se essencial para que se possa assegurar a veracidade do resultado de medição e com baixos níveis de incerteza.

A escolha de um sistema Laser para geração do fluxo de calor que é aplicado à amostra, se deve aos elevados níveis de potência atingidos e à qualidade e características do feixe emitido (comprimento de onda fixo, luz colimada e em fase). O Laser a CO₂, adotado nesta bancada, possui algumas vantagens como capacidade de emissão contínua, alta eficiência e fácil fabricação. Neste tipo de Laser, a emissão se dá através de um fenômeno físico de emissão estimuladas de fótons de moléculas de dióxido de carbono quando estas passam de um estado excitado, que é instável, para um estado desexcitado.

Em um meio gasoso, onde encontram-se presentes três gases nas seguintes concentrações, CO_2 a 6%, N_2 a 23% e He a 71%, ocorrem os fenômenos de excitação, emissão estimulada de fótons (efeito avalanche) e inversão de população. A emissão fotônica, que caracteriza a emissão laser propriamente dita, ocorre somente devido às desexcitações das moléculas de Dióxido de Carbono (CO_2). As moléculas de Nitrogênio (N_2) e Hélio (He), presentes no composto gasoso, tem a função de elementos de dopagem e conferem características especiais ao processo de emissão laser.

O composto gasoso, descrito acima, flui no interior de um tubo de vidro, servindo desta forma, como meio de ganho onde irão ocorrer as emissões estimuladas de fótons. O método de excitação, utilizado nessa bancada, é uma descarga elétrica que é mantida entre flanges metálicas nas extremidades do tubo. Utilizando um espelho de reflexão total, em uma das extremidades, e outro de reflexão parcial, em outra extremidade, (que realiza a saída óptica com, por exemplo, 60% de refletividade e 40% de transmissividade), a cavidade de ressonância óptica completa o dispositivo laser.

A Figura 4.2 mostra esquematicamente o sistema descrito acima.

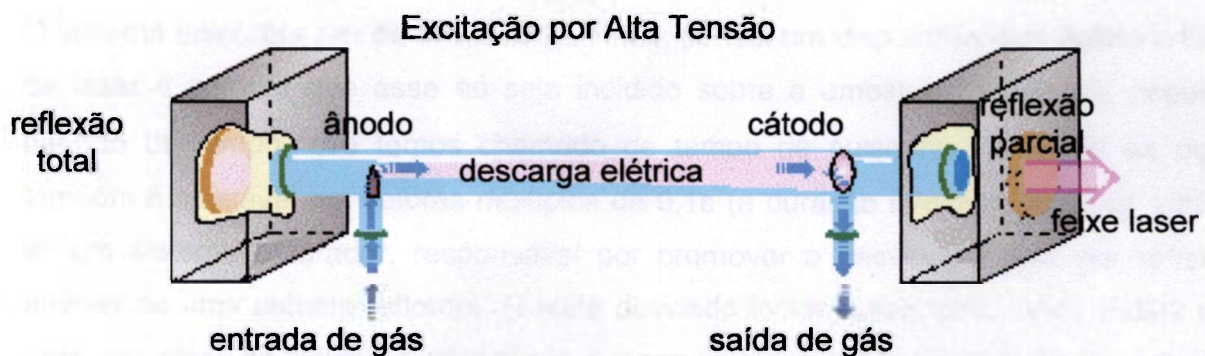


Figura 4.2 - Diagrama esquemático de um sistema laser de estado gasoso excitado por alta tensão.

As moléculas de N_2 , quando excitadas, se chocam com as moléculas de CO_2 , promovendo assim um processo de excitação mais eficaz e rápida destas, em relação às situações onde se encontram presentes apenas moléculas de CO_2 . O nível de

interação entre as moléculas é tão alto que pode ocorrer uma inversão de população, fenômeno que ocorre quando o número de moléculas de CO₂ excitadas é maior que o número destas moléculas no estado fundamental.

Analisando agora a presença das moléculas de Hélio (He), estas são responsáveis por promover uma rápida desexcitação ou “resfriamento” das moléculas de CO₂ quando estas se encontram em níveis energéticos maiores (excitadas). Esses dois efeitos combinados promovem uma elevação na taxa de excitação e desexcitação (transição) das moléculas de dióxido de carbono. Desta forma, passam a ocorrer um maior número de emissões em um mesmo intervalo de tempo, o que resulta em um grande aumento na potência emitida pelo Laser, que passa de mW para alguns W.

A emissão de radiação laser a CO₂ se dá na região infravermelho distante em um comprimento de onda característico de 10,6 μm. O laser possui um sistema regulável de potência até 25 W, com emissão contínua e um diâmetro de feixe de 8 mm. A temperatura no interior da cavidade ressonadora é controlada por um sistema de refrigeração que utiliza circulação forçada de água.

O sistema laser, por ser de emissão contínua, possui um dispositivo que desvia o feixe de laser e permite que esse só seja incidido sobre a amostra durante um pequeno período de tempo, que temos chamado de tempo de pulso (τ). O tempo de pulso também é ajustável em valores múltiplos de 0,1s (a duração mínima do pulso). Utiliza-se um sistema obturador, responsável por promover o desvio do feixe por reflexão através de uma palheta refletora. O feixe desviado incide sobre uma célula Peltier que gera um sinal de tensão proporcional à energia absorvida, correlacionando assim o sinal de tensão à potência emitida pelo laser.

Durante o disparo ou aplicação do pulso laser na amostra, o obturador permite a passagem do feixe que é incidido diretamente sobre o material (ao girar em 90° a palheta refletora). A Figura 4.3 mostra uma foto com os detalhes desse sistema.

A forma do pulso de energia que atinge a amostra é definida pelo movimento realizado pela palheta do obturador. A influência da forma de pulso e o seu tempo de duração foi apresentada no item 2.3.1 do capítulo 2 (Parker et al., 1961; Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1964; Heckman, 1972; Takahashi e Murabayashi, 1975 e Grossi et al., 2002).

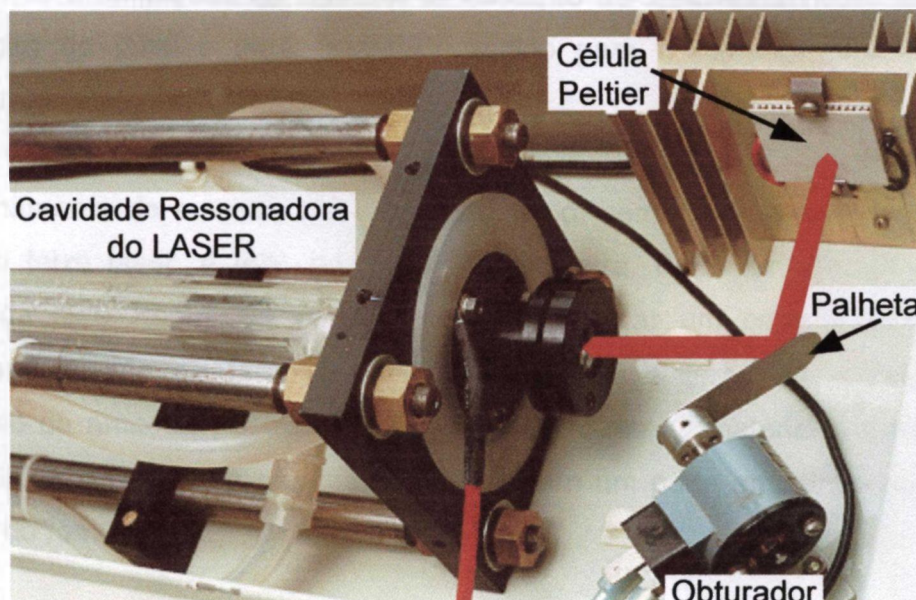


Figura 4.3 - Detalhes do sistema de desvio do laser e medição de potência.

4.2 Forno de Aquecimento e Porta Amostras

O segundo módulo desta bancada é composto por um forno para o aquecimento controlado da amostra, contendo um sistema de posicionamento da amostra.

O forno com capacidade de aquecimento de até 1700°C permite a realização do ensaio em diversos valores de temperatura. O controle da temperatura é realizado por um controlador tipo PID que alimenta a resistência do forno que é uma liga de Platina com 30% de Ródio.

O sistema de aquecimento da amostra permite a adaptação de uma bomba difusora para obtenção de vácuo em seu interior. Assim, as perdas térmicas por convecção natural podem ser praticamente eliminadas. A conexão deste sistema de vácuo com o forno é feita por meio de flanges tipo KF, vedados por o-rings e pasta para alto vácuo. Atualmente, não são realizados ensaios a temperaturas superiores à ambiente ou sob vácuo, devido a limitações do sistema de medição de temperatura e indisponibilidade de obtenção de janelas para o acesso óptico para o laser e para o sensor de temperatura.

O posicionamento da amostra no interior do forno, bem como o seu alinhamento em relação ao feixe laser, é feito por um porta amostra. Para se garantir aquecimento uniforme da face frontal da amostra, deve-se buscar um correto alinhamento da amostra em relação ao feixe de emissão laser. O sistema de posicionamento e alinhamento da amostra possui três graus de liberdade. O material é posicionado em um gabarito, que garante a sua correta fixação em um porta amostra, que é colocado no interior do forno.

A concepção do projeto desse porta amostra visa, também, a minimização das trocas de térmicas entre a amostra e o porta amostra. Os parafusos de fixação da amostra possuem uma ponta cônica bastante fina para minimizar a área de contato com a amostra e conseqüentemente minimizar as perdas de calor por condução. A Figura 4.4 mostra o porta amostra e seus detalhes construtivos. ©

A concentricidade entre a amostra e o porta amostra é obtida através do gabarito posicionador, mostrado juntamente com o porta amostra na Figura 4.5.

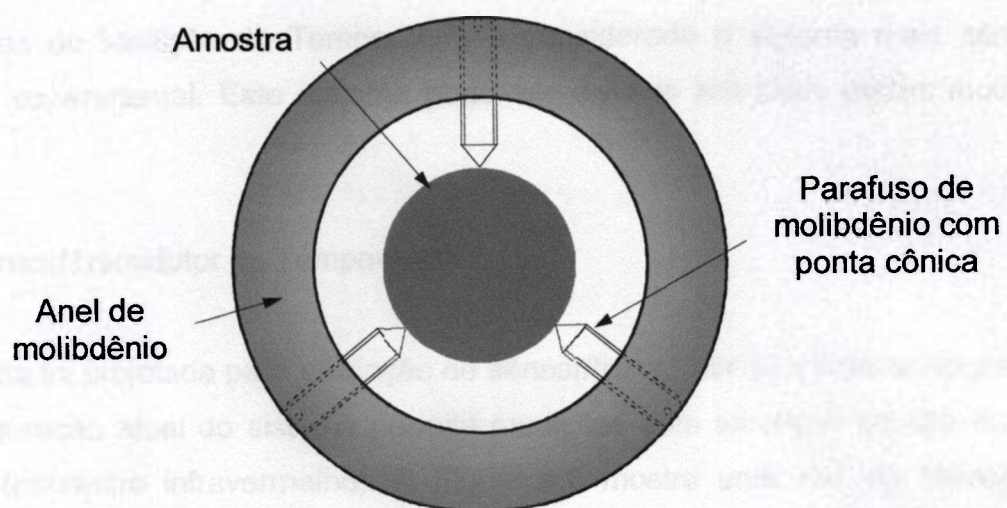


Figura 4.4 - Detalhe do porta amostra.



Figura 4.5 - Gabarito para posicionar a amostra no porta amostra.

4.3 Sistema de Medição de Temperatura

O Sistema de Medição de Temperatura é considerado o sistema mais sensível da bancada experimental. Este sistema pode ser dividido em duas partes mostradas a seguir.

4.3.1 Sensor/Transdutor de Temperatura

A bancada foi projetada para utilização de sensor/transdutor de temperatura por contato (a configuração atual do sistema permite medições com termopar do tipo K.) ou sem contato (pirômetro infravermelho). A Figura 4.6 mostra uma foto do termopar e do pirômetro infravermelho utilizados.

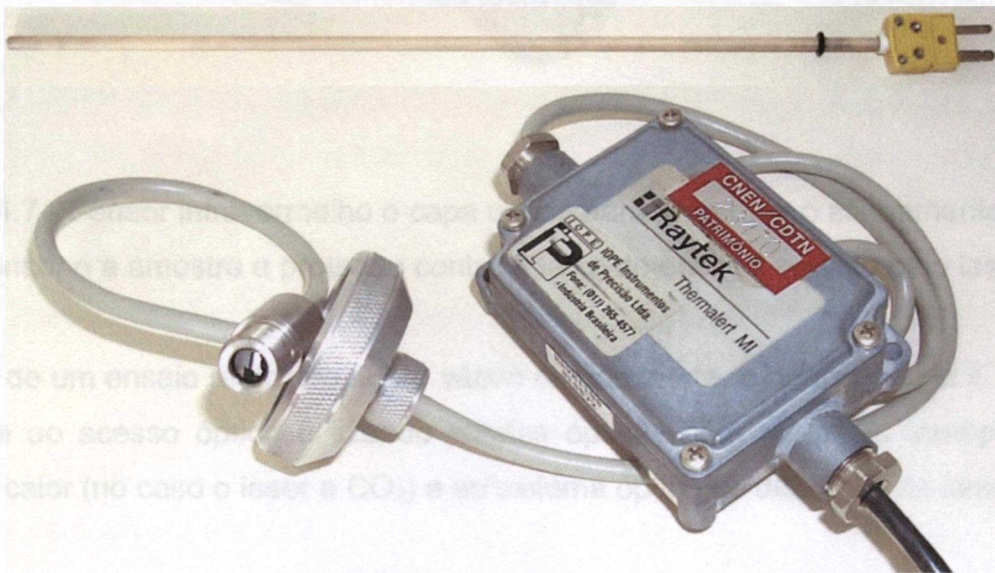


Figura 4.6 - Foto do termopar e do sensor infravermelho utilizados para registro da variação de temperatura na face oposta da amostra.

O pirômetro infravermelho, utilizado nessa bancada, possui uma resposta espectral na faixa de 7,6 a 18 μm , resolução de $\pm 0,1^\circ\text{C}$, com um tempo de resposta, a 95%, de 150 ms, podendo ler temperaturas de 0 a 500 $^\circ\text{C}$. O pirômetro deve ser posicionado

relativamente próximo a amostra pois este possui uma resolução óptica de 10:1 (ou ângulo de abertura do campo de visão igual a 5,7 graus). Uma capa, de teflon, acoplada ao sensor garante o posicionamento e o alinhamento em relação à amostra, para as medições realizadas à temperatura ambiente. Esta capa possui também o papel de proteger o sensor contra o feixe de energia emitido pelo laser que pode causar danos ou saturação do sensor. Uma foto do sensor e da capa é mostrada na Figura 4.7.



Figura 4.7 - Sensor infravermelho e capa usada para promover o alinhamento entre o sensor e a amostra e proteção contra o feixe de energia emitido pelo laser.

No caso de um ensaio realizado sobre vácuo ou gás inerte, a norma ASTM E 1461 - 92 se refere ao acesso óptico utilizando janelas ópticas com materiais transparentes à fonte de calor (no caso o laser a CO_2) e ao sistema óptico de detecção de temperatura.

Para ensaios realizados à elevadas temperaturas ou sobre vácuo, utilizando pirômetro infravermelho, torna-se necessário o posicionamento do sensor externamente ao forno, portanto, uma outra janela especial deve ser utilizada para permitir o acesso óptico do sensor à face oposta da amostra. Neste caso deve-se considerar a faixa de comprimento de trabalho do pirômetro para que se defina o material que possua uma elevada transmissividade nesta faixa para que se possa construir a janela de acesso óptico. O valor de emissividade ε que deve ser selecionado no sensor é o valor de emissividade aparente da amostra que é dado por:

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon_{sup} \times \tau_{ap} \quad (4.2)$$

sendo o índice sup é relativo à superfície da amostra e a transmissividade aparente calculada de maneira similar à equação 4.1. Ressalta-se que os valores de ε e τ devem ser sempre definidos para um determinado comprimento de onda no qual o pirômetro esteja medindo ou então um valor médio para a sua faixa de trabalho, de 7,6 a 18 μm .

4.3.2 Sistema de Condicionamento de Sinais e Armazenamento de Dados

Aquisição dos valores de temperatura na face oposta da amostra ocorre de uma forma cronológica, sendo os valores analógicos de tensão (emitida pelo sensor/transdutor) transformados em dados digitais. Outros sinais de tensão podem ser armazenados, como o tempo de sincronismo de disparo do laser e o valor da potência de emissão laser. Os sinais de tensão são tratados por uma placa de condicionamento de sinais, modelo SSH-16, e digitalizados por uma placa conversora analógico/digital, modelo CIO-DAS16/330, fabricadas pela Computer Boards. A frequência de aquisição dos dados pode ser definida de acordo com a exigência de cada experimento. Um valor suficientemente satisfatório para a frequência de amostragem do sinal é 200 Hz, definindo um intervalo de amostragem (passo) igual a 0,005 s.

Um módulo onde está instalada a placa de condicionamento de sinais (foto da Figura 4.8) facilita a conexão dos sensores ao sistema.

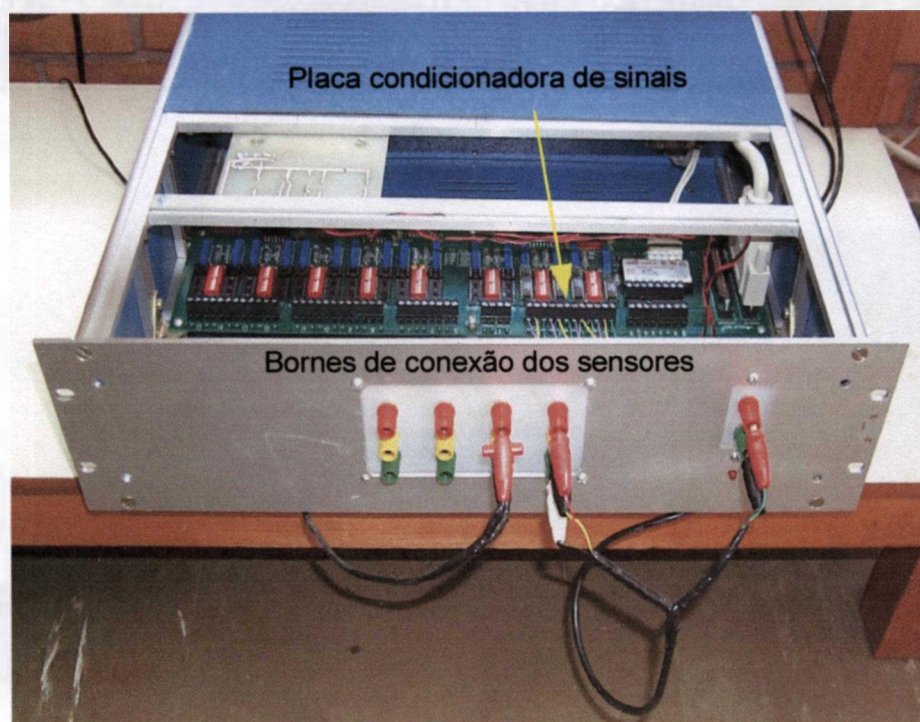


Figura 4.8 - Foto do módulo para conexão dos sensores à placa condicionadora de sinais.

A placa responsável pela conversão do sinal analógico para digital fica instalada no interior de um computador. Os dados, agora digitalizados, recebem um tratamento de eliminação de ruídos (utilizando a técnica de média móvel) por um programa editado em Labtech (software específico para aquisição de dados) e são armazenados em um arquivo .prn. Esse programa permite a visualização da variação de temperatura em tempo real. A Figura 4.9 mostra o que pode ser visualizado na tela do computador durante a realização do ensaio.

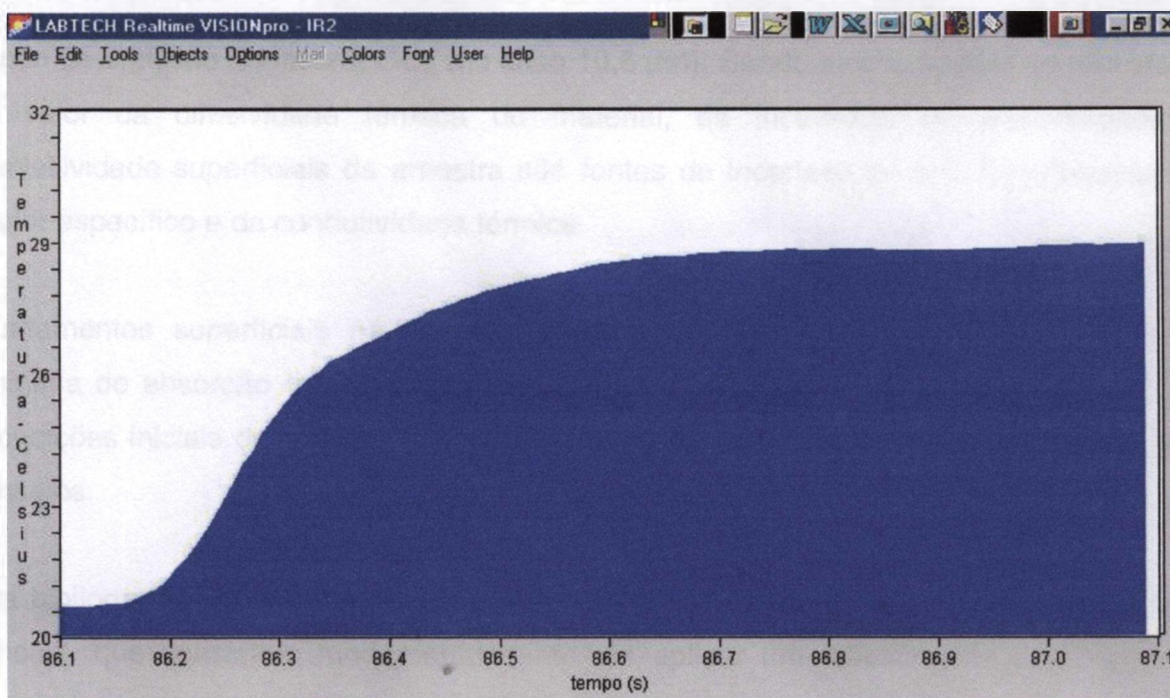


Figura 4.9 - Tela do programa desenvolvido, mostrando a variação da temperatura em função do tempo em tempo real.

4.4 Metodologia de Preparo da Amostra

As características da superfície da amostra são de extrema importância para uma correta análise dos resultados obtidos. Como o método é capaz de determinar as propriedades térmicas de materiais bastante isolantes até altamente condutores, é factível encontrar materiais que abrangem também uma grande faixa de valores possíveis de emissividade, absorvidade, transmissividade e refletividade.

A padronização destas características da amostra torna-se necessária à determinação eficaz, não só dos valores de difusividade térmica (α), mas também de calor específico (c_p) e, conseqüentemente, de condutividade térmica (k).

O valor de c_p da amostra é calculado a partir do percentual da emissão laser absorvido pela amostra, dado pela absorvidade da superfície da amostra ao comprimento de

onda da emissão do laser a CO₂ (no caso 10,6 μm). Sendo assim, apesar de não afetar o valor da difusividade térmica do material, as incertezas na absorptividade e emissividade superficiais da amostra são fontes de incerteza para a determinação do calor específico e da condutividade térmica.

Tratamentos superficiais na amostra permitem a padronização de uma espessura mínima de absorção do pulso laser. Esta é uma premissa básica para se garantir as condições iniciais do Método Flash Laser, favorecendo também a reprodutibilidade dos ensaios.

Na bibliografia, são propostos basicamente dois modos de preparo da amostra para o ensaio, que consistem fundamentalmente em aplicar um revestimento nas faces da amostra, de modo a modificar suas propriedades radiativas, sendo:

1. Uso de uma superfície padronizada, conhecida como disco absorvedor, na face frontal da amostra. O disco de carbono vitrificado possui 10mm de diâmetro e 0,2mm de espessura. Deve ser fixado nas faces da amostra utilizando pasta de prata, pasta de silicone ou pasta térmica. O valor somente do calor específico c_p da amostra é dado por:

$$c_p = \frac{1}{m} \left(\frac{Q_{abs}}{\Delta T} - c_d \right) \quad (4.3) \quad \text{©}$$

onde Q_{abs} é a energia total do laser absorvida pelo disco absorvedor (J), m a quantidade da amostra (kg) e c_d o calor específico do disco absorvedor incluindo o calor específico da pasta de prata ou silicone e do termopar, caso seja utilizado (Takahashi, 1974 e Takahashi e Murabayashi, 1975).

Para se conhecer valor de Q_{abs} , quando se usa a técnica do disco absorvedor, é necessário a realização de um ensaio em uma amostra com c_p conhecido, onde:

$$Q_{\text{abs}} = \Delta T (c_p m + c_d) \quad (4.4)$$

Considerando que a absorvidade espectral do disco é a mesma, a partir de amostras conhecidas, pode-se determinar o calor específico de amostras desconhecidas e conseqüentemente, obtém-se a sua condutividade térmica.

Takahashi e Westrum (1970) apresentam um estudo sobre as propriedades termodinâmicas de carbono vitrificado, especialmente à baixas temperaturas. Uma série de valores de calor específico, para de carbono vitrificado à diferentes temperaturas (de 5 a 350K), são listados.

Quando se usa um sistema de medição de temperatura sem contato, do tipo infravermelho, a colocação do disco de carbono vitrificado também na face oposta da amostra, estabelece uma padronização do valor de emissividade, tornando-a constante para qualquer que seja a amostra. Isso facilita a medição do transiente, aumentando a confiabilidade dos dados obtidos através do sensor.

2. Deposição de uma finíssima camada de carbono nas superfícies da amostra, fazendo com que qualquer material a ser medido possua os mesmos valores de absorvidade e emissividade da camada de carbono. A deposição pode ser realizada por vaporização do carbono e aspersão de fluido de grafite coloidal ou grafite seco na superfície da amostra.

As finas camadas de revestimento são, em geral, utilizadas para tornar as faces opacas (em caso de materiais semi-transparentes). Revestimentos como os feitos a partir de tinta à base de grafite, ou preto fosco, aumentam a energia de absorção e emissão (aplicável à maioria dos materiais metálicos e quando se usa sensores de temperatura infravermelhos).

A deposição da camada de carbono requer alguns cuidados especiais como assegurar que a amostra esteja isenta de sujeira ou substâncias que impeçam uma adesão

adequada entre o carbono e amostra. Por isso, é necessário limpar bem a amostra e manipular-la com extremo cuidado para evitar contaminações. No caso de materiais que se oxidam ao ar, a deposição de carbono deve ser realizada logo após a etapa de fabricação e limpeza da amostra, para que o processo de deposição não seja comprometido pela camada de óxido.

No caso de amostras transparentes ou semitransparentes esta técnica deve ser combinada com uma pre-deposição por vaporização (metalização) com prata ou ouro antes da deposição de carbono para garantir que o feixe de laser não seja transmitido através da mostra, (Joo et al., 2000; Minato et al., 1997 e Degeldre et al., 1997). A espessura da camada depositada é muito pequena em relação à espessura da amostra, variando entre 300 e 1000 Å, desta forma, a sua influência no valor de c_p da amostra pode ser desprezada. Em alguns casos, como mostrado por Degueudre et al. (1997), observa-se que a deposição de uma camada composta de vapor de ouro e spray de pó de grafite introduz um erro de medição de 1% no valor final de condutividade térmica.

O valor de difusividade térmica do material pode ser fortemente afetado pela utilização de revestimentos superficiais. Maillet, Moyne e Rémy (1999) estudaram os efeitos causados pela utilização destas finas camadas (filmes) de revestimento da amostra nos transientes de temperatura, de modo a determinar se estes efeitos podem ser negligenciados ou não durante as medições de difusividade térmica. ©

A densidade do material pode ser obtida na literatura. Para o caso de um novo material, cuja densidade ainda não conste das literaturas existentes, a densidade pode ser medida, por exemplo, através dos Métodos de Penetração e Imersão em Xylol (Ferreira, 1980) ou em água, existentes no CDTN. É o caso também de materiais conhecidos, mas produzidos propositadamente com porosidade induzida para, por exemplo, diminuir a condutividade térmica ou a densidade de componentes fabricados com os mesmos.

4.5 Análise de Dados Experimentais

A análise do dados se dá a partir dos pontos de amostragem de temperatura versus tempo na face oposta da amostra obtidos durante o ensaio.

Utilizando a forma convencional, o tratamento dos dados consiste em um programa de análise que determina a metade da variação de temperatura máxima $T_M/2$, na face oposta da amostra e o instante de tempo $t_{1/2}$ para o qual ela ocorreu. Como saídas deste programa, são gerados relatórios contendo os valores de propriedades termofísicas encontrados para a amostra, gráficos da variação de temperatura na face oposta em função do tempo e gráficos normalizados de comparação entre a curvas teórica do método e a curva experimental obtida no ensaio. Este último gráfico mostra os desvios da curva real, causados pelos efeitos de forma de pulso, de tempo de pulso finito da emissão laser (discutido por Parker et al., 1961; Cape e Lehman, 1963; Taylor e Cape, 1972; Heckman, 1973; Takahashi e Murabayashi, 1975 e Grossi et al., 2002), efeito de perdas de calor (analisado por Cowan, 1963; Cape e Lehman, 1963; Watt, 1966; Heckman, 1973; Clarck e Taylor, 1975 e Grossi et al., 2002) e influência do sistema de medição de temperatura, em relação à curva teórica proposta por Parker et al. (1961) para o Método Flash Laser.

A forma de análise de dados, citada acima, não considera as correções para forma de pulso, tempo de pulso finito, perdas de calor. A norma ASTM E 1461 - 92 se refere a uma forma adicional de tratamento e análise de dados que pode ser aplicada aos resultados experimentais iniciais para correção de tais efeitos. Entretanto se restringe a formas de pulso quadrados e triangulares e não considera os efeitos e influências do sistema de medição de temperatura. ©

A metodologia de análise de resultados, proposta no Capítulo 3, se baseia nos resultados de simulações numéricas para solução da Equação de Difusão Térmica para faixas de valores para as condições iniciais e de contorno mais próximas às encontradas experimentalmente. As simulações numéricas contemplam qualquer

tamanho de pulso, com formas quadradas, triangulares, dente de serra, parabólicas e trapezoidais, diferentes valores de absorvidade e emissividade superficial da amostra, perdas de calor e características particulares ao sistema de medição de temperatura.

Sendo assim, após a simulação numérica é aplicado um algoritmo de programação, baseado no método das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984), para minimizar a função erro entre os resultados experimentais e simulação numérica. A solução inversa do problema é obtida para determinados parâmetros de entrada, sendo sua saída principal os valores das propriedades termofísicas α , c_p e k do material analisado.

O Capítulo seguinte apresenta os resultados obtidos, a partir desta metodologia para tratamento dos dados de ensaios, para determinação de propriedades termofísicas através do Método Flash Laser.

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados e discussões apresentados a seguir são relativos à análise dos assuntos e aplicação de técnicas, apresentadas nos Capítulos 2, 3 e 4 desta dissertação, com relação a bancada de determinação experimental de propriedades termofísicas através do Método Flash de Laser.

5.1 Validação da Modelagem Físico-Matemática e Análise de Dados

A primeira etapa para validação do modelo matemático, proposto no Capítulo 3, consiste em analisar o nível de adequação entre a solução numérica para a Equação de Difusão Térmica (Equação 2.7) através do Método dos Volumes Finitos e a solução analítica da Equação 2.22 utilizando Séries de Fourier. A solução numérica foi obtida através do programa CONDUCT 2D (Patankar, 1980).

A Figura 5.1 apresenta um confronto entre as soluções numérica e analítica obtidas para uma amostra de 2 mm de espessura, sujeita à condição inicial de temperatura prescrita (30°C) e condição de contorno adiabática, sendo a potência o pulso laser igual a 25 W.

A solução numérica considerou τ igual a 0,001 s, a espessura da camada g, na qual o o fluxo de calor inicial é absorvido, igual a 50 μm , o número de volumes de controle na direção axial igual a 40 e na direção radial igual a 30 e valor do incremento de tempo igual a 0,00001 durante o tempo de aplicação do pulso laser e igual a 0,001 para os instantes posteriores. A otimização das malhas espacial e temporal garantiu um desvio percentual máximo inferior a 0,062%, mostrando uma boa concordância entre resultados.

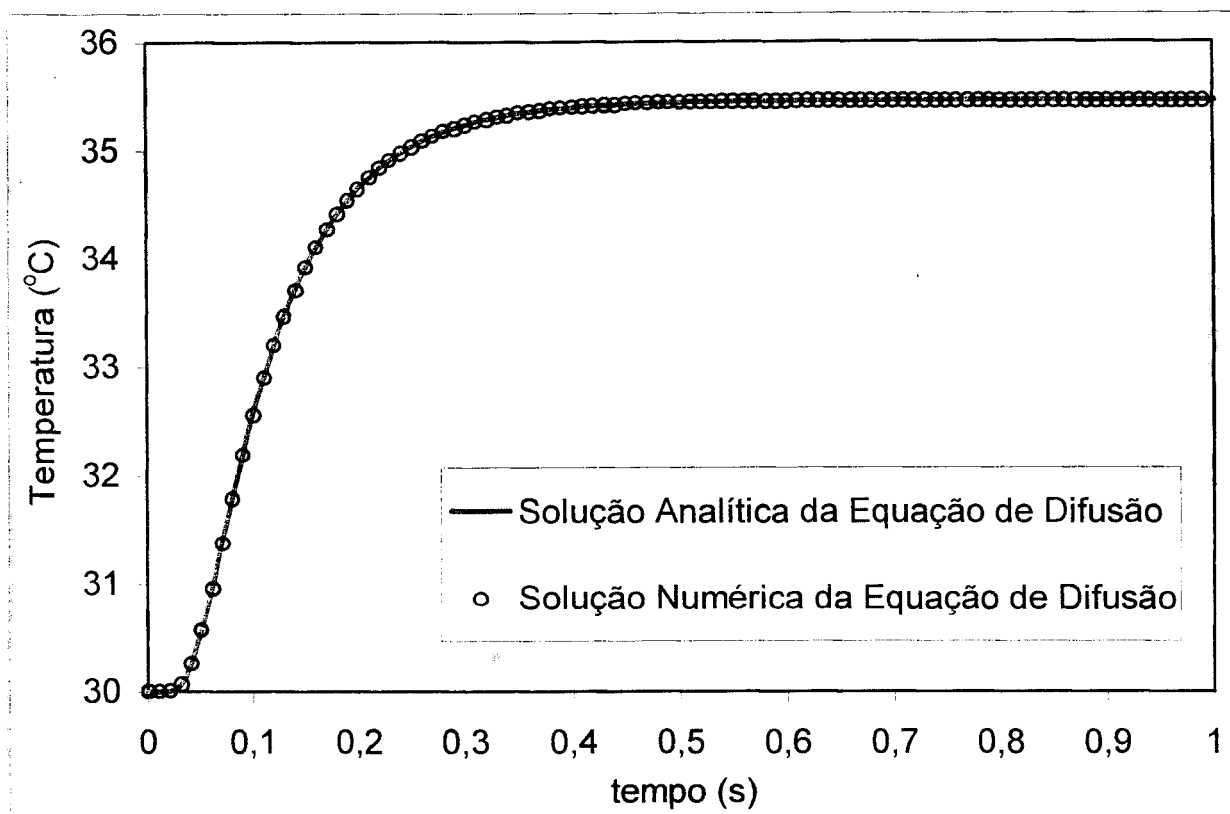


Figura 5.1 - Comparação entre as soluções analítica e numérica da Equação de Difusão Térmica considerando condição inicial de temperatura prescrita e condição de contorno adiabática.

Conforme citado por Heckman (1973), quando se objetiva a eliminação dos efeitos de tempo de pulso finito, forma de pulso, trocas térmicas e ainda os efeitos do sistema de medição, de forma combinada, a obtenção de resultados satisfatórios, considerando todas as amplitudes das variáveis envolvidas (item 3.2.1), torna-se muito extensa. Desta forma, a garantia de convergência dos resultados do modelo físico-matemático do Capítulo 3 é alcançada quando se promove uma divisão das variáveis em faixas de interesse, para as quais se sabe que se encontra o valor daquela variável ou estimativas preliminares indicam a sua localização mais provável.

O tratamento das variáveis, baseado em faixas de valores mais prováveis, permite conferir significado físico aos resultados finais, não comprometendo a interpretação

física do processo de solução do problema inverso. Tal tratamento torna-se necessário, pois as variáveis envolvidas no processo de otimização influenciam, de maneira semelhante, o transiente de temperatura.

O aumento do valor da condutividade térmica promove um adiantamento da cura de transiente de temperatura, diminuindo assim o valor de $t_{1/2}$ e conseqüentemente, aumentando o valor de difusividade térmica. O mesmo efeito pode ser observado quando se diminui o tempo de aplicação do pulso laser e concomitantemente se aumenta a sua intensidade (ou se aumenta a emissividade e absorvidade superficiais da amostra).

A Figura 5.2 apresenta 3 curvas de transiente. A curva central (1), sólida em vermelho, representa uma simulação numérica para valores quaisquer das variáveis. A curva à esquerda (2) mostra o que ocorre quando se aumenta k ou se diminui τ em concomitância com o aumento da potência do laser ou aumento de ε e α_{abs} da amostra. Já a curva à direita (3) representa o que ocorre quando as alterações nas variáveis da curva (2) são exatamente contrárias.

Alterações na amplitude do transiente de temperatura ocorrem quando se diminui o valor da emissividade e absorvidade superficial da amostra e se aumenta o valor de ρc_p .

Considerando ainda as alterações introduzidas nos transientes de temperatura, devido às variações das variáveis consideradas no modelo físico-matemático, observou-se a ocorrência de dois tipos de situações que requerem um pouco mais de cuidado. Tais situações, apresentadas nas Figuras 5.3 e 5.4, tendem a comprometer o significado físico dos resultados.

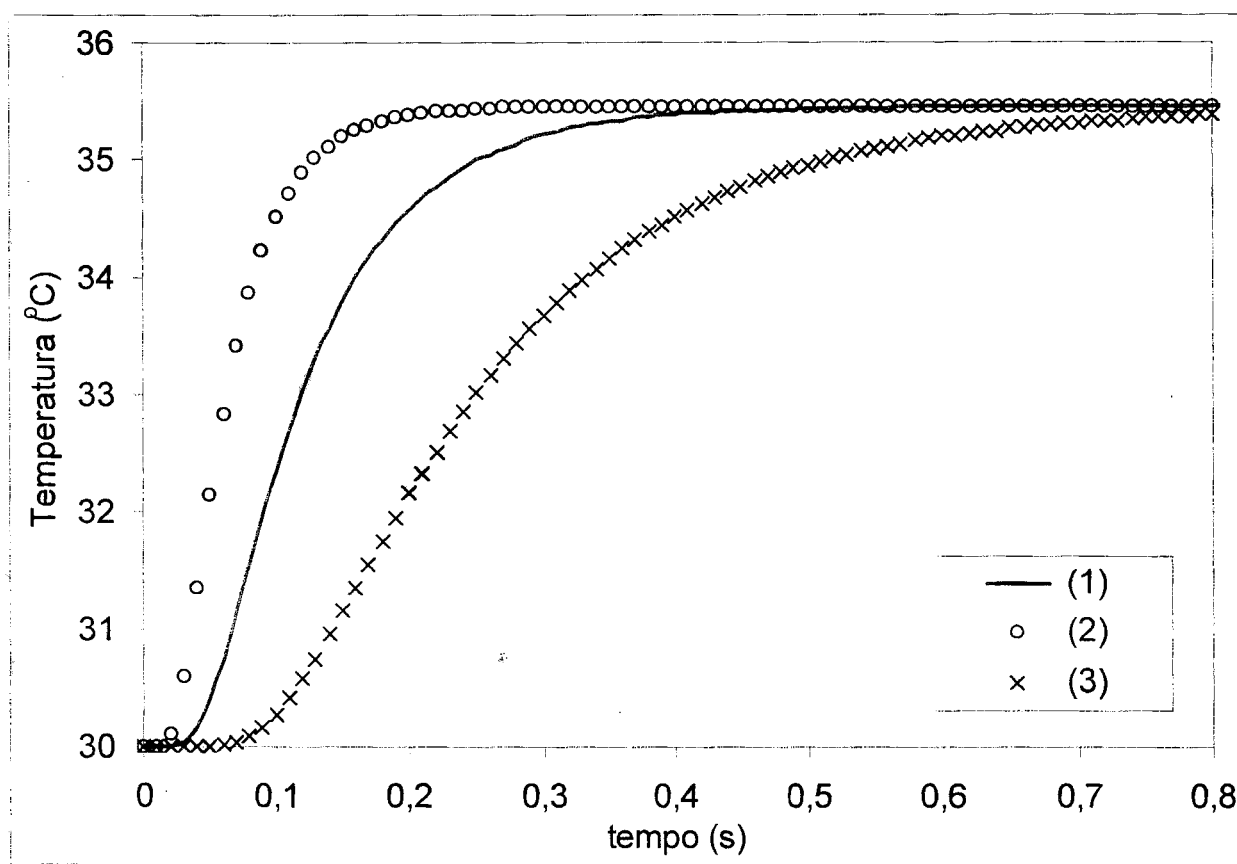


Figura 5.2 - Alterações ocorridas no transiente de temperatura ao se variar o valor de k , τ , ϵ , α_{abs} e a potência de emissão laser.

A Figura 5.3 mostra transientes de temperatura idênticos, obtidos ao se duplicar a condutividade térmica e a capacidade específica volumétrica ou utilizar metade do valor de emissividade da amostra com relação aos valores de uma simulação inicial. ©

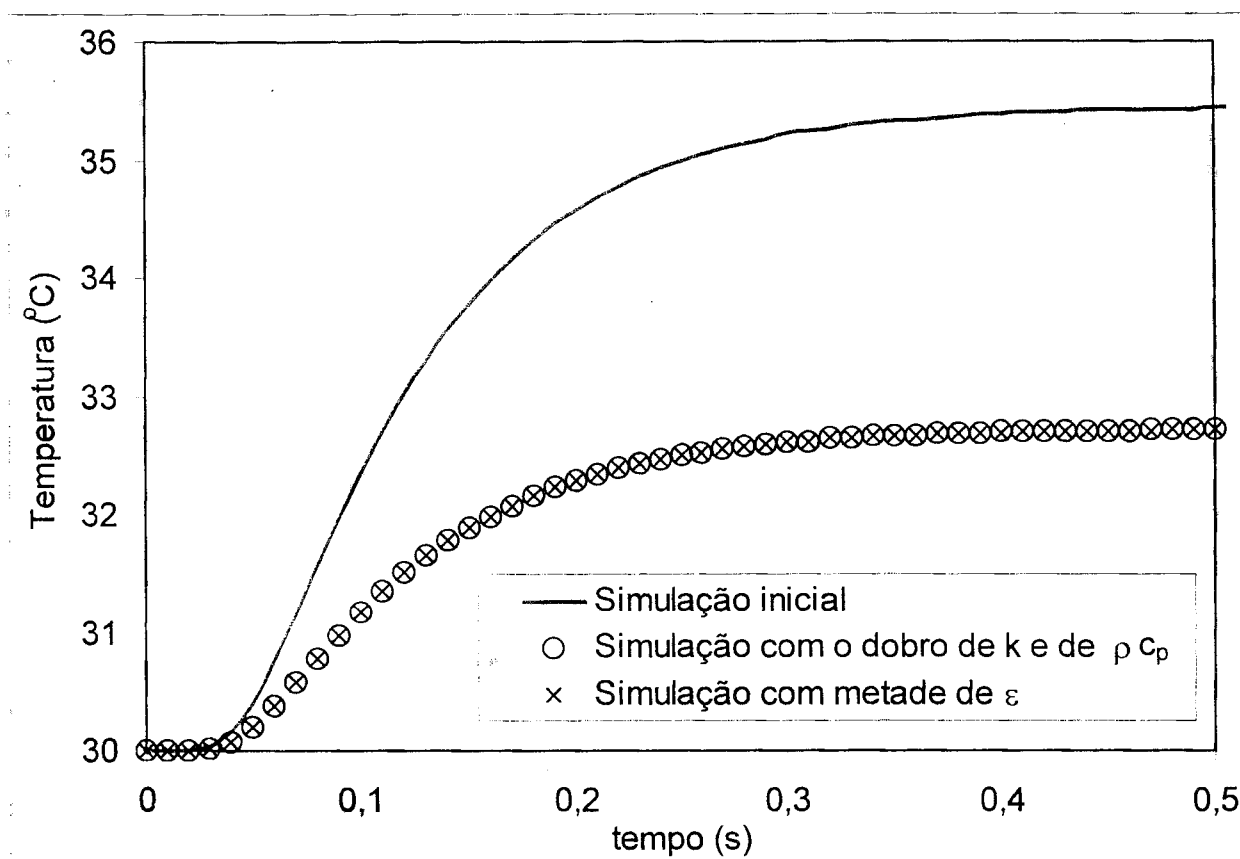


Figura 5.3 - Transientes de temperatura idênticos obtidos a partir de valores diferentes das variáveis de simulação.

A Figura 5.4 apresenta uma outra situação que deve ser considerada durante o processo de definição do critério de convergência do algoritmo de otimização. É apresentada uma curva com um simulação inicial qualquer (1) e dois transientes diferentes: (2) aumentando o valor de ρc_p e (3) aumentando o valor do coeficiente global de trocas térmicas em relação à (1) que é a simulação inicial. A comparação entre as curvas (2) e (3) gera um somatório de desvio médio quadrático (que é utilizado no critério de convergência) menor do que quando se compara (1) e (2) ou (1) e (3). Para este caso, os valores das propriedades térmicas de (3) são os mesmos de (1), entretanto, o critério de convergência tende a indicar os valores das propriedades de (2) como valores ótimos locais.

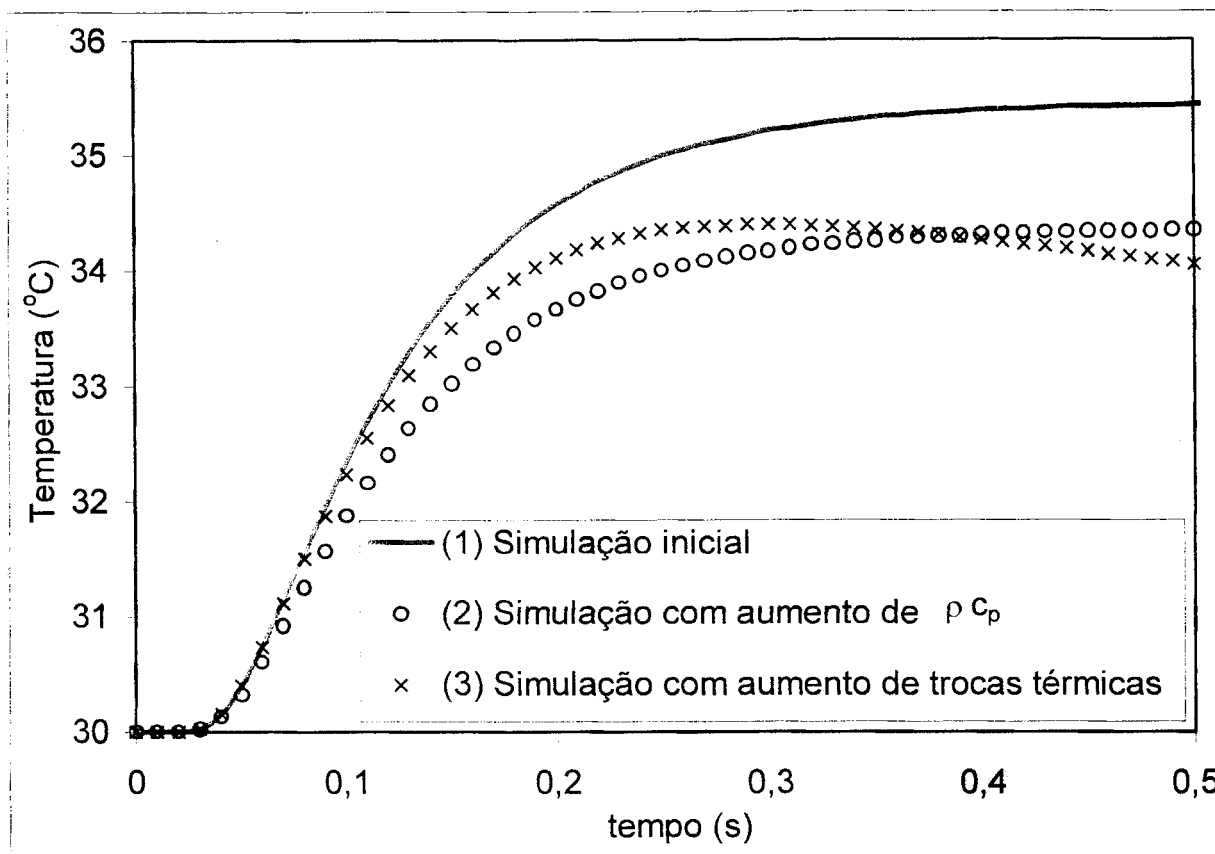


Figura 5.4 - Influência das variáveis de otimização no critério de convergência.

Estes tipos de situação, mostrados nas Figuras 5.3 e 5.4, podem ocorrer para outras combinações das combinação das variáveis de otimização. Tais situações induzem ao aumento da incerteza de medição das propriedades térmicas. Em casos mais extremos (erros grosseiros na definição das faixas de valores das variáveis), pode ocorrer até mesmo a perda de significado físico do resultado final de medição.

De forma geral, um transiente de temperatura genérico, pode ser gerado por combinações de n finitos valores de cada uma das variáveis de busca (Equação 3.15) utilizadas nas simulações. Torna-se evidente a importância de uma estimativa preliminar para as faixas de valores, adotadas para cada variável, dentro das quais se esperam encontrar os valores ótimos das variáveis de busca. Tal estimativa deve ser

realizada através de um ajuste das variáveis de busca do modelo matemático em relação aos parâmetros da bancada de medição experimental.

O tamanho de cada faixa está correlacionado ao nível de confiança na estimativa inicial do valor da variável, ao tamanho das faixas estimadas para as outras variáveis e ao nível de correlação entre as faixas.

O ajuste do modelo matemático em relação à bancada de medição foi realizado para uma amostra de Aço, cujas propriedades termofísicas são conhecidas. O valor de calor específico é estimado em $440 \text{ J}/(\text{kg K})$, com base na literatura. Os valores de condutividade térmica da amostra padrão foram obtidos a partir de medições realizadas no Laboratório de Propriedades Superficiais do Departamento de Física da UFMG. Utilizou-se o método do Comparador Térmico e foi aplicado a amostras retangulares. As superfícies das amostras foram preparadas usando uma seqüência de lixas até 1200 e então foram limpadadas com álcool (propanol). As medições foram realizadas em vários pontos (de 10 a 15) da superfície com o objetivo de se obter um valor mais representativo de toda a amostra. O Comparador foi calibrado usando amostras puras (99,99%) dos seguintes metais: Ag, Al, Mo, Ni, Nb, Ta, Ti e Bi, além dos aços Inox-304 e 1020 e latão amarelo. Curvas de calibração foram geradas conforme previsto teoricamente para o Comparador Térmico e foram usadas para determinação da condutividade da amostra.

©

Foram realizados vários conjuntos de medidas para a amostra. Os resultados obtidos são mostrados na Tabela 5.1.

Os desvios mostrados são desvios estatísticos dos valores de condutividade térmica nas várias medidas realizadas e foram usados para dar uma idéia da flutuação nos resultados quando se usa condições diferentes (cargas de 10gr e 50gr) para a realização das medições.

Tabela 5.1 - Valores das medidas de condutividade para a amostra padrão de Aço.

<i>Amostra</i>	<i>Leitura Comparador ($\Delta V_C / (\Delta V_F)$)</i>	<i>Condutividade Térmica obtida (W/m^0C)</i>	<i>Condutividade Térmica Média (W/m^0C)</i>
Aço (Padrão)	0,02371 (10gr)	23	(28±3)
	0,02401 (10gr)	26	
	0,02726 (50gr)	30	

A densidade do material da amostra foi medida no CDTN através do Método de Penetração e Imersão em Água Deionizada. A técnica se baseia na diferença de empuxo entre o peso da amostra no ar e o seu peso na água. Os resultados de medição são mostrados na Tabela 5.2.

Tabela 5.2 - Valores de densidade da amostra padrão de Aço.

<i>Peso da amostra no ar (g)</i>	<i>Peso em água (g)</i>	<i>Densidade (kg/m^3)</i>	<i>Densidade Média (kg/m^3)</i>
0,7613	0,6617	7643,5743	7552,7931
0,7613	0,6605	7552,5794	
0,7607	0,6595	7516,7984	
0,7610	0,6590	7460,7843	
0,7613	0,6610	7590,2293	

Um implementação computacional do modelo físico-matemático foi realizado em linguagem Fortran, acoplado, sob a forma de uma sub-rotina, o programa CONDUCT à um programa principal de Otimização que visa a minimização da função objetivo dada pela Equação 3.17.

A Figura 5.5 apresenta um fluxograma do programa desenvolvido.

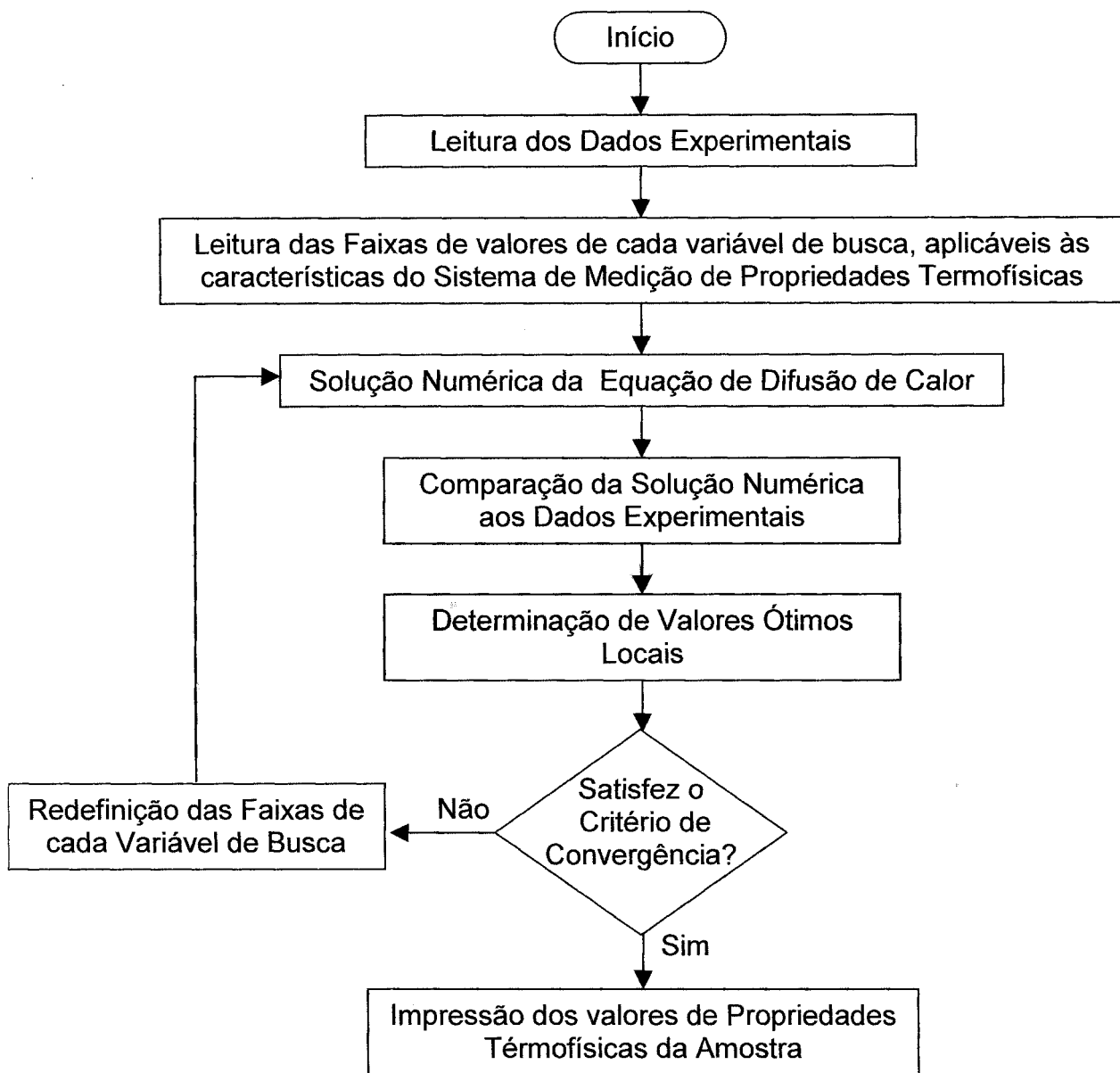


Figura 5.5 - Fluxograma do programa de modelagem físico-matemática aplicada a sistemas para determinação de propriedades termofísicas.

Este programa foi adaptado / configurado para o Método Flash Laser. Realizou-se o ajuste de suas variáveis de busca secundárias às características da bancada de medição apresentada no Capítulo 4. Está sendo utilizado também no Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas através do Método Flash Laser, do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, para a correção dos efeitos de tempo de pulso

finito, forma de pulso, trocas térmicas e influência do sistema de medição de temperatura.

Com base nos valores de k , ρ e c_p , da amostra padrão de Aço, a Tabela 5.3 apresenta os valores ótimos obtidos encontrados a partir do ajuste das variáveis secundárias de busca do modelo matemático às características da bancada de medição.

Tabela 5.3 - Valores ótimos para o ajuste das variáveis secundárias de busca do modelo matemático em relação à bancada de medição baseado em uma amostra padrão de Aço.

<i>Variável de Busca</i>	<i>Valor Ótimo do Ajuste</i>
τ	0,1
ϕ	Trapezoidal
Ψ	19562
Π	150
ε	0,96
α_{abs}	0,96

Uma comparação entre a solução numérica e a curva experimental, utilizando os valores ótimos das variáveis de busca secundárias, é mostrada na Figura 5.6.

A estimativa da variável τ , como citado no Capítulo 3, se baseou no valor mínimo de tempo de pulso que é bastante estável em torno de 0,1 s. A variação é estimada em 5% e se deve a inércias mecânicas do sistema de aplicação do pulso (obturador da Figura 4.3).

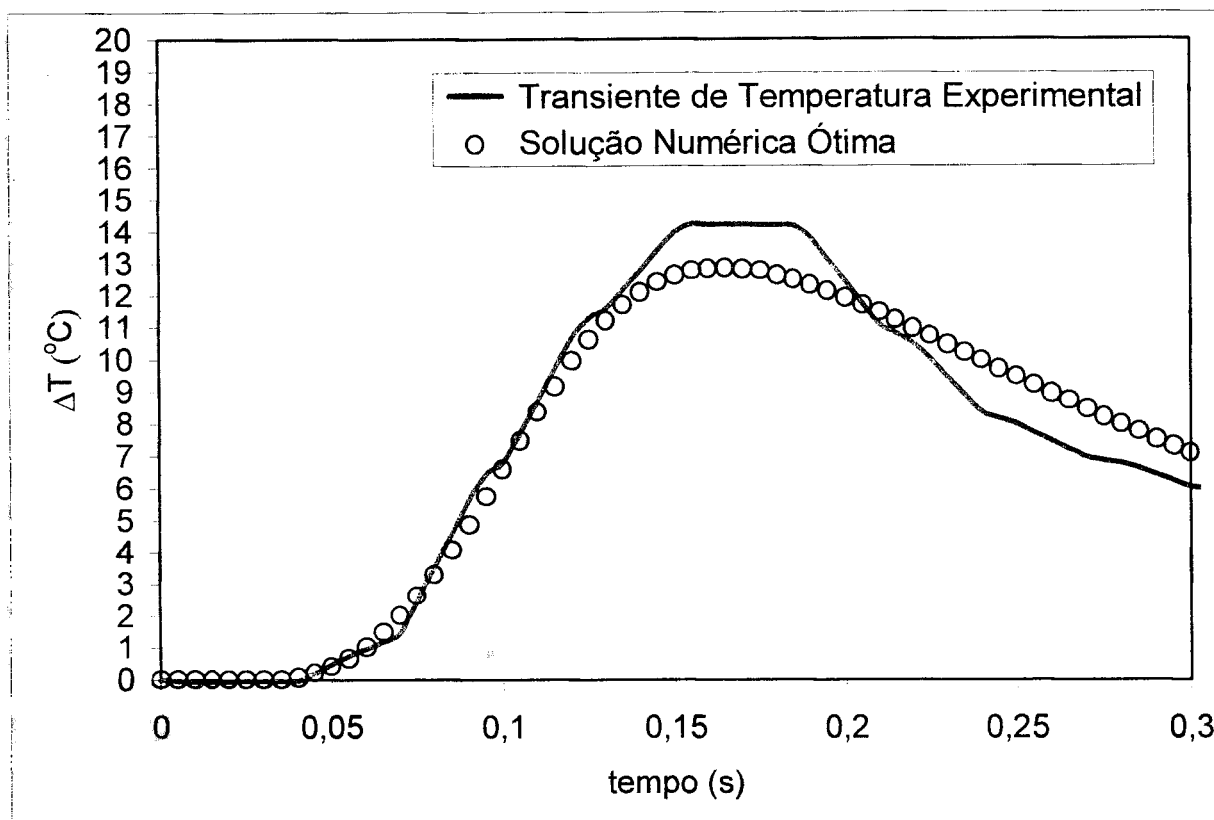


Figura 5.6 - Comparação entre o transiente de temperatura experimental e transiente numérico considerando os valores ótimos de ajuste à bancada do Capítulo 4.

A norma ASTM 1461 - 92 adota para a forma de pulso do laser ϕ um perfil de irradiação triangular. Entretanto, de acordo com a natureza mecânica de geração do pulso na bancada apresentada, o perfil de irradiação ótimo é um perfil trapezoidal.

A estimativa da variável Ψ foi baseada no percentual de decaimento do transiente de temperatura após o ponto de temperatura máxima. O valor ótimo encontrado é igual a 19562 onde se estima uma variação média de 15% para a sua faixa de amplitude.

A estimativa para Π se dá a partir da amplitude do transiente de temperatura. Um valor inicial é dado pela medida de potência do laser, fornecida por uma célula Peltier (Figura 4.3). O valor de potência do laser é variável e estabelecido de acordo com o tipo de material ensaiado. A este valor são adicionados os efeitos relacionados à variação de

amplitude do sinal, induzidos pelas características do sistema de medição de temperatura. Desta forma, a magnitude da faixa de II possui uma incerteza de 20% em relação ao valor ótimo de ajuste, que é 150.

Para a estimativa dos valores de emissividade e absorvidade superficiais das amostras utilizou-se a metodologia mostrada no item 4.4. O tratamento das superfícies foi obtido com uma pre-deposição por vaporização (metalização) com ouro antes da deposição de uma finíssima camada de "carbon black" / grafite nas superfícies das amostras (Joo et al., 2000; Minato et al., 1997 e Degeldre et al., 1997). Obteve-se a padronização dos valores de absorvidade e emissividade das amostras, que passaram a ser iguais aos da camada de carbono. De acordo com MIKRON (2003) a emissividade e a absorvidade do grafite, para a faixa de comprimento de onda de interesse dessa dissertação são iguais a 0,96.

5.2 Análise do Sistema de Medição de Temperatura

Devido à dinâmica da variação de temperatura na face oposta da amostra (regime transiente rápido) e ao pequeno tempo de resposta do sensor de temperatura do tipo pirômetro ótico infravermelho utilizado (que é da ordem de 150 ms para alcançar 95% do regime permanente) a performance do experimento é otimizada quando se utiliza um sistema de aquisição de dados digital. Esta otimização torna-se possível ao se estabelecer uma alta frequência de amostragem dos sinais.

A frequência de amostragem ideal é aquela na qual o sinal codificado em pulsos pode ser reconstruído sem perda de informação. Para esta bancada de medição, estabeleceu-se como suficientemente satisfatória a frequência de amostragem de 200 Hz.

O configuração das etapas de condicionamento e tratamento dos sinais de dados gerados pelo sensor é uma das tarefas mais trabalhosas necessárias a este tipo de determinação. Os ruídos introduzidos durante a transmissão e conversão do sinal

dificultam o desenvolvimento de algoritmos computacionais para o tratamento dos dados. Diversas medidas foram tomadas para minimizar os efeitos causados pelo ruído, tais como:

- a) Blindagem dos cabos de transmissão contra ruídos causados por acoplamento capacitivo e indutivo;
- b) Condicionamento e amplificação do sinal do sensor através de sistemas balanceados evitando o aparecimento de tensões e correntes de bias e aumentando a relação sinal/ruído;
- c) Aplicação de filtros passa baixa analógicos ou digitais.

Todas estas medidas minimizam o nível de ruído, entretanto esta última foi aplicada com bastante cautela, pois introduz deformidades e atrasos (ou inércia), responsáveis por mascarar, algumas vezes de forma irreversível, o sinal de resposta do sistema de medição de temperatura. A norma ASTM E 1461 - 92 desencoraja o uso de filtros eletrônicos justamente porque eles tendem a distorcer a forma da curva de temperatura versus tempo.

Apesar das considerações do parágrafo anterior, a eliminação completa do estágio de filtragem do sinal dificulta bastante a sua reconstituição, sendo que algumas vezes este é irreversivelmente perdido. Os filtros analógicos são circuitos do tipo RLC (resistivo, indutivo e capacitivo) e os filtros digitais se baseiam em médias móveis (FMM) entre o ponto atual e os pontos anteriores do sinal discretizado. A bancada de medição apresentada utiliza filtragem digital do tipo média móvel. A Figura 5.7 mostra a influência do número de pontos, utilizados pelo FMM, no transiente de temperatura observado na face oposta da amostra. Os transientes de temperatura foram obtidos sobre as mesmas condições de ensaio sendo modificado apenas o número de pontos (2, 5, 10, 20, 25 e 30 pontos) utilizados pelo FMM.

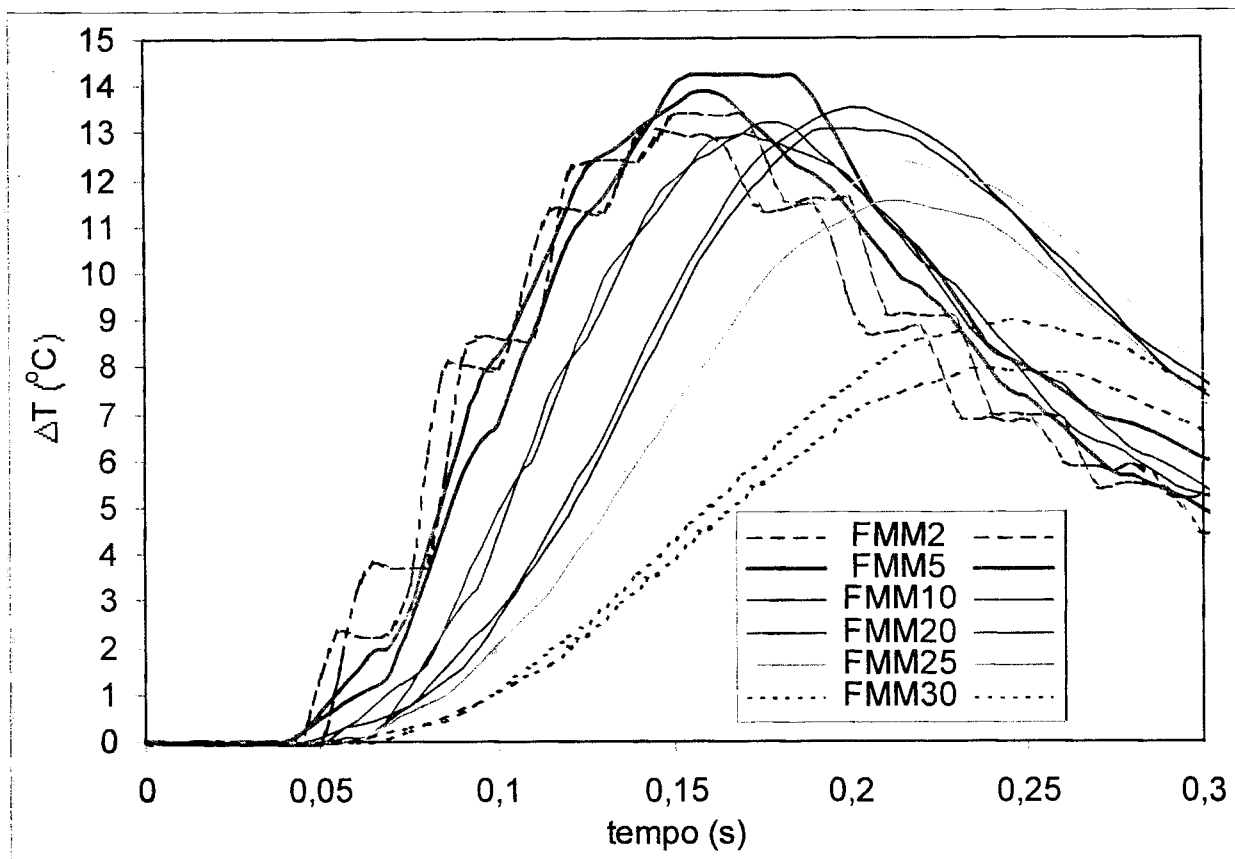


Figura 5.7 - Influência do número de pontos utilizado pelo filtro digital do tipo média móvel no transiente de temperatura.

A análise da Figura 5.7 mostra que o aumento do número de pontos utilizado na filtragem por média móvel produz um efeito equivalente ao aumento da Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) do material, mascarando, desta forma, o resultado final de medição. O teste de malha relativo aos pontos do FMM apresentou como ótimo o FMM5, onde a filtragem por média móvel é baseada nos 5 últimos pontos do sinal discretizado. Valores inferiores a 5 pontos permitem a passagem de ruído e induzem a um aumento da incerteza de medição de temperatura em 15%. Valores superiores a 5 introduzem um atraso no transiente de temperatura, aumentando o valor de $t_{1/2}$. Este aumento mascara os valores das propriedades termofísicas do material, diminuindo o valor de α e de k .

A fim de relacionar as influências nos valores de difusividade térmica ao número de pontos utilizados no FMM, a Tabela 5.4 apresenta os valores de difusividade térmica calculados de maneira convencional (Equação 2.27, sendo $L = 2\text{mm}$) para cada par de curvas da Figura 5.7. São também apresentados os respectivos desvios percentuais e incertezas devido ao filtro utilizado.

Tabela 5.4 - Análise da influência de filtros do tipo média móvel nos valores calculados de difusividade térmica calculados pela Equação 2.27.

<i>Filtro</i>	$t_{1/2}$ (s)	$\alpha \times 10^6$ (m^2/s)	<i>Desvio (%)</i>
FMM5	0,10±0,01	5,8±0,5	Valor de referência±10
FMM2	0,09±0,01	6,5±0,8	12,0±15
FMM10	0,11±0,005	5,0±0,1	13,8±2,0
FMM20	0,13±0,005	4,3±0,1	25,9±2,0
FMM25	0,14±0,005	4,0±0,1	31,0±2,0
FMM30	0,15±0,005	3,7±0,1	36,2±2,0

A análise dos dados mostra que desvios percentuais encontrados para os valores de difusividade térmica são superiores a 35% quando se utiliza FMM30. Isso demonstrou a importância da fase de tratamento de dados na determinação de propriedades térmicas pelo Método Flash Laser.

Uma outra forma de abordagem deste tipo de problema se baseou no diagrama em bloco esquemático do sistema de medição de temperatura, mostrado na Figura 5.8. O sensor e os circuitos de condicionamento e amplificação do sinal são representado pela função de transferência no domínio do tempo, $g(t)$, ou da frequência, $G(s)$, que retrata a alteração sofrida pelo sinal de entrada.

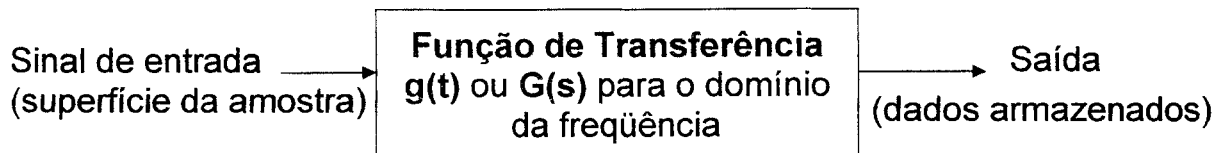


Figura 5.8 - Diagrama em bloco de um sistema de medição de temperatura

O gráfico da Figura 5.9 mostra a análise do sinal de saída, observado para o sistema de medição de temperatura utilizando o pirômetro da bancada de medição, mostrado no item 4.3 do Capítulo 4.

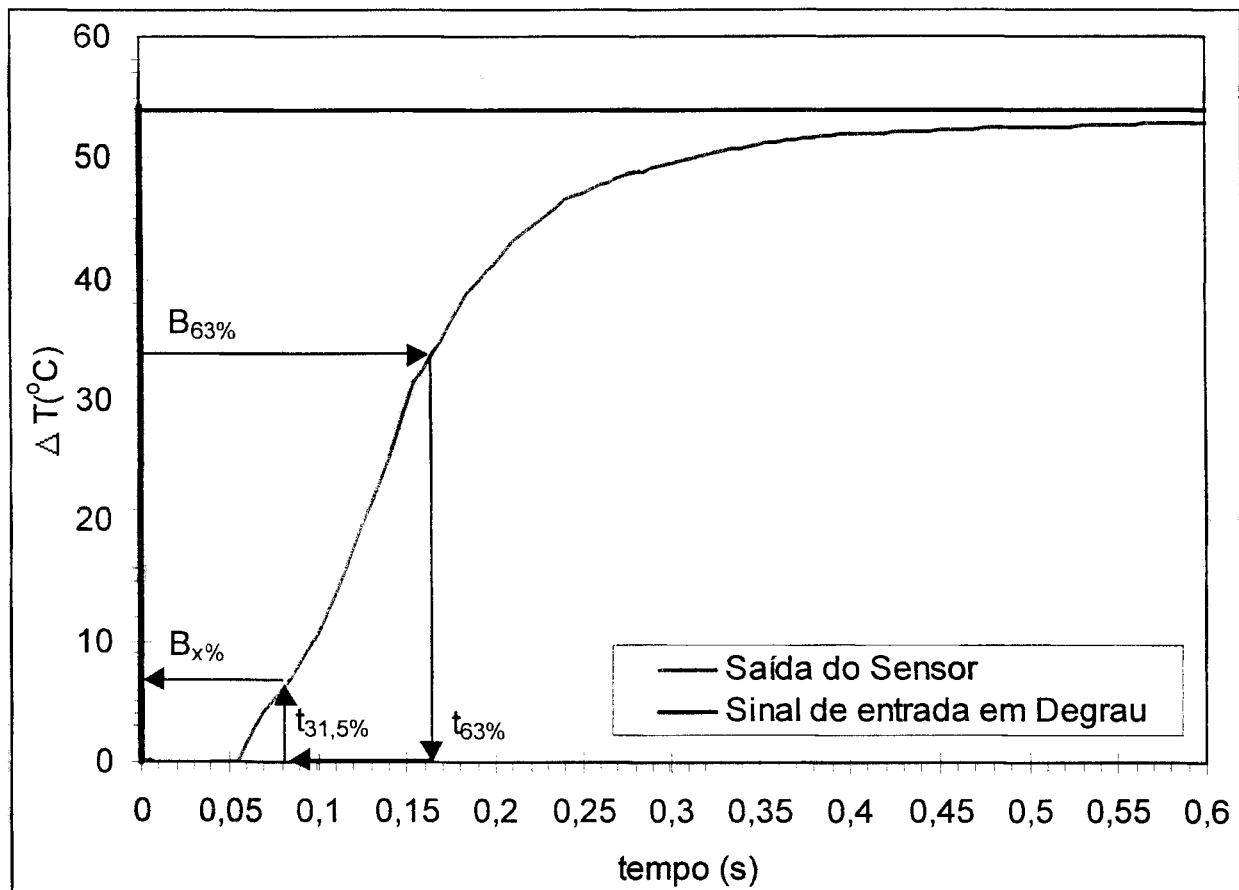


Figura 5.9 - Gráfico de análise do sinal de saída para determinação de parâmetros da F.T. pelas técnicas de Sponer e Radtke.

O sensor foi submetido a um degrau de temperatura na entrada. Para este experimento, as funções de transferência do sistema, identificadas pelas técnicas de Sponer e Radtke, foram:

Método de Sponer:

$$G(s) = \frac{53,8218 e^{(-s 0,055)}}{(1 + s 0,02942)^5} \quad (5.1)$$

Método de Radtke:

$$G(s) = \frac{53,8218 e^{(-s 0,055)}}{[(1 + s 0,068)(1 + s 0,034)(1 + s 0,023)(1 + s 0,017)(1 + s 0,011)(1 + s 0,0097)]} \quad (5.2)$$

A averiguação da conformidade entre as funções de transferência encontradas para o sistema pode ser realizada utilizando o programa Matlab. Durante a simulação aplicou-se uma entrada em degrau de temperatura (com amplitude de 53,8°C) em um sistema virtual (Simulink) contendo as F.T. mostradas pelas Equações 5.1 e 5.2. A Figura 5.10 mostra uma comparação, no domínio do tempo, entre a resposta real do sistema e as respostas encontradas pelas técnicas de identificação de Radtke e Sponer para a função de transferência do sistema de medição dinâmica de temperatura.

©

Uma das vantagens do método de identificação de sistemas está na análise da resposta de todo o sistema de medição e não somente do sensor / transdutor de temperatura. Assim, os erros introduzidos na parte de aquisição e tratamento de dados (como inércia causada por filtros passa baixa) são incorporados às características de resposta do sensor, obtendo-se como resultado uma função de transferência para todo o sistema de medição.

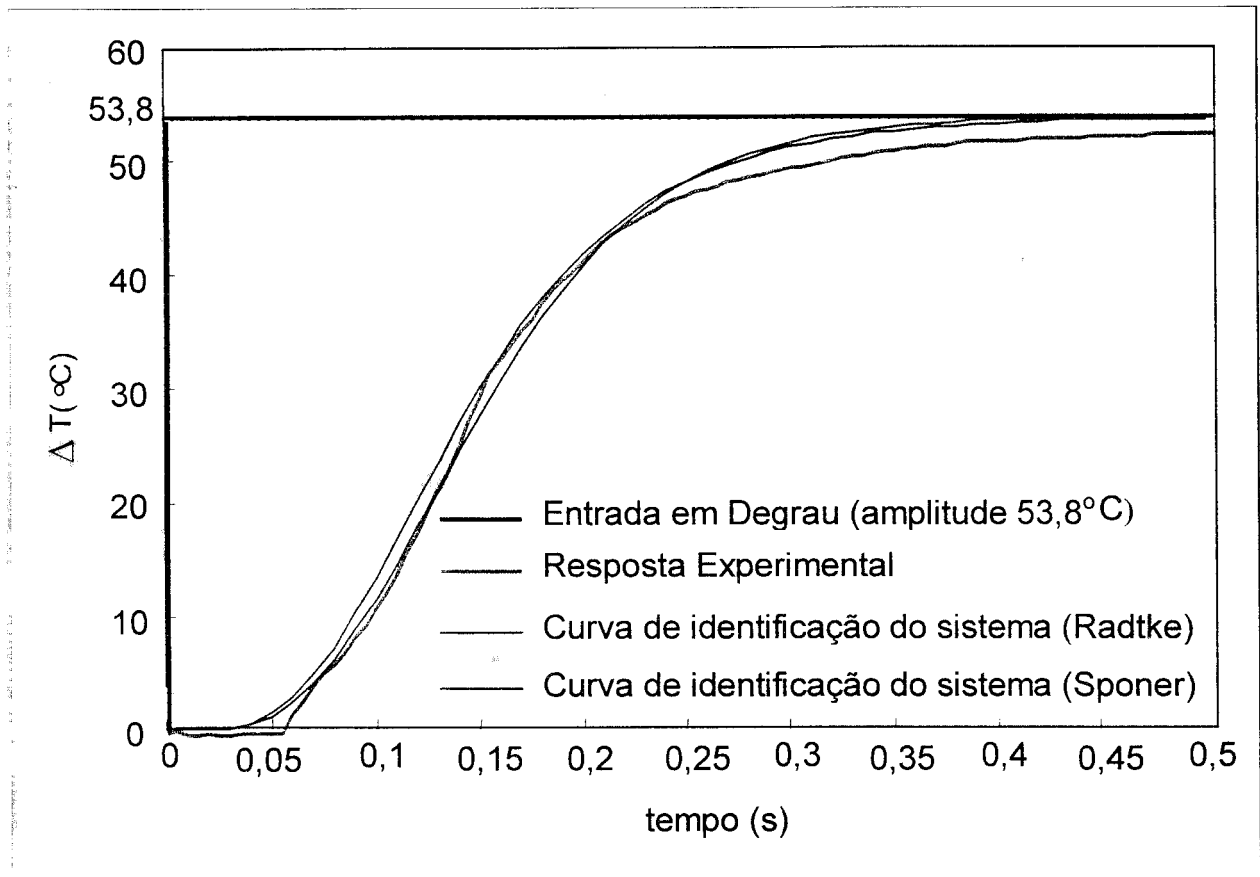


Figura 5.10 - Comparação entre a resposta real do sistema e as respostas encontradas pelas técnicas de Sponer e Radtke para a F.T. do sistema.

Conhecendo o comportamento dinâmico do sistema de medição de temperatura, é possível determinar o nível de influência no valor final das propriedades termofísicas do material. Os efeitos observados na resposta transiente devido à presença do sistema de medição de temperatura são:

- ⇒ Alteração do valor da temperatura máxima na face oposta (amplitude do sinal de saída);
- ⇒ Defasagem (atraso) do transiente de temperatura;
- ⇒ Queda ou instabilidade após o transiente atingir o ponto de máxima temperatura.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Neste trabalho foi desenvolvida uma modelagem físico-matemática enfocando sistemas de medição de propriedades termofísicas de materiais com aplicação ao Método Flash Laser. A modelagem se baseia na solução inversa da equação de difusão térmica, utilizando como função objetivo o desvio médio quadrático entre os transientes de temperatura experimentais e os obtidos através de simulações numéricas considerando todas as condições experimentais impostas pelo modelo físico.

A equação de difusão de calor para amostra foi resolvida pela técnica de Diferenças Finitas com formulação em Volumes de Controle desenvolvida por Patankar (1980). Foram considerados os efeitos de tempo de pulso finito, perfil de irradiação do laser, trocas térmicas com o ambiente e do sistema de medição de temperatura, reduzindo o nível de restrições com relação ao modelo proposto por Parker et al. (1961).

A validação da solução numérica consistiu em analisar o seu nível de adequação à solução analítica por Séries de Fourier. Realizaram-se testes das malhas espacial e temporal, obtendo um desvio percentual máximo inferior a 0,062% que demonstra uma boa concordância entre os resultados. ©

A solução inversa da modelagem físico-matemática foi obtida a partir da aplicação do algoritmo de programação não linear, baseado no método das coordenadas descendentes (Luenberger, 1984), focando minimizar a função erro entre os resultados experimentais e a solução numérica. A solução inversa ótima para o problema foi obtida para os valores ótimos das variáveis de busca secundárias, ajustados para a bancada de medição.

Desenvolveu-se um programa, em linguagem Fortran, para a implementação do modelo matemático apresentado no Capítulo 3. Este programa foi utilizado para realizar o ajuste de suas variáveis de busca secundárias às características da bancada de medição apresentada no Capítulo 4. Está sendo utilizado também para a correção dos efeitos de tempo de pulso finito, forma de pulso, trocas térmicas e influência do sistema de medição de temperatura. A saída principal deste programa são os valores das propriedades termofísicas Difusividade Térmica (α), Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e Condutividade Térmica (k) do material analisado.

O ajuste das variáveis de busca secundárias do modelo matemático foi realizado para a bancada de medição de propriedades termofísicas pelo Método Flash Laser do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN. Utilizou-se uma amostra padrão de Aço com propriedades termofísicas conhecidas. Os valores ótimos obtidos são mostrados na Tabela 5.3. O ajuste realizado mostrou-se bastante adequado, apresentando resultados satisfatórios. Tais resultados induzem à aplicação desta modelagem físico-matemática a outros sistemas de determinação de propriedades termofísicas;

A interface de conexão do sensor/transdutor de temperatura ao programa de análise de dados é realizada por placas de condicionamento de sinais (composta basicamente por amplificadores) e de conversão analógico/digital. Foi de fundamental importância a análise do tempo de resposta dinâmico desta associação para minimização do seu efeito. Dessa forma, foi possível obter valores de propriedades térmicas com menor incerteza.

A análise da resposta dinâmica do sistema de medição foi realizada através de um experimento onde simulou-se um degrau de temperatura, medido pelo pirômetro óptico. Os dados de saída do sensor (resposta em regime transiente) foram analisados pelos métodos de identificação de sistemas de Sponer e de Radtke, mostrados no Capítulo 2, apresentando como resultado as funções de transferência mostradas nas Equações 5.1 e 5.2.

De uma forma geral, o tempo morto de medição e a inércia do elemento sensor promovem uma defasagem do sinal de saída, que também é causada pelas variáveis de busca secundárias τ e ϕ . Já o erro no valor de emissividade e absorvidade da superfície da amostra acarreta uma alteração na amplitude deste sinal, que é também um efeito característico de P_{laser} , ε , e α_{abs} . A saturação do elemento sensor pode causar uma instabilidade no valor de temperatura máxima encontrado (queda após o ponto máximo), que é similar ao efeito observado com o aumento de h_g .

Submeteu-se o sinal de saída do sensor a um filtro equivalente ao inverso da função de transferência, $1 / g(t)$, quando a F. T. está expressa no domínio do tempo ou equivalente a $- G(s)$ para F. T. expressa no domínio da frequência. Obteve-se a minimização do efeito/influência do sistema de medição na determinação das propriedades termofísicas. Tal minimização/correção foi obtida, de forma implícita, através das variáveis τ , ϕ , Ψ , Π , ε , e α_{abs} durante o processo de ajuste do modelo matemático.

A confirmação da necessidade de uma estimativa prévia das faixas de valores das variáveis de busca, consideradas no modelo matemático proposto no Capítulo 3, foi obtida a partir a análise das Figuras 5.2, 5.3 e 5.4, onde foi provado que uma mesma curva de transiente de temperatura pode ser obtida para diversos valores das variáveis de busca do modelo matemático

Os resultados de validação e ajuste do modelo matemático mostraram-se adequados à bancada de medição experimental de propriedades termofísicas através do Método Flash Laser. O ajuste do modelo à bancada promove a diminuição da incerteza de medição das propriedades térmicas. Desta forma é possível evitar a perda de significado físico do resultado final de medição e garantir a convergência do programa de busca da solução ótima.

As vantagens deste tipo de formulação matemática realizada para o modelo alternativo de análise de dados proposto para o Método Flash Laser são:

- ⇒ Determinação simultânea das propriedades termofísicas, da Difusividade Térmica (α), da Capacidade Calorífica Volumétrica (ρc_p) e da Condutividade Térmica (k);
- ⇒ Eliminação das necessidades de aplicação dos métodos de correção propostos na literatura, muitas vezes trabalhosos e que nem sempre alcançam resultados satisfatórios;
- ⇒ A aplicação da modelagem físico-matemática ao Método Flash Laser mostrou-se bastante adequada, apresentando resultados satisfatórios que incitam e encorajam a aplicação desta modelagem físico-matemática a outros sistemas de determinação de propriedades termofísicas;
- ⇒ Utilização de um modelo físico-matemático que considera um menor grau de simplificação das condições iniciais e de contorno em relação às encontradas experimentalmente, conferindo maior adequabilidade do modelo ao experimento, um maior significado físico aos resultados e conseqüente diminuição das incertezas. ©

Como sugestões para trabalhos futuros, podem ser indicadas:

- ⇒ Estimativa das incertezas de medição dos valores das propriedades termofísicas, observadas ao se utilizar o modelo físico-matemático proposto;
- ⇒ Expansão da técnica de modelagem físico-matemática com aplicação a outros sistemas de determinação de propriedades termofísicas;

- ⇒ Intercomparação entre os valores dos resultados finais de medição e suas incertezas utilizando as correções propostas pela norma ASTM 1461 - 92 e o modelo físico-matemático proposto;
- ⇒ Realização de novas medições do valor de potência de emissão laser, utilizando métodos mais precisos, como calorímetros de fluxo, visto que o sistema de medição adotada se mostrou inadequado;
- ⇒ Melhoria do sistema de medição de temperatura.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM-E-1461-92**: standard test method for thermal diffusivity of solids by the flash method. In: _____. Annual book of ASTM standards. Philadelphia: ASTM. v. 14.02, p. 750-757. 1993.

BECK, J. V. Discussion to the inverse problem in transient heat conduction. **J. Appl. Mech.** v.87 E, p. 472-473, 1965.

BECK, J. V., Surface heat flux determination using an integral method. **Nucl. Eng. Design.** v. 1, p. 170-178, 1968.

BECK, J. V. Nonlinear estimation applied to the nonlinear inverse heat conduction problem. **Int. J. Heat Mass Transfer** v. 13, p. 703-716, 1970.

BECK, J. V.; Wolf, H., 1965, The nonlinear inverse heat conduction problems. **ASME Paper** n. 65-HT 40, 1965.

BURGGRAF, O. R. An exact solution of the inverse problem in heat conduction theory and applications, **J. Heat Transfer**, v.86 C, p. 373-382, 1964.

CAPE, J. A.; LEHMAN, G. W., Temperature and finite pulse-time effects in the flash method for measuring thermal diffusivity. **J. Appl. Phys** v. 34, n.7, 1963.

CARSLAW, H. S.; JAEGER, J. C., **Conduction of heat in solids**. 2.ed. New York: Oxford University Press, 1959. p. 101.

CLARK, L. M.; TAYLOR, R. E., Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity. **J. Appl. Phys.**, v. 46, n.2, p.714-719, 1975.

COWAN, R. D. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. **J. Appl. Phys.**, v. 34, n.4, pt.1, p. 926-927, 1963.

DAVIES, J. M., Input power determined from temperatures in a simulated skin protected against thermal radiation. **J. Heat Transfer**, v. 88 C, p. 154-160, 1966.

DEEM, H.W.; WOOD, W.D., Flash thermal-diffusivity measurements using a laser. **Rev. Sci. Instrum.**, v.33, p.1107-1109, 1962.

DEGUELDRE, C., et al. Energy transfer and thermal conductivity through inert matrix and nuclear fuel analogous materials. In:____. Energy transfer and thermal conductivity through inert matrix and nuclear fuel analogous materials. Ibaraki-Ken: JAERI, p.1-19. (JAERI-Resarch 97-087), 1997.

FEIT, E.; SHAW, H. Advances in thermal properties testing at oak ridge national laboratories. **Ceramic Bulletin**, v. 70, n. 1, p.125-28, 1991.

FERREIRA, R. A. N. **Relatório de missão do engenheiro Ricardo Alberto Neto Ferreira na Alemanha**. Belo Horizonte : CDTN, 1980. 123 p.(CDTN/DEST. PD- 02/80)

FERREIRA, R. A. N.; MIRANDA, O.; DUTRA NETO, A.; GROSSI, P. A.; MARTINS, G. A. S.; REIS, S. C.; ALENCAR, D. A.; SOARES FILHO, J. G.; LOPES, C. C.; PINHO, M. G., Implantação no CDTN de Laboratório de Medição de Propriedades Termofísicas de Combustíveis Nucleares e Materiais através do Método flash laser. In: ENFIR. ENCONTRO NACIONAL DE FÍSICA DE REATORES,13, 2002, Rio de Janeiro. **Anais...**Rio de Janeiro: ABEN, 2002.

FRANK, I., An application of least squares method to the solution of the inverse problem of heat conduction, **J. Heat Transfer**, v.85 C, p.378-379, 1963.

GINNINGS, D. C., **Thermoelectricity**. New York : J. Wiley, 1960.

GRANET, I. **Termodinâmica e Energia térmica**. 4. ed. Rio de Janeiro: Prentice Hall do Brasil, 1995. 354p.

GROSSI, P. A., ANDRADE, R. M., FERREIRA, A. N., ZIVIANI, M. Solução da equação de difusão térmica, utilizando a técnica de volumes finitos, para otimização do método flash laser, In: CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA, 2, 2002, Paraíba. **Anais...** João Pessoa, 2002.

GROSSI, P. A., FERREIRA, A. N., ANDRADE, R. M., bancada experimental para medição de propriedades termofísicas de sólidos pela técnica flash laser. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA, 16, 2001. **Anais...**Uberlândia, 2001.

GROSSI, P. A.; ANDRADE, R. M.; FERREIRA, A. N.; ZIVIANI, M. Determinação experimental de propriedades térmicas de materiais metálicos pelo método flash, In: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, 56, 2001. **Anais...** Belo Horizonte: ABM, 2001.

GUSTAFSSON, S. E. Transient Hot Strip techniques for measuring thermal conductivity and thermal diffusivity, **The Rigaku Journal**, V. 4, n.1 / 2, p.16-28, 1987.

HECKMAN, R. C., Finite pulse-time and heat-loss effects in pulse thermal diffusivity measurements. **J. Appl. Phys.** v. 44, n. 4, p.1455-1460, 1973.

HOLMAN, J.P. **Experimental methods for engineers**. 6. ed. New York: McGraw-Hill, 1994. p. 616.

INCROPERA, F. P.; WITT, D. P. **Fundamentos de transferência de calor e massa** . 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1992. 494p.

ISMAIL, K.A.R., GONÇALVES, M. M., BEVENUTO, F.J., Instrumentação Básica para Engenharia. 1. ed. Campinas: editora do autor, 2000. 369 p.

JACOVELLI, P. B.; ZINKE, O. H., Transient determinations of thermal diffusivities and dissipations of metal foils. **J Appl. Phys**,v. 37, n.11, p. 4117-4120, 1966.

JOO, Y.; PARK, H.; CHAE, H.; LEE, J.; BAIK, Y. Measurements of thermal diffusivity for thin slabs by a converging thermal wave technique. Disponível em: <<http://www.symp14.nist.gov/PDF/THI01JOO.PDF>> Acesso em: 21 jan. 2003, In :SYMPOSIUM ON THERMOPHYSICAL PROPERTIES, 14, 2000, Boulder, **Proceedings...** Boulder, 2000. 19 p.

KUBIČÁR, L.; BOHÁČ, V. **Development of Methods for Measuring Thermophysical Parameters of Materials**. Bratislava: Slovak University of Technology,1999. (SEFI WGP Seminar EAPE 99)

LUENBERGER, D. G., **Linear and nonlinear programming**. 2. ed. New.York : Addison-Wesley, 1984. 491 p.

MAILLET, D.; MOYNE, C.; REMY, B. Effect of a thin layer on the measurement of the thermal diffusivity of a material by a flash method. **Int. J. Heat Mass Transfer**, v. 43, p. 4057-4060, 2000. ©

MALISKA, C. R., **Transferência de calor e mecânica dos fluidos computacional**. Rio de Janeiro : Livros Técnicos e Científicos, 1995. 424p.

MICHALSKI, L.; ECKERSDORF, K.; MCGHEE, J., **Temperature measurement** . New York: J. Willey, p 152-349, 1991.

MIKRON: Table Of Emissivity Of Various Surfaces For Infrared Thermometry. Disponível em: <<http://www.transmetra.ch/pdf/publikationen/emissivity.pdf>>. Acesso em: 17 de jan. 2003.

MINATO, K.; AKANO, M.; FUKUDA, K.; SATO, S.; OHASHI, H. Thermal expansion and thermal conductivity of cesium molybdate. **J. Alloys and Compounds**, v.255, p.18-23, 1997.

MOSER, J.B.; KRUGER, O.L., Heat pulse measurements on uranium compounds. **J. of Nuclear Materials**, v.17, p.153-158, 1965.

MOSER, J.B.; KRUGER, O.L., Thermal conductivity and heat capacity of the monocarbide, monophosphide, and monosulfide of uranium, **J. Applied Physics**, v.38, n.8, p. 3215-3222, 1967.

MOSER, J.B.; KRUGER, Thermal conductivity and heat capacity of the monophosphide and monosulfide of plutonium. **J. Amer. Ceram Soc.** v. 51, n. 7, p. 369-372, 1968.

MURABAYASHI, M.; NAMBA, S.; TAKAHASHI, Y; MUKAIBO, T., Thermal conductivity of ThO₂-UO₂ system. **J. Nucl. Sci. Technol.** v. 6, n.3, p.22-25, 1969.

OGATA, K.; SEVERO, B. Engenharia de controle moderno. In:_____. **Modelagem matemática de sistemas dinâmicas**. 3. ed. Rio de Janeiro: Prentice-Hall, Cap. 2 a 4, p. 10-174, 1998. ©

Özişik, M. N. **Heat conduction**. 2. ed. Raleigh: Wiley-Interscience, p. 571-616, 1993.

PANIAGUA, G.; DÉNOS, R. Digital compensation of pressure sensors in the time domain. **Experiments in Fluids**, v 32, p 417-424, 2002.

PARKER, W. J.; JENKINS, R. J., Thermal conductivity measurements on bismuth telluride in the presence of a 2 Mev Electron Beam. **Advanced Energy Conversion**, v. 2, p. 87-103, 1962.

PARKER, W. J.; JENKINS, R. J.; BUTLER, C. P.; ABBOTT, G. L. flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. **J. Appl. Phys.**, v. 32, n. 9, p. 1679 - 84, 1961.

PATANKAR, S. V., **Numerical heat transfer and fluid flow**. New York : Hemisphere, 1980. p. 353.

SPARROW, E. M.; HAJI-SHEIKH, A.; LUNDGREN, T. S. The Inverse problem in transiente heat conduction . **J. Appl. Mech** .v. 86 E, p. 369-375. 1964.

STOECKER, W. F. **Design of thermal systems**. 3.ed. New York : McGraw-Hill. 1989. 563 p.

STOLZ, G. JR. Numerical solutions to an inverse problem of heat conduction for simple shapes . **J. Heat Transfer**, v. 82.C, p. 20-26, 1960.

TAKAHASHI, Y. Heat capacity measurements of nuclear materials by laser flash method. **J. Nucl. Mater.** v. 51, p.17-23, 1974. ©

TAKAHASHI, Y.; MURABAYASHI, M., Measurement of thermal properties of nuclear materials by laser flash method. **Nucl. Sci. Technol.** v. 12, n. 3, 133-144, 1975.

TAKAHASHI, Y.; WESTRUM, E. F.;JR. Glassy carbon, low-temperature thermodynamic properties. **J. Chem. Thermodynamics**. v. 2, p. 847-54, 1970.

TAYLOR, R. E. Heat pulse thermal diffusivity measurements. School of Mechanical Engineering, Purdue University, West Lafayette, Indiana - PRL 154 [s. n.], 1978. 60p.

TAYLOR, R. E.; CAPE, J. A. Finite pulse-time effects in the flash diffusivity technique. **J. Appl. Phys. Lett.** v. 5, n. 10, p. 212-213, 1964.

TYE, R. P. **Thermal conductivity**. London : Academic Press, v. 2, p.185 – 239, 1969.

WATT, D. A., Theory of thermal diffusivity by pulse technique. **Brit. J. Appl. Phys.**, v..17, p. 231-39, 1966.