RBAV Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo https://doi.org/10.17563/rbav.v43.i1.1247

Projeto, modelagem e construção de forno a vácuo com temperatura controlada

Design, modeling and construction of a temperature-controlled vacuum furnace

André Gustavo Lima Caetano[1], Luciana Reyes Pires Kassab[2,*], Francisco Tadeu Degasperi[3,4]

1. Universidade Estadual de Campinas – Faculdade de Engenharia Mecânica – Campinas (SP), Brasil.

2. Faculdade de Tecnologia de São Paulo – Departamento de Ensino Geral – São Paulo (SP), Brasil.

3. Faculdade de Tecnologia de São Paulo – Departamento de Sistemas Eletrônicos – São Paulo (SP), Brasil.

4. Centro Paula Souza – Unidade de Pós-Graduação, Extensão e Pesquisa – Programa de Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos – São Paulo (SP), Brasil.

Autor correspondente: a203994@dac.unicamp.br

Editora de seção: Luciana Rossino

Recebido: 13 Fev, 2024 **Aprovado:** 09 Jun, 2024

RESUMO

O trabalho apresenta uma investigação que engloba o conceito, o desenvolvimento e a matematização de um sistema de forno a vácuo com controle de temperatura em função do tempo. O projeto visa a possibilidade de alcançar uma ampla gama de temperaturas a partir da temperatura ambiente em um curto período de tempo, tendo como base do forno um dispositivo mecânico. Para efetivar a elevação da temperatura do sistema a partir da temperatura inicial para a temperatura desejada, um resistor helicoidal de tungstênio é empregado internamente no forno. O resistor tem uma geometria de configuração helicoidal que desempenha o papel de componente de aquecimento do sistema. O forno foi construído com o propósito de tratar filmes finos de carbono produzidos por meio da técnica de sputtering, com intuito de produzir grafeno de camada única de forma homogênea. Para efetuar o aquecimento do sistema, aproveitou-se um fenômeno físico que utiliza ondas eletromagnéticas emitidas pelo resistor para propagar o calor pelo sistema. Por meio do cálculo prévio das características das ondas eletromagnéticas, o aquecimento é induzido, uma vez que essas ondas podem se propagar mesmo em condições de vácuo (radiação). O processo de aquecimento inicia quando esse componente é submetido a uma potência específica, representando a energia irradiada por segundo. A taxa de variação da temperatura em relação ao tempo foi formulada matematicamente, representada graficamente por meio de simulações e modelagens numéricas, e validada experimentalmente para verificar a conformidade do modelo, assegurando sua precisão. Adicionalmente, é relevante salientar que, embora existam diversos dispositivos de aquecimento (fornos), era essencial conduzir um estudo específico de um dispositivo capaz de realizar um trabalho eficaz em termos de tratamento de filmes finos, com a capacidade de alcançar temperaturas desejadas em curtos intervalos de tempo, com a atmosfera controlada tanto na pressão como na composição. Este trabalho mostra o roteiro para a construção de um forno a vácuo para uso em pesquisa (pequena dimensão). O forno a vácuo construído apresentou resultados suficientes para o tratamento térmico de pequenas porções de materiais, com o controle da temperatura, com todas as etapas importantes para sua construção e caracterização consideradas em detalhe, com ampla discussão.

PALAVRAS-CHAVE: Vácuo, Forno, Aquecimento, Radiação, Sputtering, Grafeno, Filmes finos.

ABSTRACT

The work presents an investigation that encompasses the concept, development, and mathematization of a vacuum furnace system with temperature control as a function of time. The project aims to achieve a wide range of temperatures from room temperature in a short period of time, using a mechanical device as the

CC BY

basis of the furnace. To raise the temperature of the system from the initial temperature to the desired temperature, a helical tungsten resistor is used inside the furnace. The resistor has a helical geometry and plays the role of the system's heating component. The furnace was built to treat thin carbon films produced using the sputtering technique, with the aim of producing homogeneous single-layer graphene. To heat the system, use was made of a physical phenomenon that uses electromagnetic waves emitted by the resistor to propagate heat through the system. By pre-calculating the characteristics of electromagnetic waves, heating is induced since these waves can propagate even in vacuum conditions (radiation). The heating process begins when this component is subjected to a specific power, representing the energy radiated per second. The rate of change of temperature in relation to time was formulated mathematically, represented graphically by means of simulations and numerical modeling, and validated experimentally to verify the conformity of the model, ensuring its accuracy. In addition, it is important to note that, although there are various heating devices (furnaces), it was essential to conduct a specific study of a device capable of performing an effective job in terms of thin film treatment, with the ability to reach desired temperatures in short time intervals, with the atmosphere controlled in terms of both pressure and composition. This work shows the roadmap for the construction of a vacuum furnace for research use (small dimension). The vacuum furnace built showed sufficient results for the heat treatment of small portions of materials, with temperature control, with all the important steps for its construction and characterization considered in detail, with extensive discussion.

KEYWORDS: Vacuum, Furnace, Heating, Radiation, Sputtering, Graphene, Thin films.

INTRODUÇÃO

O objetivo deste estudo consiste em estabelecer um modelo matemático que permita o entendimento físico do forno a vácuo para seu eficaz funcionamento. Por meio deste trabalho, almeja-se ampliar as investigações no campo da transferência de calor por meio de radiação, com foco especial na análise detalhada da transferência de calor em condições de vácuo. Além disso, este trabalho visa facilitar a aplicação do dispositivo desenvolvido na área de deposições catódicas (*sputtering*) com o propósito de obter grafeno de camada única de forma homogênea.

O carbono é o principal elemento químico encontrado na biosfera, coluna vertebral da química orgânica, e praticamente compõe a base de todos os seres vivos. Cada átomo desse elemento tem a capacidade de interagir com outros quatro átomos do mesmo gênero, realizando ligações simples, duplas e triplas. Tal flexibilidade e variabilidade conferem ao carbono a existência nas formas alotrópicas: carbono amorfo, fulerenos, grafita, grafeno, nanodiamantes e nanotubo[1].

Os filmes cristalinos, como os nanotubos e o grafeno, podem ser obtidos pelos métodos de *chemical vapour deposition* (CVD) e crescimento epitaxial, processo versátil para filmes sólidos, fibras, componentes monolíticos etc. Com a técnica de CVD, pode-se fazer deposição de metais, elementos não metálicos e ainda compostos como carbonetos, nitretos, óxidos, dentre outros.

A obtenção dos produtos derivados do carbono pela técnica de *sputtering* é divulgada na literatura e pouco contida nos dados industriais de patentes. Há poucos trabalhos publicados que relatam a obtenção de grafeno utilizando a técnica de pulverização catódica.

Diante de todas as informações, foi projetado, modelado e construído o dispositivo mecânico de forno a vácuo, submetido a um aquecimento elétrico e atuante em alto-vácuo. O forno a vácuo construído tem sua câmara de vácuo, nesse projeto, com diâmetro de 200 mm e comprimento de 300 mm. Foram apresentadas as principais características da instrumentação das bombas de vácuo e também dos medidores de alto vácuo e pré-vácuo: forno a vácuo com temperatura controlada para tratamento de filmes finos de carbono. Os objetivos do trabalho são apresentar o projeto mecânico efetuado, a concepção e a efetuação da modelagem matemática, o projeto montado com o sistema de vácuo, injeção de gases e medição de pressão e temperatura e os resultados obtidos.

Referencial teórico

O referencial teórico mostra o arcabouço teórico sobre a obtenção do grafeno homogêneo de camada única, a teoria utilizada para confecção do projeto mecânico do elemento aquecedor, bem como o referencial utilizado para efetuação da modelagem matemática de vácuo e de aquecimento térmico no vácuo.

Obtenção do grafeno homogêneo de camada única

Uma das formas de tratamento e obtenção de filmes de grafeno que sejam contínuos e que ainda tenham uma única camada em filmes finos de Co ou Ni pulverizados pelo processo de deposição em substratos de safira (α-Al2O3) ou Si pode ser obtida por meio do aquecimento dos filmes em um dado intervalo de tempo, em ambiente sem adição de gases reagentes. Um fator importante para obtenção da homogeneidade do filme de grafeno de camada única não é apenas definido em função do resfriamento, mas do crescimento de grafeno homogêneo em substratos altamente cristalinos. O procedimento reportado na literatura para obtenção do grafeno por *sputtering* consiste em depositar um filme fino de Co ou Ni em substrato de safira a temperatura de 500 °C[1], conforme a Fig. 1. Na sequência, o carbono é depositado sobre o substrato que contém o filme fino de Co ou Ni para, em seguida, ser tratado em forno a vácuo utilizando o procedimento apresentado na Fig. 2. Nesse forno, após o ambiente de vácuo estar formado e controlado no interior da câmara (3,0 × 10-4 Pa), o conjunto deve ser aquecido a temperatura de 750 a 800 °C em aproximadamente 1 min e 30 s. O tratamento térmico é então feito por um período de 5 a 10 min. Por fim, efetua-se o resfriamento rápido (1° C/min), com a quebra do vácuo utilizando gases inertes (por exemplo argônio ou nitrogênio). Assim, após todo o processo de aquecimento e resfriamento, o grafeno na superfície metálica de cobalto ou Ni é formado.

A Fig. 1 mostra a representação esquemática do processo de obtenção do grafeno e a Fig. 2 mostra o perfil de temperatura no tempo, com a rampa de temperatura, a estabilização da temperatura e o resfriamento proposto.

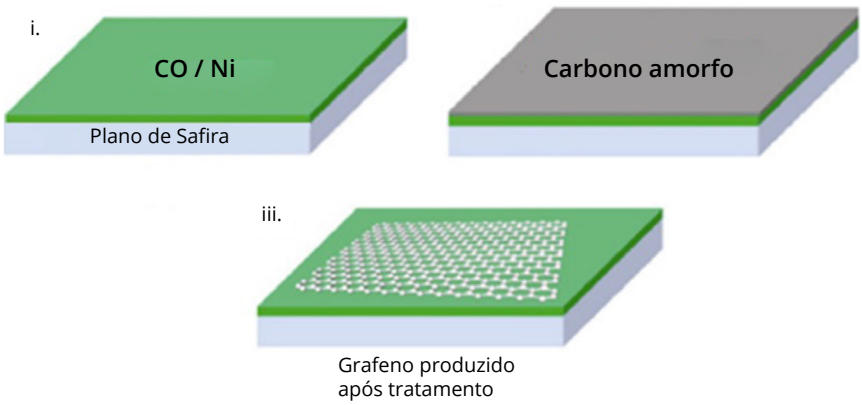

Figura 1: Passos do processo de obtenção do grafeno.

Fonte: Adaptada de Orofeo et al.[1].

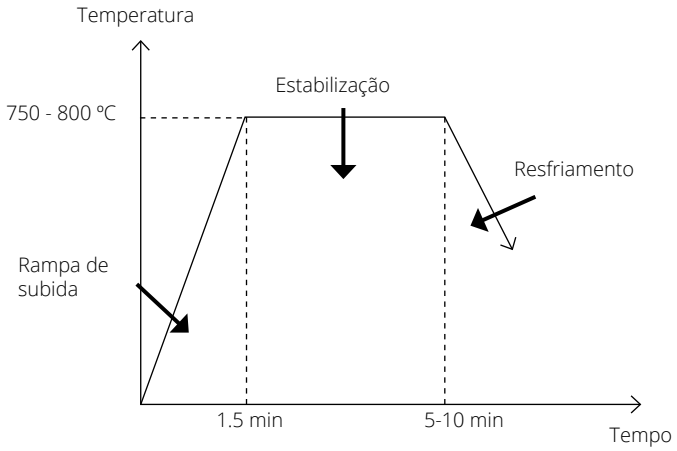

Figura 2: Perfil da temperatura em função do tempo no forno a vácuo, detalhando o aumento de temperatura, a estabilização e o resfriamento do forno a vácuo.

Fonte: Adaptada de Orofeo et al.[1].

Projeto mecânico do forno

Materiais metálicos de alta resistência ao calor, com padrões específicos de dilatação térmica e de condução térmica, são utilizados para confecção das partes estruturais do forno, considerando materiais adequados para operar em alto vácuo e que não afetem a amostra obtida. As peças do projeto foram usinadas em aço inoxidável AISI 304L, uma liga que apresenta propriedades físico-químicas superiores aos aços comuns. Elementos de liga presentes, em particular o cromo, conferem excelente resistência à corrosão quando comparados com os aços carbono. O cromo é um dos elementos presentes em uma liga ferro-carbono que resulta em um aço inoxidável que oxida em contato com os átomos de oxigênio presentes no ar, acarretando a formação de uma camada/película fina e estável denominada óxido de cromo (Cr2O3). Essa camada é denominada camada passiva e tem como função proteger a superfície do aço contra processos corrosivos. Os benefícios da escolha desse material são[2]:

1. Resistência a altas temperaturas: a temperatura final pretendida neste trabalho atinge 1.273 K (1.000 °C) em pequenos intervalos de tempo; a escolha do material se deu devido a sua resistência térmica.
2. Resistência mecânica: não ocorrem esforços e cargas no projeto, mas, mesmo assim, a resistência mecânica é uma propriedade importante no caso de eventual impacto indesejado.
3. Resistência às variações bruscas de temperatura: ocorrem altas variações de temperatura e ensaios consecutivos, o que torna a escolha do material mais próxima do ideal, visando a exequibilidade.
4. Relação custo/benefício de fabricação: viável e de baixo custo, sem considerar o sistema de bombeamento de alto vácuo, com bomba turbomolecular. A bomba de alto vácuo pode ser considerada uma bomba difusora com anteparo.

Elemento aquecedor

A transferência de energia térmica entre corpos pode ocorrer de três formas: condução, convecção e irradiação[3]. A convecção e a condução nos gases dependem da densidade e da pressão do gás, porém, a radiação pode ocorrer em vácuo. Considerando o aquecimento da amostra a ser tratada termicamente, seu aquecimento se dá essencialmente por condução térmica, uma vez que a amostra está em contato direto com o elemento superior do forno (mesa porta amostra). Considerando a transmissão de calor no forno para as paredes da câmara de vácuo, essa ocorre essencialmente por radiação, uma vez que a pressão da câmara de vácuo é da ordem de 10^{-6} mbar.

Um resistor é um dispositivo que transforma energia elétrica em térmica, fenômeno esse que ocorre devido ao efeito Joule[4]. A energia elétrica consumida pelo forno é aquela transferida para a estrutura mecânica do forno que pode ser expressa como:

$$\Delta E = m.c.\Delta T \tag{1}$$

sendo m = massa do forno (kg), c = calor específico do material do forno ($J.kg^{-1}.K$-1),e ΔT = variação de temperatura do forno (K).

Uma das considerações essenciais ao escolher um resistor é a temperatura à qual o material será exposto. Nesse sentido, um dispositivo resistivo submetido a temperaturas elevadas deve ser fabricado a partir de um material capaz de resistir a essas condições térmicas, sem liberar material que possa contaminar a amostra a ser trabalhada. Nesse sentido, o sistema de vácuo deve ser inicialmente trabalhado para obter a desgaseificação, essencialmente com nitrogênio, para que não contamine as amostras produzidas. Dessa forma, a limpeza e o condicionamento da câmara de vácuo devem obedecer às técnicas consagradas em alto vácuo. Um componente resistivo (filamento), quando incandescente, emite radiação eletromagnética, que é a forma de transmissão de calor por radiação. A escolha do filamento com uso do tungstênio (W) se deve à capacidade desse metal de suportar altas temperaturas e à relativa facilidade de obtenção no mercado. Entre os metais homogêneos, o tungstênio tem o mais elevado ponto de fusão, atingindo 3.625 K, além de apresentar a menor pressão de vapor e a maior resistência à tração. Essas propriedades físicas fazem com que o tungstênio seja o material ideal para construção de filamentos. A Fig. 3 ilustra um filamento de tungstênio em estado incandescente quando submetido a altas temperaturas, mostrando sua capacidade de emitir luz visível a partir do calor gerado devido à passagem de corrente elétrica.

Figura 3: Filamento incandescente em formato helicoidal.
Fonte: UOL. Mundo Educação[5].

Com a potência elétrica transformada em energia térmica, tem-se a Eq. 2 como base do funcionamento do forno neste trabalho[4]:

$$P = m \cdot c \cdot \frac{dT}{dt} = \frac{dE}{dt} \tag{2}$$

sendo P = potência elétrica dissipada (W), dE = variação da energia do forno (J) e dt = variação do tempo (s).

Considerando que o fornecimento de energia para o forno é de origem elétrica, tem-se a Eq. 3:

$$P(t) = \lim_{\Delta t \to 0} \frac{\Delta E}{\Delta t} = \frac{dE}{dt} = m \cdot c \cdot \frac{dT}{dt} = V(t) \cdot i(t) \tag{3}$$

sendo $V(t)$ = diferença de potencial elétrico (V) e $i(t)$ = corrente elétrica (A).

A transferência de calor via radiação pode ocorrer mesmo na inexistência de um meio material (vácuo). Trata-se da energia emitida por uma matéria com temperatura superior a 0 K. A taxa de transferência de calor por radiação por uma superfície envolve fatores como emissividade da superfície emissora de radiação, área da superfície emissora, temperatura da superfície e a constante de Stefan-Boltzmann. A próxima equação descreve a potência térmica irradiada na totalidade da área do corpo radiante[3]:

$$Q_{rad} = \varepsilon \, \sigma \, As \cdot T^4 \tag{4}$$

sendo Q_{rad} = potência términa radiante do corpo (W), ε = coeficiente de corpo negro, σ = constante de Stefan-Boltzmann ~ $5{,}67.10^{-8}$ ($W.m^{-2}.K4$), A_s = área da superfície do corpo radiante (m^2) e T = temperatura da superfície do corpo radiante (K).

Tecnologia do vácuo

Considerando que o processo de aquecimento para formação do grafeno pode ser afetado pela atmosfera circundante do gás da câmara de vácuo, procura-se realizar o processo em vácuo, dessa forma diminuindo substancialmente tanto a densidade dos gases envolventes à amostra quanto a composição gasosa. Pode-se, até mesmo antes do processo de aquecimento, ao realizar o vácuo, introduzir concomitantemente um gás inerte (nitrogênio ou argônio) para manter a pressão residual da câmara de vácuo, reduzindo substancialmente a interferência da atmosfera na composição e formação da amostra trabalhada. Assim, são apresentados os principais fatores que envolvem a realização do vácuo no forno[6]:

1. Remoção de eventuais gases prejudiciais presentes na atmosfera da câmara de vácuo para efetuação do tratamento térmico. A remoção se dá para que os gases não reajam com a amostra tratada na superfície do forno.
2. Diminuição da transferência de calor por condução e por convecção ao redor do forno, ocasionada pela diminuição da quantidade de fluídos gasosos no ambiente, de tal forma que tendam a um valor insignificante, centralizando, assim, toda a parte do aquecimento do resistor para o forno no fenômeno de irradiação térmica.
3. Remoção de vapores ou gases absorvidos e obtenção de superfícies limpas e desgaseificadas, evitando, por consequência, a interação ou a contaminação da amostra.

Alguns pontos devem ser considerados para que o sistema de vácuo e o tratamento térmico tenham êxito em suas finalidades[6]:

1. A pressão de trabalho pretendida deve ser atingida e apenas os gases admitidos devem estar no sistema durante o processo para que não ocorra interferência no tratamento.
2. As condutâncias e a velocidade efetiva de bombeamento devem ser previstas.

3. Devem-se escolher as bombas de vácuo, dos sensores de pressão e dos componentes auxiliares conforme o trabalho executado.
4. Processos/procedimentos de limpeza e de condicionamento do sistema de vácuo devem ocorrer antes e após o trabalho.

É necessário dimensionar a capacidade das bombas de vácuo a partir da identificação da quantidade de gases e vapores que devem assim ser bombeados[6].

O processo de bombeamento pode ser descrito pela principal equação utilizada na modelagem dos sistemas de vácuo, por intermédio da abordagem discreta, a equação fundamental para o processo de bombeamento em vácuo – E_{PBV}[6].

$$V_{cv}\frac{dp_{CV}(t)}{dt} = -S_{ef}.p_{CV}(t) + \sum_{i=1}^{n} Q_i \tag{5}$$

sendo V_{CV} = volume (volume disponível para o gás)da câmara de vácuo, S_{ef} = velocidade efetiva de bombeamento, $p_{CV}(t)$ = pressão na câmara de vácuo e $\sum_{i=1}^{n} Q_i$ = taxa de transferência de gás (*throughputs*) da totalidade das possíveis fontes de gases.

As fontes de gases e vapores internos dos sistemas podem ser representadas pela expressão que define o Q_{total}[6]:

$$Q_{total} = \sum_{i=1}^{n} Q_i = Q_{VR} + Q_{VV} + Q_{Vap} + Q_{Sub} + Q_{Deg} + Q_{Perm} + Q_{FBV} + Q_{GP} + Q_{IC} \tag{6}$$

sendo *QVR* = taxa de transferência de gás (TTG) do vazamento, Q_{Vap} = TTG da vaporização, Q_{Deg} = TTG da degaseificação, Q_{FBV} = TTG da fonte gasosa da câmara, Q_{IC} = TTG da injeção controlada, Q_{VV} = TTG do vazamento virtual, Q_{Sub} = TTG da sublimação, Q_{Perm} = TTG da permeação, Q_{GP} = TTG dos gases e vapores de processo e Q_{total} = TTG das fontes de gases presentes.

A velocidade efetiva de bombeamento é descrita na seguinte expressão[6]:

$$S_{ef} = \frac{S_{bv} \cdot C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} \tag{Eq.7}$$

sendo S_{bv} = velocidade de bombeamento da bomba de vácuo e C_{Total} = conduntância da linha de bombeamento.

Utilizando os recursos citados nas equações, é possível realizar o controle do sistema de vácuo no qual o forno será submetido ao aquecimento.

Modelagem físico-matemática

A modelagem físico-matemática tem como objetivo explicar matematicamente situações do cotidiano das mais diferentes áreas do conhecimento. Por meio da modelagem, selecionam-se, primeiramente, os problemas e desses emergem os conteúdos matemáticos de modo a resolvê-los. A descrição dos procedimentos da modelagem pode ser observada em uma subdivisão em alguns passos de forma resumida (Fig. 4)[7].

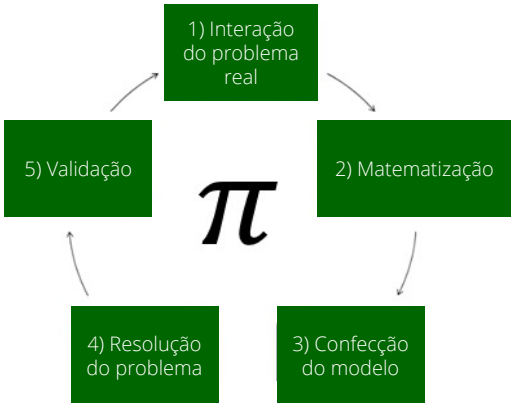

Figura 4: Procedimentos de modelagem matemática.
Fonte: Adaptada de Griffin e Higham[8].

A sistematização dos procedimentos de modelagem físico-matemática ocorre da seguinte forma[7]:

1. Interação com o problema real, passo em que o pesquisador se inteira dos detalhes do fenômeno que quer modelar/descrever.
2. Matematização, passo em que o pesquisador começa a utilizar a notação desses detalhes entendidos na interação com o problema.
3. Confecção do modelo, passo em que o pesquisador confecciona seu modelo conforme a teoria pertinente.
4. Resolução do problema, passo em que o pesquisador encontra a solução para seu problema, seja analítica ou numérica.
5. Validação, passo em que o pesquisador compara os resultados experimentais com seu modelo físico matemático, visando a validação. A validação é a etapa em que se comparam os resultados com o modelo. Logo, se não se chegar ao resultado que tenha aderência entre a modelagem e os dados experimentais, deve-se reformar a modelagem físico-matemática, introduzindo novos detalhes antes não considerados.

MÉTODOS

Este tópico tem o intuito de mostrar o passo a passo do desenvolvimento do trabalho: projeto, desenhos de detalhes das partes do forno a vácuo, usinagem e montagem do forno; confecção do dispositivo aquecedor do forno; modelagem matemática do aquecimento do forno no tempo; e montagem final do forno e testes preliminares.

Projeto, usinagem e montagem

O arranjo mecânico foi projetado e confeccionado em aço inoxidável 304L, como mostra a Fig. 5, sendo:

1. Corpo superior do forno, constituído de elementos de aço inoxidável AISI 304L e elementos normalizados para fixação; trata-se do local em que a amostra é posta, logo, é o corpo submetido à energia térmica (de origem do resistor elétrico em formato de hélice).
2. Sistema aquecedor, constituído de uma hélice de tungstênio, tubos de cerâmica (tubos em verde) para isolamento elétrico e por elementos normalizados para fixação; trata-se do conjunto responsável por efetuar o aquecimento e o isolamento elétrico do resistor.
3. Corpo inferior de base, constituído de elementos de aço inoxidável AISI 304L, elementos normalizados para fixação e tubos de cerâmica para isolamento elétrico (tubos em verde); é a parte responsável por fornecer estrutura aos demais subconjuntos.

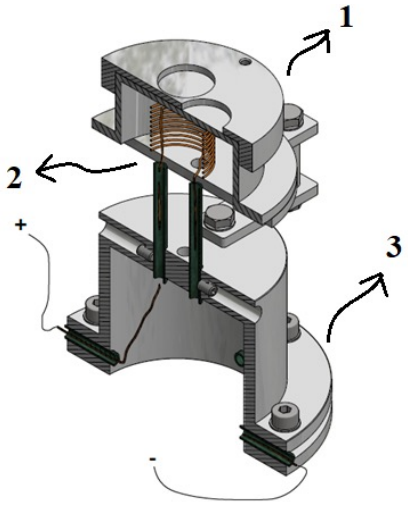

Figura 5: Vista de corte em perspectiva do forno elétrico.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Na Fig. 6, pode-se ver tanto os desenhos do forno elétrico quanto uma fotografia do forno elétrico construído. As dimensões máximas do forno são 80 mm de diâmetro e 110 mm de altura.

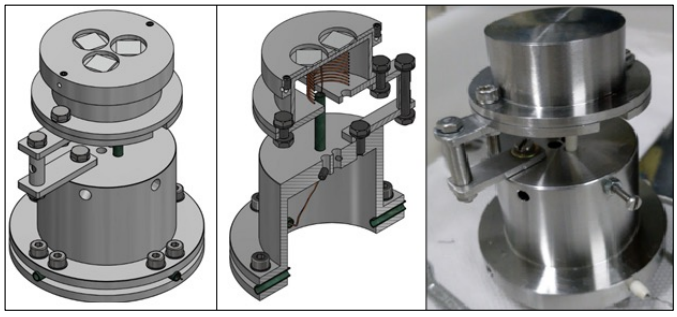

Figura 6: Projeto modelado em computador e componente real.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Confecção do sistema aquecedor

O processo de conformação mecânica do resistor foi feito a frio e manualmente, tendo como base um corpo de um eixo roscado para transpassar o fio em torno de um perfil no qual a helicoide se forma. A Fig. 7 apresenta um resistor ilustrado.

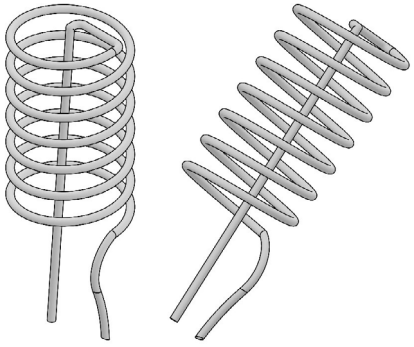

Figura 7: Fio de tungstênio em formato helicoidal.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Para o aquecimento, é necessário que ocorra a alimentação elétrica do resistor. Diversos resistores foram confeccionados de forma manual e de diferentes diâmetros de fios de tungstênio. Tratando-se dos resistores, foram conformadas helicoides com dimensões de aproximadamente 20 mm de diâmetro externo por 40 mm de comprimento.

Foi utilizado um flange com bastões de cobre para alimentar o sistema aquecedor. O flange, na tecnologia do vácuo, é um componente muito importante, utilizado no fim de um tubo para conectar câmaras de vácuo, tubulações e bombas de vácuo umas às outras, além de ser a sede da vedação do sistema de vácuo (fato esse necessário para a obtenção do alto vácuo). Em sistemas que requerem alto vácuo, os flanges de vácuo são indispensáveis. No caso vigente do forno, foi preciso um flange que vedasse o sistema e permitisse a passagem da alimentação elétrica internamente (bastões de cobre). Normalmente, os flanges são confeccionados de aços inoxidáveis, mas para melhor adequação no projeto, esse flange, em especial, foi construído de cloreto de vinila (material polimérico isolante elétrico), para não haver contato elétrico (curto-circuito) entre a alimentação com os demais componentes. Em construções futuras de flanges com isolação elétrica, será utilizado o material polimérico Teflon. A Fig. 8 mostra esse detalhe construtivo.

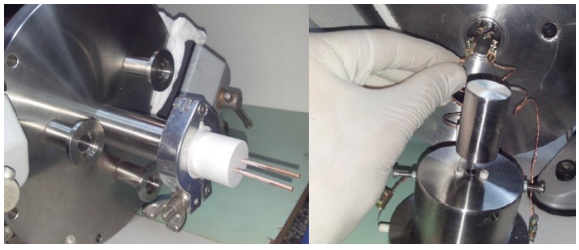

Figura 8: Montagem da alimentação.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Modelagem matemática do aquecimento no tempo

Para descrever em detalhes suficientes o aquecimento, é necessária a construção de um modelo físico-matemático que descreva o fenômeno de aquecimento no tempo. A Fig. 9 descreve o processo de aquecimento do forno e facilita a iniciação da construção do modelo em que há o corpo aquecido (1), o resistor (2) e o fenômeno de irradiação (3).

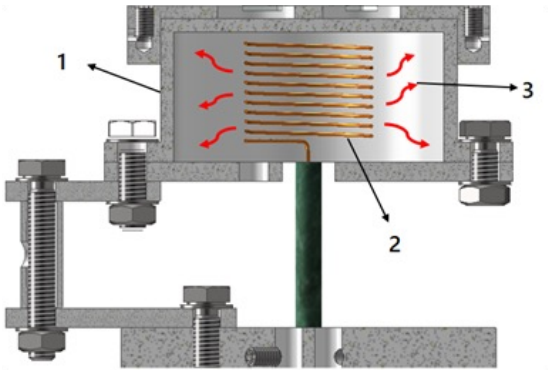

Figura 9: Figura descritiva do aquecimento.
Fonte: Elaborada pelos autores.

O modelo físico-matemático desenvolvido a seguir visa determinar as potências de funcionamento ao qual o dispositivo aquecedor (resistor) deve ser submetido. Para isso, um pouco mais de interação do problema é necessário, para que se possa executar a matematização dos fenômenos internos de aquecimento. A resistência elétrica inerente ao resistor de tungstênio resulta na geração de calor quando uma corrente elétrica o atravessa. No entanto, para garantir o aquecimento eficaz dos componentes dentro do forno, é necessário assegurar que a potência elétrica aplicada ao resistor seja superior à potência irradiada ($P_{elé} > P_i$), uma vez que há perdas de calor pelos contatos elétricos), sob a forma de radiação eletromagnética, para o aquecimento do forno que, por sua vez, aquecerá a amostra por condução térmica.

O processo de aquecimento implica a manutenção de um equilíbrio entre a potência de entrada (representada pela potência elétrica fornecida ao resistor) e a potência de saída (representada pela potência irradiada). Com o propósito de alcançar o objetivo de aquecer os componentes do forno, é imperativo que a potência elétrica fornecida ao resistor seja suficiente para suprir a energia decorrente da radiação térmica, conforme teoria apresentada anteriormente, levando-se em conta o calor transmitido por condução pelos extremos do resistor. A temperatura e a potência fornecidas ao resistor devem ser medidas, monitoradas e reguladas para assim alcançar as condições desejadas de aquecimento dentro do forno.

Quando o resistor é aquecido, a radiação eletromagnética produzida é decorrente do fenômeno de radiação de um corpo negro. A potência irradiada pode ser descrita conforme a Eq. 8:

$$P_i(t) = \sigma\, \varepsilon\, A_s \left[T_c(t)^4 - T_{amb}{}^4\right] \tag{8}$$

sendo $P_i(t)$ = potência elétrica irradiada pelo resistor (W), A_s = área superficial do resistor (m^2), $T_c(t)$ = temperatura do corpo do forno (K) e T_{amb} = temperatura do ambiente (K).

A partir da Eq. 8, trabalhando as equações anteriores, é possível criar um modelo físico-matemático que guie a observação do fenômeno de transferência de calor no vácuo. O modelo foi criado considerando que o único fenômeno relevante de transferência de calor seria o fenômeno de radiação, já que no limite as funções de transferência de calor por convecção e por condução no ambiente de vácuo tendem a 0, ou seja, assumem valores desprezíveis no sistema fechado. Também foi desprezada a transferência de calor por condução dos suportes do corpo do forno: no lugar da,

$$\rho_c \cdot V_c \cdot c_c \frac{dT_c(t)}{dt} = P_{elé}(t) - \sigma\, \varepsilon\, A_s\left[T_c(t)^4 - T_{amb}{}^4\right] \tag{9}$$

sendo ρ_c = densidade do material do corpo superior do forno aquecido, V_c = volume do corpo, c_c =calor específico do material do corpo e $dT_c(t)/dt$ = variação da temperatura do corpo no tempo.

Montagem final do forno no sistema de vácuo

O sistema de vácuo completo do forno a vácuo é mostrado esquematicamente na Fig. 10.

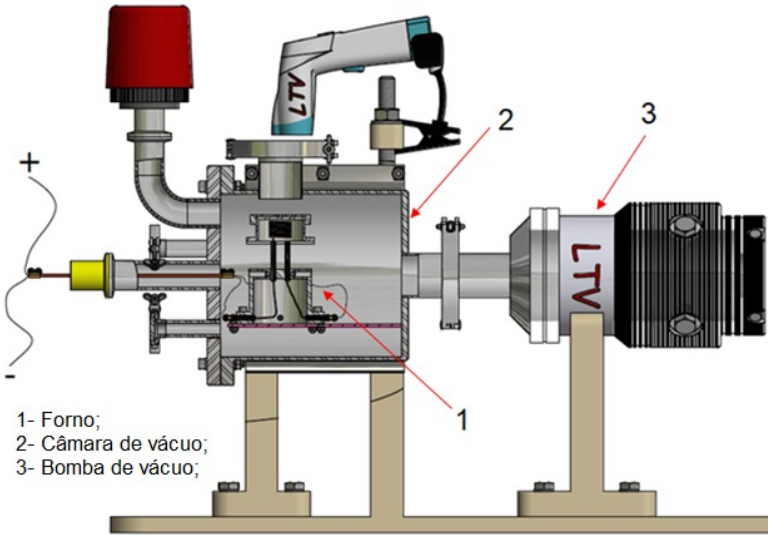

Figura 10: Desenho de montagem completo.

Fonte: Elaborada pelos autores.

Na Fig. 11, é mostrado o sistema de vácuo construído e montado no Laboratório de Tecnologia do Vácuo (LTV) da Faculdade de Tecnologia de São Paulo (FATEC-SP). No lado esquerdo, pode-se observar o forno montado com a alimentação elétrica juntamente com os medidores de temperatura (termopares) e, no lado direito, o forno a vácuo com o sistema de bombeamento de vácuo.

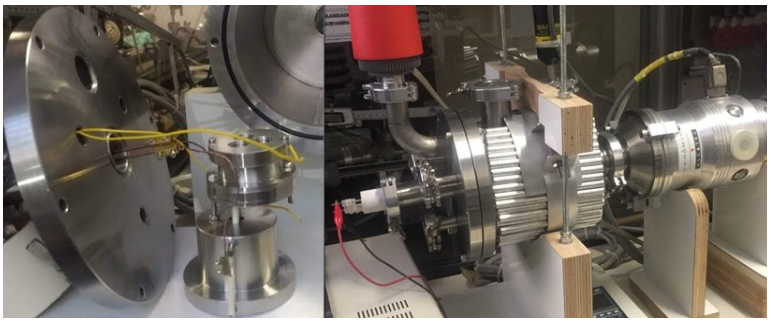

Figura 11: Forno a vácuo.

Fonte: Elaborada pelos autores.

O acoplamento do forno a vácuo junto à câmara de vácuo seguiu o desenho de montagem do sistema (Fig. 10), contendo câmara de vácuo, bombas (mecânica de palheta de duplo estágio e bomba de alto vácuo *turbodrag*), conexões e elementos de vácuo em geral, medidores de pressão e temperatura, injetores de gases etc. Poderia ter sido instalada, também, uma bomba de alto vácuo turbomolecular. A escolha de materiais foi feita considerando poder atingir em torno de 10^{-6} mbar; porém, para esse trabalho, espera-se a pressão de 10^{-5} mbar, pressão essa suficiente para desconsiderar a troca de calor por condução e convecção do forno para as paredes da câmara de vácuo. O sistema de vácuo utilizado é ilustrado esquematicamente na Fig. 12.

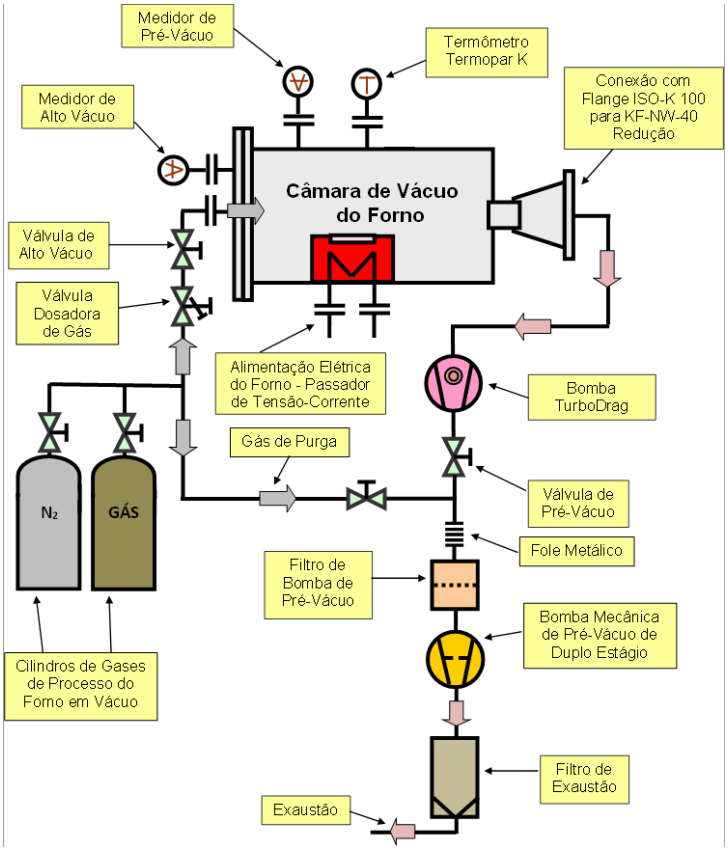

Figura 12: Sistema de vácuo utilizado.

Fonte: Elaborada pelos autores.

RESULTADOS

Este tópico de resultados tem o intuito de mostrar os resultados obtidos no decorrer do trabalho. Dentre os resultados obtidos, eis os principais: desenvolvimento analítico da modelagem físico matemática; solução numérica obtida da modelagem físico matemática; teste de desempenho do sistema de vácuo; e teste de aquecimento do forno elétrico.

Desenvolvimento analítico da modelagem físico matemática

Trabalhando com as Eqs. 8 e 9, é possível iniciar o desenvolvimento analítico da modelagem físico-matemática com:

$$\rho_c \cdot V_c \cdot c_c \frac{dT_c(t)}{dt} = P_{elé}(t) - \sigma\, \varepsilon\, A_s\left[T_c(t)^4 - {T_{amb}}^4\right]$$

considerando que $P_{elé}$ imposto ao forno elétrico seja constante:

$$\frac{\rho_c\, V_c\, c_c}{P_{elé} \;-\; \sigma\, \varepsilon\, A_s\left[{T_c}^4 - {T_{amb}}^4\right]} dT_c = dt \tag{10}$$

Integrando ambos os membros da equação, sendo *tp* o tempo de processo, tem-se

$$\int_0^{tp} dt = \int_{T_{amb}}^{T_{cp}} \frac{\rho_c\, V_c\, c_c}{P_{elé} \;-\; \sigma\, \varepsilon\, A_s\left[{T_c}^4 - {T_{amb}}^4\right]}\, dT_c \tag{11}$$

Considera-se a obtenção da solução do problema para uma potência constante que eleve a temperatura do corpo desde a temperatura ambiente até a temperatura final desejada (temperatura de processo *tp*). Dessa forma, tem-se a resolução analítica do problema:

$$t \Big|_{0}^{tp} = \theta \left[\varepsilon \cdot \ln\left(\frac{T_c(t) - \sqrt[4]{Y}}{T_{amb} - \sqrt[4]{Y}}\right) + \varphi \cdot \ln\left(\frac{T_c(t) + \sqrt[4]{Y}}{T_{amb} + \sqrt[4]{Y}}\right) + \omega \left\{ \tan^{-1}\left(\frac{T_c(t)}{\sqrt[2]{Y}}\right) - \tan^{-1}\left(\frac{T_{amb}}{\sqrt[2]{Y}}\right) \right\} \right] \quad (12)$$

sendo as seguintes constantes: $\theta = (-\rho_c V_c c_c)(\sigma \varepsilon A_s)^{-1}$, $Y = P_{elé\text{-}cte} \cdot (\sigma \varepsilon A_s)^{-1} + T_{amb}^{\ 4}$,visto que $P_{elé\text{-}cte}$ é a potência elétrica constante fornecida ao forno, $\varepsilon = \left(4\sqrt[4]{Y^3}\right)^{-1}$, $\varphi = \left(4\sqrt[4]{Y^3}\right)^{-1}$ e $\omega = \left(2\sqrt[2]{Y}\right)^{-1}$.

A solução obtida é expressa na forma implícita e, para determinar a temperatura do corpo do forno, deve ser realizado o cálculo numérico para obtenção da solução.

Após o aquecimento, a temperatura deve se manter estável, portanto (no equilíbrio de temperatura), a derivada da temperatura do corpo no tempo igual a 0, $dT_c(t)/dt = 0$. A Fig. 13 mostra o gráfico da curva da Eq. 12.

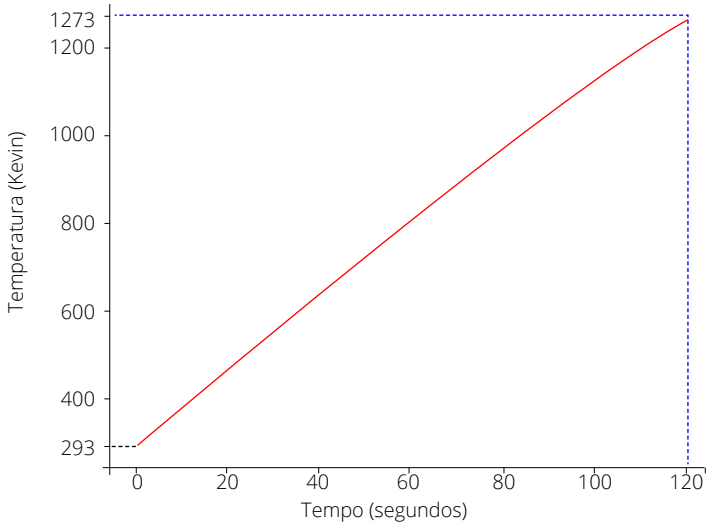

Figura 13: Variação da temperatura no tempo do forno a vácuo.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Solução numérica da modelagem físico matemática

O modelo físico-matemático, além de resolvido analiticamente, pôde ser resolvido numericamente. Foi utilizado o método de aproximações de soluções de equações diferenciais ordinárias, o Runge-Kutta de quarta ordem (RK4). Esse método resolve problemas com valor inicial determinado e especificado, como $\frac{dy}{dt} = f(t,y), y(t_0) = y_0$, mediante a seguinte expressão[8]:

$$y_{n+1} = y_n + \frac{1}{6}h(k_1 + 2k_2 + 2k_3 + k_4) \text{ e } t_{n+1} = t_n + h$$

Tem-se que, no método RK4, o valor de y_{n+1} é obtido por essa expressão, com os seguintes valores de constantes definidos a seguir:

$$k_1 = f(t_n, y_n), k_2 = f\left(t_n + \frac{h}{2}, y_n + \frac{h}{2}k_1\right), k_3 = f\left(t_n + \frac{h}{2}, y_n + \frac{h}{2}k_2\right) \text{ e } k_4 = f(t_n + h,\ y_n + h\,k_3)$$

Resumindo, entende-se que, pelo método de RK4, o valor consecutivo de y_{n+1} sempre é calculado a partir do valor de y_n acrescido da multiplicação do passo do intervalo (*h*) e de uma inclinação pretendida/aferida. A inclinação da curva da temperatura do corpo no tempo – I_c – nada mais é do que a média ponderada das diferentes inclinações[8]:

$$I_c = \frac{k_1 + 2k_2 + 2k_3 + k_4}{6}$$

Aplicando o método RK4, é possível calcular os valores necessários para se construir a curva dos resultados da temperatura em função do tempo. Os dados encontrados podem ser visualizados na Tabela 1, a partir da temperatura inicial de 293 K (temperatura tomada como temperatura ambiente) e do tempo de intervalo de 120 s.

Tabela 1: Dados parciais para construção da curva de aquecimento via RK4.

I	t_n	T_n	t_{n+1}	k_1	k_2	k_3	k_4
0	0.0	293.00	2.97E+02	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00
1	0.5	297.39	3.02E+02	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00
2	1.0	301.78	3.06E+02	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00
3	1.5	306.17	3.11E+02	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00	8.78E+00
...							
238	119.0	1255.07	1.26E+03	6.31E+00	6.31E+00	6.31E+00	6.31E+00
239	119.5	1258.23	1.26E+03	6.29E+00	6.29E+00	6.29E+00	6.29E+00
240	120.0	1261.37	1.26E+03	6.26E+00	6.26E+00	6.26E+00	6.26E+00

Fonte: Elaborada pelos autores.

A Fig. 14 apresenta o gráfico da curva da temperatura em função do tempo a partir do método RK4, para uma potência elétrica inicial de 450 W ($P_{elé\text{-}cte}$), num domínio de D = 0,120 s. Observa-se que a variação da temperatura do tempo no forno a vácuo é aproximadamente linear, como exigido no projeto especificado para o tratamento térmico do material.

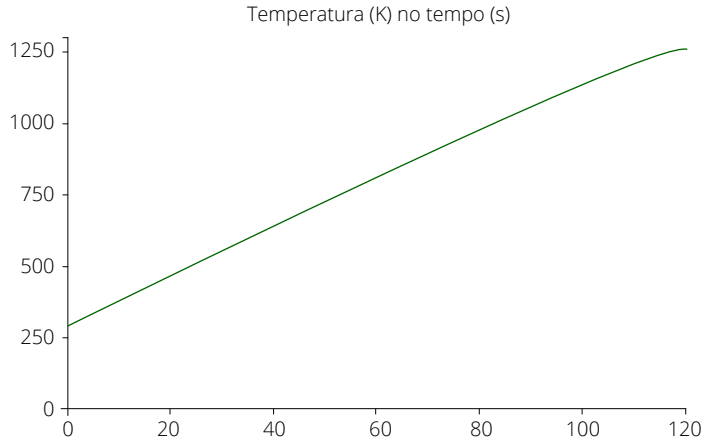

Figura 14: Crescimento da temperatura no tempo pelo método de RK4.

Fonte: Elaborada pelos autores.

Estabelecimento da temperatura constante

Após a elevação da temperatura no tempo, para manter a temperatura constante, a diminuição de potência elétrica deve ser aplicada ao forno, isto é, igualando a potência de alimentação do forno e a potência irradiada. Para que isso ocorra, a derivada da temperatura do corpo no tempo deve ser igual a 0, ou seja, $dT_c(t)/dt = 0$. Conforme abordado, para a construção do gráfico da Fig. 14, usou-se a potência de 450 W. Para efetuação do estabelecimento da temperatura constante, após a obtenção da temperatura pretendida, a potência elétrica deve ser igualada à potência irradiada, ou seja, $P_{elé} = P_i$. Aplicando essa condição, o comportamento da temperatura em função do tempo ocorre como mostra a Fig. 15.

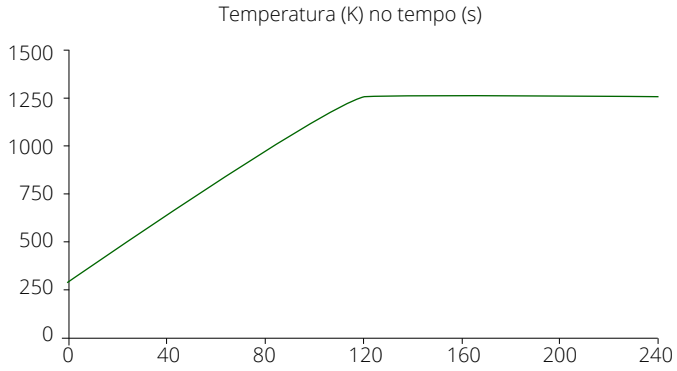

Figura 15: Crescimento da temperatura com a manutenção da curva.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Assim, vê-se que foi aplicada, inicialmente, uma potência elétrica para que houvesse o aumento da temperatura ambiente até a temperatura de 1.273 K. Em seguida, ou seja, após o tempo de 120 s, a potência fornecida ao forno deve ser diminuída para que a temperatura do forno fique constante. Esses valores foram obtidos testando várias potências elétricas fornecidas ao forno a partir das soluções matemáticas obtidas na modelagem físico-matemática do forno a vácuo, mostrando a importância da modelagem para que se possa obter os valores de potência elétrica a ser injetada no forno, a fim de alcançar os perfis de temperaturas desejados no processo.

Teste de desempenho do sistema de vácuo

Após a montagem manual e a acomodação de todos os equipamentos utilizados para alimentação elétrica, estruturação física e controle de temperatura, o forno pôde ser montado e adequado no interior da câmara de vácuo acoplada a uma bomba *turbodrag* (com uma bomba de vácuo mecânica de palhetas evacuando a exaustão da bomba *turbodrag*) e aos cilindros de gases inertes que efetuam a quebra do vácuo. A montagem completa possibilita o sistema entrar em operação.

O valor de pressão final alcançado na câmara de vácuo foi de aproximadamente 4×10^{-5} mbar em um intervalo de tempo de aproximadamente 1 min. O pequeno intervalo de tempo para obtenção da pressão de 4×10^{-5} mbar deveu-se ao uso do equipamento de bomba *turbodrag*. A Fig. 16 mostra o sistema de vácuo montado e em funcionamento. Para maior eficiência na remoção do calor das paredes da câmara de vácuo, foi instalado um ventilador para manter a temperatura das paredes da câmara de vácuo em um nível aceitável. A temperatura da parede da câmara de vácuo não pode exceder 60 ºC para não prejudicar suas vedações.

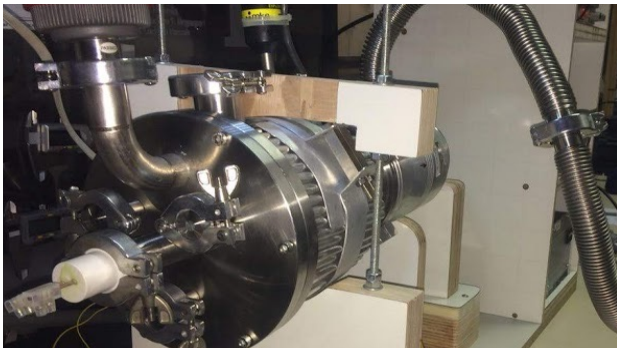

Figura 16: Sistema de vácuo montado e em funcionamento.
Fonte: Elaborada pelos autores.

Teste de aquecimento

O forno foi testado com 7 W de potência aplicada no sistema aquecedor. Constatou-se que, para essa potência, houve crescimento linear da temperatura até o valor de 463 K (190 ºC) para o tempo de 1.431 s. A Fig. 17 mostra a curva de aquecimento para 7 W de potência.

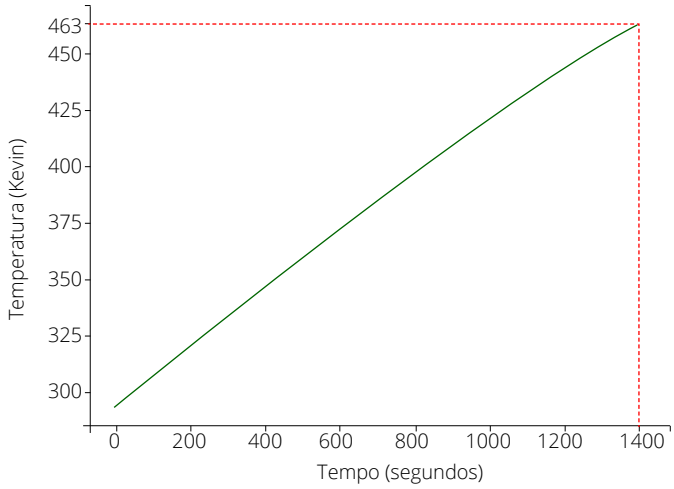

Figura 17: Gráfico de aquecimento para 7 W de potência.

Fonte: Elaborada pelos autores.

A diferença entre a temperatura calculada e a temperatura medida ($\Delta\overline{T(t)}$) com medidores de temperatura termopares (tipo K) é obtida efetuando a subtração entre os dois valores de temperatura expostos na Tabela 2.

Tabela 2: Comparação entre dados teóricos e dados experimentais.

Dados medidos	Temperatura (K)	Tempo (s)
Dados do modelo - $T(t)_{modelo}$	465	1.431
Dados medidos -$T(t)_{medida}$	463	1.431

Fonte: Elaborada pelos autores.

Desta forma:

$\Delta\overline{T(t)} = T(t)_{modelo} - T(t)_{medido}$ = 465 K-463 K; $\Delta\overline{T(t)}$ =2 *K*.

CONCLUSÕES

Foi possível chegar, a partir da potência de 7 W, na temperatura de 463 K no tempo de 1.431 s, aproximadamente 24 min. O modelo, no entanto, forneceu a temperatura de 465 K para o mesmo intervalo de tempo, resultando na diferença de 2 K. O teste mostra que a modelagem físico-matemática do forno a vácuo está bastante aderente aos resultados experimentais. Foi possível apresentar os principais pontos para considerar o projeto de um pequeno forno a vácuo – com dimensões da câmara de vácuo, nesse projeto, de diâmetro de 200 mm e comprimento de 300 mm. Foram apresentadas as principais características da instrumentação das bombas de vácuo e também dos medidores de alto vácuo e pré-vácuo. Os materiais que compõem o forno a vácuo foram apresentados tanto do corpo do forno como dos isoladores elétricos, assim como do resistor elétrico.

Adicionais e trabalhos futuros

Novos testes de aquecimento com valores maiores de temperatura serão efetuados. O forno será utilizado para estudos em tratamentos de filmes finos de carbono visando a obtenção do grafeno homogêneo de camada única em uma parceria do LTV do Departamento de Sistemas Eletrônicos (DSE) e do Laboratório de Tecnologia em Materiais Fotônicos e Optoeletrônicos (LTFMO) do Departamento de Ensino Geral (DEG), ambos da FATEC-SP, do Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza (CEETEPS). Nos trabalhos futuros podem ser injetados vários gases no processo para verificar o desempenho dos resultados.

CC BY

CONFLITOS DE INTERESSE

Os autores declaram que não há conflitos de interesses.

CONTRIBUIÇÕES DOS AUTORES

Contextualização: Kassab LRP e Degasperi FT; **Metodologia:** Caetano AGL e Degasperi FT; **Pesquisa:** Caetano AG, Degasperi FT e Kassab LRP; **Recursos:** Degasperi FT; **Supervisão:** Degasperi FT e Kassab LRP; **Redação:** Caetano AGL, Degasperi FT e Kassab LRP; **Aprovação Final:** Caetano AGL, Degasperi FT e Kassab LRP.

DECLARAÇÃO DE DISPONIBILIDADE DE DADOS

Todos os conjuntos de dados foram gerados ou analisados no estudo atual.

FINANCIAMENTO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico ROR
Processo no: 305745/2023-9

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FATEC-SP pelo apoio a este trabalho.

REFERENCES

1. Orofeo C, Ago H, Hu B, Tsuji M. Synthesis of large area, homogeneous, single layer graphene films by annealing amorphous carbon on Co and Ni. Nano Res. 2011;4:531-40. https://doi.org/10.1007/s12274-011-0109-x
2. Sander Inox. Aço inoxidável. 2018. Disponível em: http://www.sanderinox.com.br/inox.
3. Inclopera FP, Dewitt DP. Fundamentos de transferência de calor e massa. 8 ed. Rio de Janeiro: LTC Editora; 2019.
4. Halliday R. Fundamentos de física – Gravitação, ondas e termodinâmica. Vol. 2, 12 ed. Rio de Janeiro: LTC Editora; 2023.
5. UOL. Mundo Educação. Resistência elétrica e temperatura. 2017. Disponível em: https://mundoeducacao.uol.com.br/fisica/resistencia-eletrica-temperatura.htm
6. Degasperi FT. Modelagem e análise detalhadas de sistemas de vácuo (dissertação de mestrado). Campinas: Universidade Estadual de Campinas; 2002. https://doi.org/10.47749/T/UNICAMP.2002.272549
7. Medeiros R, Coutinho E. Ajustes de curvas e modelagem populacional. In: XVI Encontro de Modelagem Computacional, IV Encontro de Ciência e Tecnologia de Materiais, III Encontro Regional de Matemática Aplicada e Computacional. Ilhéus: LNCC; 2013.
8. Griffin FD, Higham J. Numerical methods for ordinary differential equations – Initial value problems. Ohio: Springer; 2010.