

Medidas de difusividade térmica de materiais em pó via técnica fotoacústica da defasagem dos dois feixes

Thermal diffusivity measurement of powder materials via photoacoustic two-beam phase-lag technique

RESUMO

Os métodos fotoacústicos vêm sendo cada vez mais utilizados para a obtenção de propriedades térmicas e ópticas de materiais sólidos. Esse trabalho tem como objetivo a implementação da técnica fotoacústica da defasagem dos dois feixes no Laboratório multidisciplinar de Propriedades Termo-Ópticas (LAPTO) para determinação da difusividade térmica de materiais na forma em pó. Neste contexto, foi desenvolvido um porta-amostra capaz de alocar amostras de materiais em pó e que correspondesse as exigências do modelo teórico do método fotoacústico aplicado. Os valores medidos da difusividade térmica para o quartzo, cobre e ferro foram de $(0,006 \pm 0,001)$ cm^2/s , $(1,175 \pm 0,001)$ cm^2/s , $(0,226 \pm 0,001)$ cm^2/s , respectivamente. Estes valores concordam com dados da literatura para estes materiais.

PALAVRAS-CHAVE: Fase. Defasagem. Quartzo. Cobre Ferro.

Mariana de Magalhães Moia
marianamoia@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

Daniele Toniolo Dias
danieletdias@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

Vinícius Mariani Lenart
vmilenart@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



ABSTRACT

Photoacoustic methods have been increasingly used to obtain thermal and optical properties of solid materials. This work aims to implement the photoacoustic two-beam phase-lag technique in the multidisciplinary Laboratory of Thermo-Optical Properties (LATOP) to determine the thermal diffusivity of materials in powder form. In this context, it was developed a sample holder capable of allocating samples of powder materials that corresponded to the requirements of the theoretical model of the applied photoacoustic method. The measured thermal diffusivity values for quartz, copper and iron were (0.006 ± 0.001) cm^2/s , (1.175 ± 0.001) cm^2/s , (0.226 ± 0.001) cm^2/s , respectively. These values agree with literature data for these materials.

KEYWORDS: Phase. Phase-lag. Quartz. Copper. Iron.

INTRODUÇÃO

Os métodos Fotoacústicos, por se tratarem de ensaios não destrutivos, vêm sendo muito utilizados para determinar valores de propriedades termo-ópticas de materiais [1, 2].

A técnica fotoacústica da defasagem dos dois feixes (T2F) permite a determinação da difusividade térmica (α) da amostra, um parâmetro térmico de grande interesse na ciência dos materiais. Esta técnica é comumente utilizada para a medida de materiais sólidos, uma vez que a câmara fotoacústica é vedada pela própria amostra.

A difusividade térmica é uma característica única de cada material e descreve o quão rapidamente o material reage a mudanças de temperatura. Ademais, ela está ligada ao cálculo da condutividade térmica (k), desde que a densidade (ρ) e o calor específico (c_p) do material sejam conhecidas.

A determinação do valor da difusividade térmica é relevante, visto que alterações microestruturais (como deslocamento, grau de cristalinidade, adição de impurezas, poros, entre outras) afetam diretamente a difusão do calor.

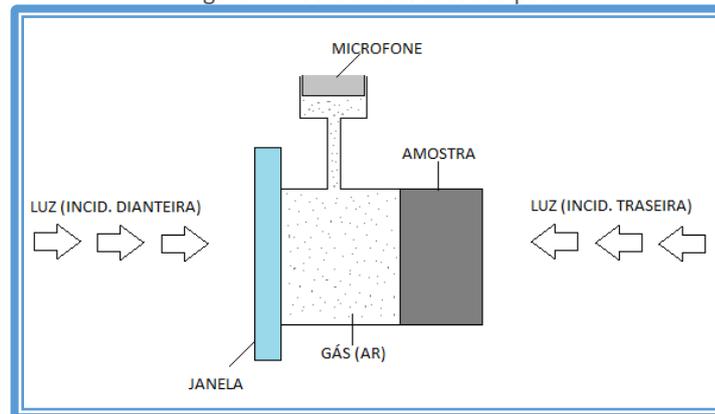
A T2F anteriormente implementada no Laboratório Multidisciplinar de Propriedades Termo-Ópticas (LAPTO)[3] foi aplicada em materiais sólidos [4, 5, 6]. Entretanto, uma ampliação da capacidade da técnica seria a possibilidade de ser aplicada em materiais na forma de pó.

Portanto, neste trabalho, pretende-se desenvolver um porta-amostra de acordo com o modelo teórico fotoacústico correspondente à T2F e testar em materiais padrões. Posteriormente, será possível viabilizar a medida dessa propriedade térmica em materiais inovadores como: grafeno; citrato; nióbio; compósitos puros; dopados; entre outros.

METODOLOGIA

A técnica de defasagem dos dois feixes é um método fotoacústico que consiste na incidência de luz modulada, com frequência variante, por absorção dianteira e traseira em uma célula fotoacústica, como demonstrado abaixo (figura 1).

Figura 1 – Célula Fotoacústica para T2F

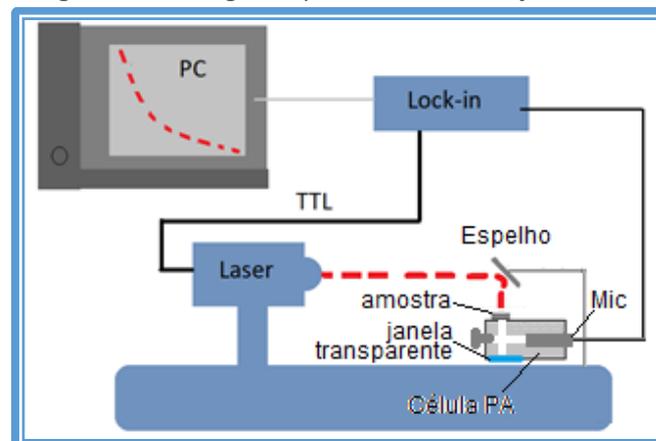


Fonte: Autorial Própria.

A amostra é colada na célula com graxa de silicone para vedação. Então, para a incidência dianteira a célula é alocada na bancada de forma a iluminar a janela de vedação (iluminação da amostra após o detector). A luz é emitida pelo laser de diodo (300 mW; 650 nm; Vermelho) modulada via TTL por um amplificador *Lock-in* (SR 830, *Stanford Research*) e direcionada para a câmara fotoacústica (PA) através da janela, incidindo sobre a amostra, como representado na figura 2. Com essa modelagem, a fase dianteira da amostra é medida. Para medir a fase traseira, a célula deve ser virada de forma que a amostra seja iluminada diretamente (iluminação da amostra antes do detector).

A absorção dessa luz pela amostra, de maneira modulada, faz com que a mesma aqueça de maneira intermitente. Então, o calor se propaga para o gás (ar) dentro da célula, dessa forma ocorre a expansão e contração do ar, causando uma variação de pressão que gera flutuações dentro da célula. Essas flutuações de pressão são captadas por um microfone (4943-L001, *Bruel&Kjaer*), e enviadas, como sinais, para o amplificador *Lock-in*. Toda a instrumentação é controlada pelo computador via linguagem *Python*.

Figura 2 – Montagem experimental. Iluminação traseira



Fonte: Autorial Própria.

Teoricamente, com as fases dianteira (Φ_F) e traseira (Φ_T), calcula-se a diferença de fase. Então, conhecendo a espessura l_S da amostra, obtém-se o coeficiente de difusão térmica da amostra (a_S) pela equação:

$$tg(\Phi_F - \Phi_T) = tgh(l_S a_S) \times tg(l_S a_S). \quad (1)$$

Conseqüentemente, torna-se possível o cálculo da difusividade térmica α :

$$\alpha = \pi f \left(\frac{1}{a_S} \right)^2. \quad (2)$$

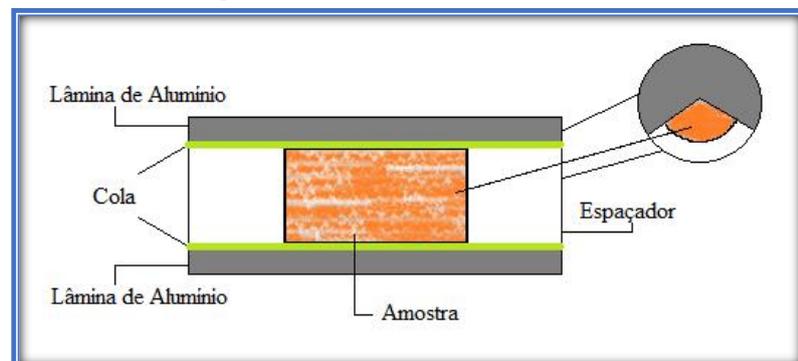
RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para que a medida da difusividade térmica na T2F seja bem-sucedida, é necessário que a cavidade acústica da célula esteja bem vedada, para que não haja interferências externas na variação de pressão. Por isso, normalmente, são medidos apenas materiais sólidos e com boa planicidade. Sendo assim, para a medição de materiais na forma em pó, é necessário desenvolver um porta-amostra capaz de alojar esses materiais e ainda, vedar a câmara PA. Portanto, o porta-amostra desenvolvido necessitou ter pelo menos uma superfície plana, para facilitar a vedação; ser fechado em todos os lados para realizar a medida do sinal dianteiro, ser leve; ter uma confecção simples; e não interferir na medida da difusividade térmica do material avaliado.

Neste trabalho, foi confeccionado um modelo de porta-amostra, demonstrado na figura 3, de acordo com as necessidades especificadas, e que também poderá ser utilizado futuramente para outros materiais porosos, líquidos ou pastosos.

O modelo criado é composto por um espaçador de papel cartão com gramatura igual a 300 g/m². E para a vedação, foi utilizado lâminas de alumínio de 10 μ m. Com essa espessura o alumínio é termicamente fino e permite que o sinal PA seja gerado no material em estudo. As camadas foram fixadas com cola acrílica da marca Loctite®. Para cada amostra medida na determinação da difusividade térmica, foi necessário a confecção de um porta-amostra. Como ele foi colado com cola acrílica, não pode ser reutilizado. Entretanto, a técnica continua sendo não destrutiva, pois garantiu-se a não contaminação da amostra.

Figura 3 – Porta-amostra desenvolvido

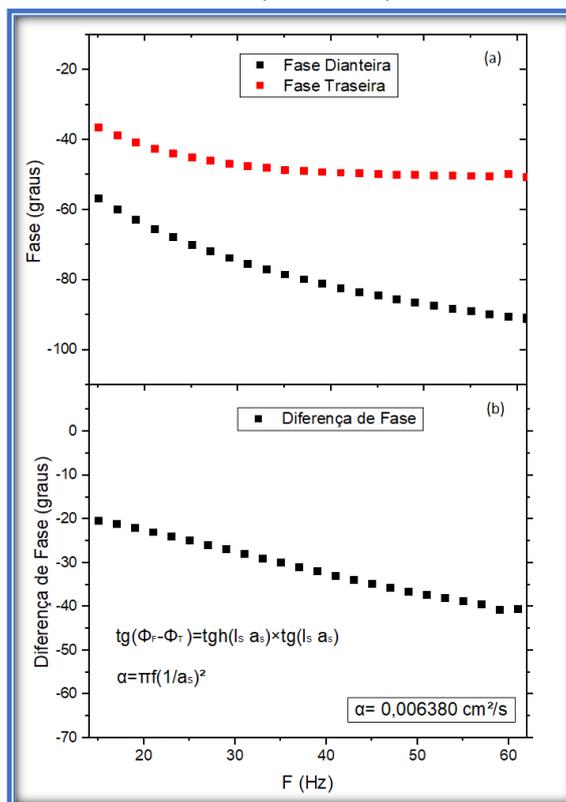


Fonte: Autoria Própria.

Para validar o método foi necessária a medida de material padrão, com propriedades conhecidas na literatura e conseqüente comparação com o dado experimental avaliando a porcentagem de erro. Sendo assim, foram realizadas medidas de varreduras de frequência dos sinais dianteiro e traseiro dos seguintes materiais: quartzo; cobre; e ferro na forma em pó.

A figura 4a apresenta as varreduras de frequência de modulação da luz de 15 Hz a 61 Hz para uma amostra de quartzo em pó, tipicamente. Com as fases dianteira e traseira medidas (figura 4a), foi possível, então, encontrar a diferença de fase e calcular a difusividade térmica α , conforme figura 4b.

Figura 4: (a) Fase dianteira e traseira (b) diferença de fase e difusividade térmica. Amostra de quartzo em pó



Fonte: Autoria Própria.

Os resultados encontrados para a difusividade térmica dos três materiais medidos utilizando os porta-amostras confeccionados estão apresentados na tabela 1, assim como valores de granulometria (mesh) e de literatura. Como pode ser observado nesta tabela o erro percentual foi pequeno e a T2F está apta para determinar a difusividade térmica de materiais inovadores em pó.

Tabela 1. Difusividade térmica de materiais em pó e comparação com literatura.

Amostra	MESH	$\alpha_{Literatura}$ [7, 8] (cm ² /s)	α_{medido} (cm ² /s)	Erro (%)
Quartzo	200	0,006289	0,006 ± 0,001	1,44
Cobre	325	1,15	1,175 ± 0,001	2,15
Ferro	350	0,226786	0,226 ± 0,001	0,36

Fonte: Autoria própria (2019).

CONCLUSÕES

A T2F se mostrou apta para a determinação da difusividade térmica de materiais na forma em pó. O percentual de erro calculado foi muito baixo para os valores medidos para o quartzo, o cobre e o ferro. Portanto os valores da difusividade térmica medida foram coerentes com a literatura. Sendo assim, a confecção do porta-amostra obteve confiabilidade e poderá ser implementado para a medida de difusividade térmica de materiais em pós usando a técnica fotoacústica da defasagem dos dois feixes. Futuramente, pode ser analisado o uso de porta-amostra para a obtenção da difusividade térmica de materiais pastosos, líquidos e porosos.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FUNTEF_UTFPR-PG e a Capes pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

[1] SOMER A.; et al. The thermoelastic bending and thermal diffusion processes influence on photoacoustic signal generation using open photoacoustic cell technique. **Journal of Applied Physics**, v.114, p.063503-1-4, 2013.

[2] DIAS, D. T.; et al. Photoacoustic spectroscopy and thermal diffusivity measurement on hydrogenated amorphous carbon thin films deposited by plasma-enhanced chemical vapor deposition. **Diamond & Related Materials**, v.48 p.1-5, 2014.

[3] MOIA, Mariana. M., et al. Aperfeiçoamento de célula fotoacústica de dois feixes para determinação de difusividade térmica de materiais. In: XXIII Seminário de Iniciação Científica e Tecnológica, Apucarana, **Anais XXIII SICITE - UTFPR**, p 1-6, 2018.

[4] DRABESKI, Regiane G. et al. Growth and characterization of SnO₂ thin films by spin coating technique. In: I Workshop on Dynamics, Control and Applications to Applied Engineering and Life Science, Ponta Grossa, **Anais I Dycaels – UTFPR**, p.1-4, 2018.

[5] DRABESKI, R. G.; DIAS, D. T.; MOIA, M. M.; SOUZA, G. B.; KUBASKI, E. T.; TEBCHERANI, S. M. Crescimento de camadas de filmes finos de SNO₂ em substrato de vidro pela técnica spin coating. In: XXI SEMANA DA FÍSICA, 2018, Ponta Grossa. **Anais XXI SEMANA DA FÍSICA - UEPG**, 2018.

[6] LENART, Vinícius M. et al. Effect of the surfactant concentration on thermal diffusivity in clay-polymer blend In: : I Workshop on Dynamics, Control and Applications to Applied Engineering and Life Science, Ponta Grossa, **Anais I Dycaels – UTFPR**, p.1-2, 2018.

[7] MatWeb, Your Source for Materials Information, 2019. Disponível em: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=9aeb83845c04c1db5126fada6f76f7e&ckck=1>. Acesso em: 31 maio 2019

[8] ROSENCWAIG, A.; GERSHO, A. Theory of the photoacoustic effect with solids. **Journal of Applied Physics** , v. 47, 1976.