

Departamento  
de Engenharia Mecânica

---

**Otimização de Equipamentos e Processos Industriais  
numa Fábrica de Materiais Cerâmicos  
Nanoestruturados**

Relatório de estágio para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia  
Mecânica

Autor

**Henrique Loureiro Pires**

Orientador

**Prof. Dr. Fernando Simões**

ISEC

**Coimbra, junho de 2017**



# Agradecimentos

---

Um especial agradecimento ao meu orientador de mestrado Prof. Doutor Fernando Simões que foi incansável no tratamento das minhas solicitações, que de uma for exemplar tomou todas as diligencias para a sua resolução.

Ao Eng. Sílvio Pratas que teve um papel fulcral na orientação do estágio na empresa, transmitindo sempre toda a sua sabedoria e experiência interminável. Sem a qual não teria desenvolvido trabalhos tão interessantes e desafiantes.

A toda a minha família pelo apoio incondicional.

A toda a equipa da Innovnano que sempre colaboraram no desenvolvimento dos meus trabalhos e a tornar a minha experiência profissional mais Humana.

A todos os meus amigos e pessoas que participaram na minha vida até agora.



## RESUMO

---

O relatório apresentado expõe o trabalho desenvolvido durante o estágio na empresa Innovnano na otimização de processos e de equipamentos industriais. Durante o tempo de estágio houve a oportunidade de identificar oportunidades de melhoria para posteriormente serem desenvolvidas e implementadas.

Após uma fase inicial de conhecimento da instalação fabril, de forma a ser compreendido o método de operação, o que permitiu logo de início um grande contacto com os equipamentos.

Deste modo, o primeiro foco de estudo e desenvolvimento incidiu na ferramenta do braço robótico. Esta ferramenta é responsável pela inserção das matérias-primas no reator e era constituída quase na sua totalidade por polímero. O desgaste deste material durante a operação e conseqüente perda de eficiência da ferramenta, foi identificado como uma oportunidade de melhoria

Após intervenção na ferramenta do braço robótico, foi avaliado o equipamento que se apresentava como o “*bottleneck*” da linha produtiva, a máquina de enchimento de emulsões. De forma a otimizar este processo, foram analisados os ciclos de enchimento e o programa do equipamento, o que permitiu serem sugeridas melhorias no funcionamento, que mais tarde foram implementadas.

Por fim, foi realizado o projeto de instalação de um ciclone, desde a parte da seleção do local de instalação, o projeto das tubagens e acessórios, caderno de encargos e acompanhamento da obra.

**Palavras-chave:** Nanomateriais; materiais cerâmicos; Instalação fabril; otimização de equipamentos.



# ABSTRACT

---

The report presents the work developed during the internship at the company Innovnano in the optimization of processes and industrial equipment. During the internship period there was the opportunity to identify improvement opportunities for further development and implementation.

After an initial phase of knowledge of the plant in order to understand the method of operation, which allowed a great deal of contact with the equipment from the outset.

The first focus of study and development focused on the robotic arm tool. This tool is responsible for the insertion of the raw materials into the reactor and was constituted almost entirely by polymer. The wear of this material during the operation and consequent loss of efficiency of the tool was identified as an opportunity for improvement

After intervention in the robotic arm tool, the equipment that presented as the bottleneck of the production line, the emulsion filling machine, was evaluated. In order to optimize this process, the filling cycles and the equipment program were analyzed, which allowed to suggest improvements in the operation, which were later implemented.

Finally, the project of installing a cyclone was carried out, from the part of the selection of the installation site, the piping and accessories design, specifications and monitoring of the work.

**Key-words:** Nanomaterials; Ceramic materials; Factory installation; Optimization of equipment.



# ÍNDICE

---

<b>Agradecimentos</b> .....	<b>iii</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÍNDICE</b> .....	<b>ix</b>
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	<b>xi</b>
<b>INDICE DE QUADROS</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABREVIATURAS</b> .....	<b>15</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
1.1. A Empresa .....	17
1.2. Nanotecnologia e Nanomateriais .....	18
1.3. Tendências do Mercado Global Face aos Nanomateriais .....	19
1.4. Motivação.....	20
1.5. Estrutura do trabalho.....	21
<b>2. Materiais nanoestruturados</b> .....	<b>23</b>
2.1. Equação de Hall-Petch.....	24
2.2. Mecanismos de deformação .....	25
2.3. Propriedades .....	27
2.4. Síntese e processamento.....	27
<b>3. Tecnologias de Síntese de Nanopartículas</b> .....	<b>31</b>
3.1. Métodos de síntese em fase sólida .....	32
3.2. Moagem mecânica .....	32
3.3. Síntese de Vapor de Sólidos .....	33
3.4. Reações no Estado Sólido.....	34
3.5. Métodos de Síntese em Fase Líquida.....	34
3.6. Síntese por Precipitação Química .....	35
3.7. Método de Síntese por Sol-Gel .....	36
3.8. Métodos de Síntese em Fase gasosa .....	36
3.9. Síntese por combustão.....	37
3.10. Síntese por Plasma Térmico.....	38
<b>4. O método da INNOVNANO: Síntese por Detonação de Emulsões</b> .....	<b>41</b>

4.1. Análise comparativa entre síntese por detonação, Sol-gel e plasma térmico.....	44
<b>5. Principais Projetos Desenvolvidos</b> .....	<b>47</b>
5.1 Introdução.....	47
5.2. Ferramenta do Robot.....	47
5.2.1. Descrição do funcionamento.....	48
5.2.2. Estudo mecânico da ferramenta atual.....	49
5.2.3. Desenvolvimento da nova ferramenta.....	51
5.2.4. Peças a maquinar.....	55
5.2.4.1. Peças a maquinar a partir de blocos.....	56
5.2.4.2. Peças a maquinar a partir de chapas.....	62
5.2.4.3. Resumo final das peças a maquinar.....	66
5.2.5. Parafusos e componentes pneumáticos.....	67
5.2.6. Validação mecânica da ferramenta do braço robótico.....	69
5.3. Otimização da máquina de enchimento.....	75
5.4. Projeto e instalação de um ciclone.....	78
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	<b>83</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>85</b>

# ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 1 - Algumas datas importantes desde a descoberta da EDSM em 2003 até o início da produção industrial na INNOVNANO .....	17
Figura 2 - Unidade de produção da INNOVNANO construída em Coimbra em 2012.....	18
Figura 3 - Mercado da Nanotecnologia e nanomateriais entre 2009-2017.....	20
Figura 4 - Modelo bidimensional de um material nanoestruturado. Os átomos nos núcleos dos cristais estão indicados a preto. Os átomos das fronteiras estão indicados a branco. ....	23
Figura 5 - Representação da variação da tensão de cedência em função do tamanho de grão em metais e ligas metálicas .....	25
Figura 6 - Escorregamento das deslocações ao longo da fronteira de grão. a) 2 Deslocações com vetor de Burgers $b_1$ e $b_2$ movem-se em direção à junção tripla. b) União e formação de nova deslocação na junção tripla, com vetor de Burgers $b_1+b_2$ . c) Escorregamento de outras 2 deslocações em direção à junção tripla. d) União das deslocações na junção tripla e formação de deslocação com vetor de Burgers $2(b_1+b_2)$ .....	27
Figura 7 - Principais métodos de fabricação de nanopartículas de óxido de metal .....	32
Figura 8 - Principais passos do método de síntese de precipitação química para a produção de nanopartículas .....	35
Figura 9 - Ilustração esquemática de um processo de síntese por combustão .....	38
Figura 10 - Visão esquemática de um processo de evaporação de plasma.....	38
Figura 11 - apresentação esquemática de processo de síntese emulsão de detonação INNOVNANO.....	41
Figura 12 - Diagrama de fases (P, T) de uma substância pura que mostra as duas vias que conduzem a um estado de vapor supersaturado: (1) arrefecimento isobárico, (2) compressão isotérmica .....	42
Figura 13 - Ferramenta do Robot existente .....	48
Figura 14 - Modelo geométrico utilizado para simulação .....	49
Figura 15 - Condições fronteira para a simulação .....	50
Figura 16 - Conjunto com malha .....	50
Figura 17 – Deslocamentos.....	51
Figura 18 - Primeira proposta da ferramenta para o braço robótico .....	52
Figura 19 - Montagem final da ferramenta do braço robótico.....	53
Figura 20 - Vista de trás da ferramenta do braço robótico .....	53
Figura 21 - Vista lateral da ferramenta do braço robótico .....	54
Figura 22 - Vista lateral frontal da ferramenta do braço robótico .....	55
Figura 23 - Modelo das peças que necessitam de ser maquinadas.....	55
Figura 24 - Montagem das peças a maquinar a partir de blocos.....	56
Figura 25 - Interface da pinça com o fio da ponte de iniciação .....	56
Figura 26 - Haste de prolongamento do cilindro de inserção das pontes de iniciação .....	57
Figura 27 - Suporte principal.....	57
Figura 28 - Bloco de aperto dos braços de colocação das fitas .....	58
Figura 29 - Bloco de suporte e afinação das ventosas .....	58
Figura 30 - Veio rotativo .....	59
Figura 31 - Braço principal .....	59
Figura 32 - Suporte dos braços das fitas .....	60
Figura 33 - Parte superior da pinça das pontes de iniciação .....	60
Figura 34 - Pino esticador das fitas .....	61
Figura 35 - Suporte do cartucho .....	61
Figura 36 - Montagem das peças a maquinar a partir de chapas.....	62

Figura 37 - Placa traseira .....	62
Figura 38 - Chapa de suporte de pontes de iniciação.....	63
Figura 39 - Calçadores das fitas .....	63
Figura 40 - Braço das fitas.....	64
Figura 41 - Chapa de fixação do cilindro das pontes .....	64
Figura 42 - Pinça inferior das pontes .....	65
Figura 43 - Suporte do bloco de apoio da ventosa .....	65
Figura 44 - Esquema de material pneumático, parafusos, chumaceiras e acoplamentos flexíveis .....	67
Figura 45 - Modelo utilizado para realizar a simulação no SolidWorks.....	70
Figura 46 - Condições fronteira .....	70
Figura 47 - Modelo com malha de 10,5mm.....	71
Figura 48 - Tensões de von Mises.....	71
Figura 49 - Deslocamentos .....	72
Figura 50 - Ferramenta do robot em produção.....	73
Figura 51 - Pormenor da zona frontal da ferramenta .....	73
Figura 52 - Pormenor da zona traseira da ferramenta .....	74
Figura 53 - Esquema da instalação do novo ciclone.....	79
Figura 54 - montagem geral da tubagem de exaustão.....	80
Figura 55 – Projeto do Subconjunto de saída do reciclone e admissão de ar fresco .....	81
Figura 56 - Subconjunto de saída do reciclone e admissão de ar fresco instalado .....	81
Figura 57 - Y de recirculação da cisterna .....	82

## INDICE DE QUADROS

---

Tabela 1 - Alguns dos métodos utilizados para produzir materiais nanocristalinos.....	28
Tabela 2 - Comparação entre os métodos de síntese de sol-gel, de plasma e de síntese de detonação de emulsões .....	44
Tabela 3 - Tabela com indicação da quantidade e massa de cada peça a maquinar .....	66
Tabela 4 - Lista de parafusos e porcas necessárias.....	68
Tabela 5 - Lista de material pneumático, chumaceiras e juntas flexíveis.....	69



# ABREVIATURAS

---

CVD - Chemical Vapor Deposition

CUF - Companhia União Fabril

EDSM – Emulsion Detonation Synthesis Method

GPSM - Gaseous Phase Synthesis Method

HEBM - High-energy Ball Milling

ISO - International Organization for Standardization

LPSM - Liquid Phase Synthesis Method

PEAD - Polietileno de Alta Densidade

PLC - Programmable Logic Controller

PVD - Physical Vapor Deposition

SPSM – Solid Phase Synthesis Method



# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. A Empresa

A INNOVNANO Materiais Avançados, S. A. faz parte da CUF, a maior empresa química em Portugal, e uma das maiores da Europa, é uma organização com décadas de experiência no desenvolvimento e comercialização de novos e eficientes processos industriais, tendo como valores fundamentais a Inovação, Competência e Desenvolvimento Pessoal como fator central para o sucesso do seu negócio. A CUF, através da INNOVNANO, pretende tornar-se à escala global nos próximos anos, uma das maiores produtoras de nanopartículas de óxido de metal, entrando assim num mercado em constante desenvolvimento e com grande potencial de crescimento económico.

Conforme esquematizado na figura 1, a CUF iniciou a incursão nos nanomateriais, em 2003, com a descoberta de uma nova tecnologia, chamada de método de síntese por detonação de emulsões (EDSM). O InnovProcess surgiu na ideia de conjugar a flexibilidade de formulação de explosivos de emulsões de água em óleo, com as elevadíssimas pressões (30.000 a 100.000 bar) e temperaturas (800 a 4000°C), que se geram durante a reação de detonação, como um novo método de síntese de materiais. As elevadas pressões são um dos principais fatores, que contribuem para a singularidade das propriedades (mecânicas, elétricas, magnéticas) das nanopartículas.

Entre 2004 e 2009, a INNOVNANO dedica-se principalmente à pesquisa e desenvolvimento de seu novo processo de síntese. O objetivo ao longo destes seis anos foi avaliar o potencial da EDSM, em particular, o tipo de materiais que são possíveis sintetizar, o tipo de precursores, a sua validação e a otimização do módulo produtivo piloto, a fim de tirar o máximo partido das vantagens inerentes ao processo, minimizando as suas desvantagens, quando comparadas com os métodos de síntese de nanopartículas existentes. Este procedimento de investigação rendeu a submissão de seis patentes em todo o mundo, quatro das quais já foram concedidas.

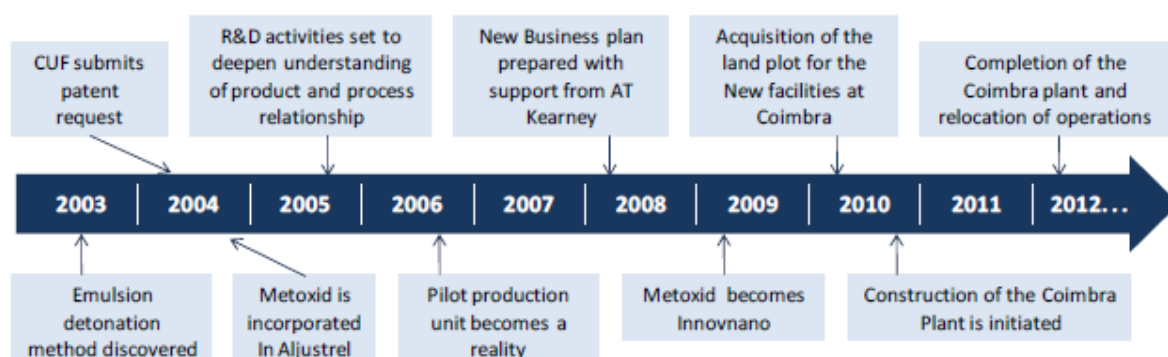


Figura 1 - Algumas datas importantes desde a descoberta da EDSM em 2003 até o início da produção industrial na INNOVNANO

Como a única empresa em Portugal que está dedicada à produção em grande escala de nanopartículas, a INNOVNANO fabrica uma gama diversificada de pós nanoestruturados de

óxido de metal, incluindo uma gama estabilizada com ítria  $ZrO_2$  (2YSZ, 3YSZ, 4YSZ e 8YSZ),  $MgAl_2O_4$ ,  $LiMn_2O_4$ ,  $MgO$ ,  $SiO_2$  e  $ZnO$ .

A família de zircónia (zircónia tetragonal ou cúbica) obtidas através deste processo, pode ser aplicada no sector automóvel em sensores de oxigénio para sistemas de escape, ao passo que o óxido de zinco é empregue na cosmética (proteção solar) e na eletrónica (LCD e luzes LED). As aplicações mais comuns destas nanopartículas são no sector da energia, da aeronáutica, do ambiente, da medicina e da cerâmica estrutural. No sector da cerâmica estrutural, os nanomateriais têm aplicação em maquinaria da indústria aeroespacial ou na biomedicina – neste caso, em próteses dentárias, da anca ou joelho.

A construção do novo centro de produção em Coimbra em 2012 de design modular (fig. 2), permite a INNOVNANO expandir a produção até 1000 toneladas por ano.



Figura 2 - Unidade de produção da INNOVNANO construída em Coimbra em 2012

As instalações da INNOVNANO são constituídas por três edifícios: Portaria, Edifício Sede e Módulo I. Este último edifício é considerado a Unidade de Produção e a designação do mesmo (Módulo I) deve-se às expectativas que a empresa tem para um futuro próximo, em aumentar a sua produção construindo mais unidades de fabrico.

A empresa comercializa preferencialmente para exportação, e é por esse motivo que, com o objetivo de estabelecer relações entre os clientes e a empresa, a sede do Diretor de Vendas & Marketing, situa-se em Brighton, Inglaterra.

## 1.2. Nanotecnologia e Nanomateriais

Os nanomateriais enfrentaram um rápido desenvolvimento nos últimos anos devido às suas potenciais aplicações para uma ampla gama de áreas tecnológicas, tais como a eletrónica, cerâmica, catálise, cosméticos, etc. Os Materiais em escala nanométrica são conhecidos por possuir propriedades ou combinação de propriedades distintas inusitadas e interessantes relativamente os materiais micro e submicrométricos, tais como é exemplo o aumento da resistência mecânica, difusividade melhorada, maior calor específico e resistividade elétrica. Estas melhorias nas propriedades dos materiais levaram a uma maior interação entre

pesquisadores de diferentes áreas, como física, química, mecânica e ciência dos materiais ou até mesmo biologia e medicina.

Várias sugestões relativas à definição da nanoescala têm sido nos últimos anos propostos entre os especialistas em nanotecnologia, sem, contudo, se atingir um consenso total. Com a intenção de resolver este problema, a Comissão Europeia publicou em 2011 um documento de recomendação sobre a definição de nanomaterial. De acordo com a definição, nanomaterial diz respeito a materiais naturais, incidentais ou fabricados existindo, num estado desagregado, na forma de um agregado ou de um aglomerado e onde, 50% ou mais das partículas (em número), apresentem uma ou mais dimensões externas inferiores a 100  $\mu\text{m}$ .

Os nanomateriais podem ser classificados em materiais nanocristalinos e nanopartículas. Os primeiros são materiais a granel policristalinos, cujo tamanho de grão é na gama dos nanómetros, enquanto as nanopartículas refere-se a partículas ultrafinas com diâmetros com pelo menos uma dimensão abaixo de 100  $\mu\text{m}$ . As nanopartículas são geralmente considerados como os blocos de construção de materiais nanocristalinos a granel.

### 1.3 Tendências do Mercado Global Face aos Nanomateriais

De acordo com pesquisa realizada pelo Abercade Consulting Company, a maior parte na estrutura da produção mercantil nanopós pertence a nanopartículas de óxido de metal que constituem cerca de 80% do volume do mercado nanopós, enquanto a percentagem de pó de metal fino é da ordem de 15%. Óxidos metálicos e misturas complexas estão disponíveis no mercado em quantidades limitadas (aproximadamente 5%).

Geograficamente, a produção de nanopós no mundo está distribuída de forma desigual em todo os países. Apenas países desenvolvidos industrialmente estão agora a produzir nanomateriais em quantidades comercialmente razoáveis. A maioria dos países produtores dependem fortemente da importação de matérias-primas. Muitos países, como o Brasil, África do Sul, Rússia e Austrália são grandes produtores de matérias-primas, mas eles não produzem nanopartículas em quantidades substanciais. Em contraste, Estados Unidos produzem a maior parte deles em quantidades suficientes para satisfazer as suas próprias necessidades sendo responsável por mais de 50% da produção nanopós. Produtores europeus de nanopós tem um défice de produção para o nível nacional de consumo e da produção de alguns pós especiais que se tornam cada vez mais importante ou é inexistente ou mínimo. Como resultado, os consumidores europeus têm de importar grandes quantidades de vários nanopós da América do Norte e na Ásia.

Apesar da condição relativamente frágil da economia global nos últimos anos, o mercado de produtos nanotecnológicos tem vindo a crescer, e quase duplicou entre 2009 e 2012, de 11,7 para 20,8 bilhões de dólares dos EUA, conforme ilustra a figura 6. No início de cada ano, o

Fundo Monetário Internacional expressou no seu World Economic Outlook Update (23 de janeiro de 2013) uma previsão otimista de que a economia mundial continuará a crescer e evitar uma recessão global. Tendo em conta as tendências económicas globais, trabalhos de pesquisa recentes estimam o crescimento acentuado nos próximos anos do mercado mundial para produtos da nanotecnologia, atingindo 26,7 US bilhões de dólares em 2015 e 50,9 US bilhão de dólares em 2017, com uma taxa de crescimento anual composta (CAGR) de 18,7 % a partir de 2012 até 2017. Estes valores do mercado consideram nanomateriais (nanopartículas, nanotubos, materiais nanoestruturados, em nanoescala filmes finos e nanocompósitos), nanotools (ferramentas nanolitografia e sondas de varredura microscópios) e nanodispositivos (nanosensores e nanoelectrónica).

Especificamente, os nanomateriais são responsáveis por mais de 76% do mercado de produtos da nanotecnologia, estando prevista uma tendência de mercado semelhante com um aumento de 15,9 para 37,3 bilhões de dólares dos EUA com um CAGR semelhante (18,6%).

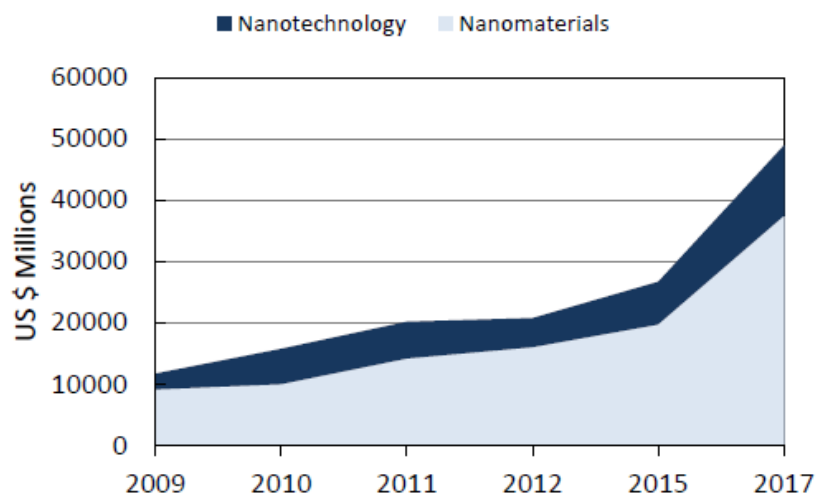


Figura 3 - Mercado da Nanotecnologia e nanomateriais entre 2009-2017

À medida que o mercado para as nanopartículas expande, vários esforços têm sido feitos de modo a industrializar a produção de nanopartículas. Tecnologias de produção existentes estão sendo continuamente refinadas e novos processos de síntese desenvolvidos.

#### 1.4. Motivação

Este trabalho foi realizado no âmbito do Mestrado em Engenharia Mecânica no ramo de Equipamentos e Sistemas Mecânicos.

Todo o trabalho desenvolvido neste estágio foi numa perspetiva de inovação e desenvolvimento devido às características únicas do processo industrial decorrentes na empresa acolhedora, devido a esta singularidade do processo industrial, a maioria dos equipamentos não são comerciais sendo desenvolvidos pela empresa e para a empresa, não existindo nenhuma fábrica com características semelhantes no mercado, como tal os seus equipamentos estão ainda a sofrer grande desenvolvimento e necessidades de melhoria, quer a nível operativo quer a nível de conceção.

## 1.5. Estrutura do trabalho

Este documento encontra-se dividido em duas partes principais, uma primeira, onde é descrito todo o trabalho de pesquisa bibliográfica e enquadramento da empresa e uma breve descrição do seu processo, e uma segunda, onde os projetos e trabalhos efetuados são descritos. Assim, segue-se uma breve passagem por todos os capítulos.

Capítulo 2. É feita uma revisão bibliográfica sobre o tipo de materiais produzidos pela empresa.

Capítulo 3. São apresentados vários métodos de síntese de materiais cerâmicos.

Capítulo 4. É apresentado o método de síntese utilizado pela Innovnano.

Capítulo 5. Neste capítulo são abordados os projetos realizado no âmbito do estágio.



## 2. Materiais nanoestruturados

---

De acordo com Suryanarayana um material é nanocristalino quando o tamanho das cristalites que o constituem é da ordem dos nanómetros, independentemente do material ser monofásico ou constituído por diferentes fases. Os materiais nanocristalinos podem ser formados por cristalites equiaxiais (3 dimensões), por cristalites sob a forma de filamentos “nanotubos” (2 dimensões) ou ainda por cristalites dispostas em camadas nanoestruturadas (1 dimensão). Gleiter acrescenta ainda à classificação anterior os nanomateriais formados por cristalites nanométricas isoladas (0 dimensões). Em qualquer dos casos é de consenso geral considerar que as cristalites não deverão exceder os 100  $\mu\text{m}$  para os materiais serem considerados nanométricos. No caso de excederem esse valor, Kumar et al designam o grão como cristalite ultrafina se este está compreendido entre 100  $\mu\text{m}$  e 1000  $\mu\text{m}$  e microcristalite quando o tamanho excede 1  $\mu\text{m}$ . Nos materiais nanocristalinos (vulgarmente também designados por nanomateriais ou nanoestruturas) as fases existentes poderão ser cristalinas, quase-cristalinas ou amorfas, possuindo em qualquer um dos casos elevado volume de átomos na interface, comparativamente com o volume total do grão. Calcula-se que a fração de átomos na fronteira de grão é de aproximadamente 3% para um grão de 100  $\mu\text{m}$ , 30% para um grão de 10  $\mu\text{m}$  e 50 % para um grão de 5  $\mu\text{m}$ .

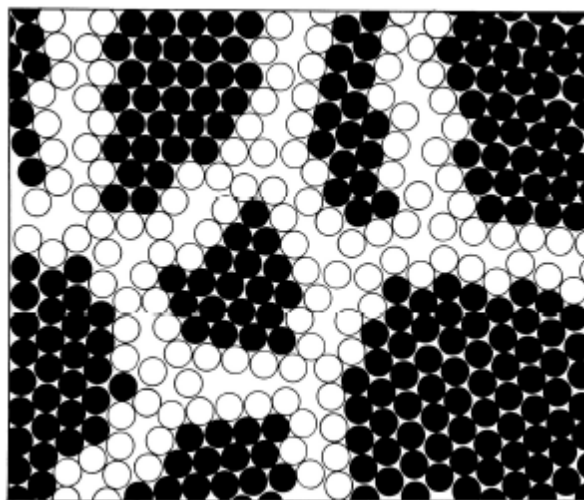


Figura 4 - Modelo bidimensional de um material nanoestruturado. Os átomos nos núcleos dos cristais estão indicados a preto. Os átomos das fronteiras estão indicados a branco.

Nos primeiros estudos sobre nanomateriais pensava-se que a fronteira de grão era uma região com elevada desordem atômica, assemelhando-se a uma camada amorfa. Contudo, estudos

recentes provam o contrário, sendo possível observar em microscopia eletrónica de transmissão de alta resolução a organização atómica característica dos materiais cristalinos na fronteira.

A alta densidade de fronteiras de grão funciona como regulador da deformação e desta forma os mecanismos de deformação tradicionais são atenuados ou mesmo inibidos, conferindo assim novas propriedades aos materiais nanoestruturados. Pode-se dizer que os metais nanocristalinos tendem a tornar-se resistentes, duros e tenazes, enquanto os cerâmicos tendem a deformar-se mais facilmente.

## 2.1. Equação de Hall-Petch

A variação da resistência ou da dureza com o tamanho de grão é classicamente traduzida pela equação de Hall-Petch.

$$\sigma = \sigma_0 + K_y \cdot d^{-1/2} \quad (\text{eq.1}) \quad H = H_0 + K_H \cdot d^{-1/2} \quad (\text{eq.2})$$

$\sigma$ - Tensão

$\sigma_0$ - Tensão para movimentar uma deslocação

$K_y$ - Constante característica

$d$ - Tamanho de grão

$H$ - Dureza

$H_0$ - Dureza de um grão de tamanho infinito

$K_H$ - Constante característica

$d$ - Tamanho de grão

Estas equações assentam no pressuposto do aumento da tensão ou dureza ser devido ao acumular de deslocações no interior do grão, gerando por este motivo tensões internas que eventualmente induzem a formação de novas deslocações em grãos adjacentes. À medida que diminui o tamanho de grão a tensão ou dureza aumentam, contudo, verifica-se em muitos metais e especialmente em ligas intermetálicas que a redução do grão abaixo de determinado valor induz o efeito inverso, isto é: a redução da tensão ou dureza. Este fenómeno é designado por relação anormal ou relação inversa da equação de Hall-Petch. Tal como se exemplifica na figura 5 para o caso da tensão, o declive da mantêm-se constante até tamanhos de grão da ordem dos 100  $\mu\text{m}$  (respeita a eq. de Hall-Petch), para valores inferiores o declive diminui

evidenciando que as fronteiras de grão tornam-se um obstáculo menos difícil de transpor (eq. de Hall-Petch com algum desfasamento). Refinamentos de grão maiores podem implicar a inversão no declive da equação de Hall-Petch indicando que os mecanismos que regulam a deformação são completamente diferentes a partir deste momento (sem validade a eq. de Hall-Petch). O valor de tamanho de grão para o qual ocorre as alterações no declive da curva varia consoante os trabalhos analisados, admitindo-se que este facto está relacionado com os materiais estudados e com as técnicas de produção dos nanocristais.

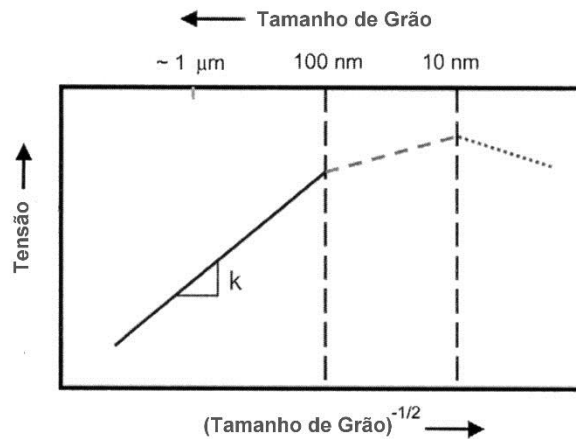


Figura 5 - Representação da variação da tensão de cedência em função do tamanho de grão em metais e ligas metálicas

Parece lógico admitir que os fundamentos que sustentam a equação de Hall-Petch devem, tal como realmente acontece, em determinadas circunstâncias deixarem de ser válidos atendendo a algumas características próprias dos nanomateriais, nomeadamente:

- Os grãos nanométricos podem suportar um número muito restrito de deslocações;
- A elevada densidade de fronteiras bem como o elevado volume de átomos pertencentes à interface;
- Os defeitos dos nanomateriais são substancialmente diferentes dos materiais com grão micrométrico.

Importa então nesta altura indagar quais os mecanismos principais de deformação em nanomateriais.

## 2.2. Mecanismos de deformação

Nos grãos micrométricos a deformação assenta no escorregamento da rede de deslocações formada, atuando as fronteiras de grão como obstáculos efetivos à deformação. No caso dos nanomateriais o refinamento do grão impede o acumular de deslocações, tomando as fronteiras um importante papel no controlo da deformação. Parece assim evidente que à

medida que diminui o tamanho de grão os mecanismos que regulam a deformação do material resultam da competição entre a deformação por escorregamento da rede de deslocações e a deformação controlada pelas fronteiras de grão. Segundo esta perspectiva, as fronteiras de grão assumem o papel principal como mecanismo de deformação quando se está perante nanoestruturas.

Nos materiais nanoestruturados as junções triplas, que são as regiões da fronteira de grão onde se intersectam três ou mais cristais vizinhos, têm um papel importante na deformação. De acordo com a maioria dos modelos propostos para a deformação dos nanomateriais, os principais mecanismos que contribuem para a deformação são os seguintes:

- 1- Nos materiais nanoestruturados as junções triplas, que são as regiões da fronteira de grão onde se intersectam três ou mais cristais vizinhos, têm um papel importante na deformação. De acordo com a maioria dos modelos propostos para a deformação dos nanomateriais, os principais mecanismos que contribuem para a deformação são os seguintes: Escorregamento da fronteira de grão.
- 2- Difusão controlada nas fronteiras de grão (coble creep).

I. A. Ovid'ko acresce os mecanismos de deformação mencionados um mecanismo designado por deformação rotacional baseado na deformação provocada pelo desalinhamento entre fragmentos do mesmo grão.

Y. Estrin et al estudaram a difusão controlada (coble creep) concluindo que a deformação plástica resultante deste fenómeno têm origem no aumento do fluxo de átomos que cruzam as fronteiras de grão.

As junções triplas são reconhecidas como regiões de concentração de defeitos, possuindo estrutura e propriedades diferentes das restantes zonas de interface. O coeficiente de difusão nestas regiões excede largamente o coeficiente de difusão na restante interface e por este motivo são os locais preferenciais de nucleação de novas fases segregadas, sendo também uma fonte preferencial de produção de deslocações. A aplicação de tensão num material nanocristalino tem como efeito o escorregamento das deslocações ao longo da fronteira de grão até estas serem paradas e unidas nas junções triplas. Este processo efetuado repetidas vezes conduz ao aumento do vetor de Burgers, conforme se encontra apresentado e explicado na figura 6, de tal forma que é gerada uma microfissura como resposta à concentração de tensões. Por outro lado, o elevado coeficiente de difusão das fronteiras de grão funciona como antagonista à formação de microfissuras pois a difusão ajuda a aniquilar pares de deslocações. Neste contexto, as junções triplas desempenham um papel contraditório, pois se por um lado

funcionam como obstáculo ao escorregamento da fronteira de grão, simultaneamente atuam como fator catalisador da deformação devido à elevada difusão gerada.

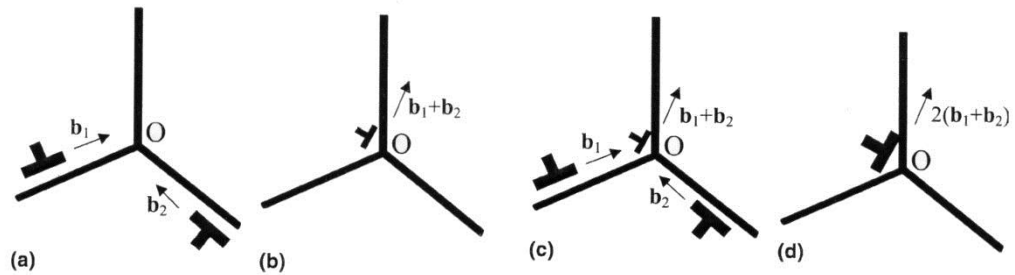


Figura 6 - Escorregamento das deslocações ao longo da fronteira de grão. a) 2 Deslocações com vetor de Burgers  $b_1$  e  $b_2$  movem-se em direção à junção tripla. b) União e formação de nova deslocação na junção tripla, com vetor de Burgers  $b_1+b_2$ . c) Escorregamento de outras 2 deslocações em direção à junção tripla. d) União das deslocações na junção tripla e formação de deslocação com vetor de Burgers  $2(b_1+b_2)$ .

### 2.3. Propriedades

As ligas metálicas nanocristalinas apresentam maior tensão de cedência e menor capacidade de alongamento, comparativamente com os materiais de maior tamanho de grão. A dureza e a tensão máxima aumentam à medida que diminui o tamanho de grão exceto quando o grão é reduzido a valores onde se inverte a relação de Hall-Petch, conforme foi referido anteriormente. O módulo de elasticidade decresce estando-se em crer que isto deve-se à deficiência na ligação entre partículas, defeitos e porosidades existentes. De facto, a grande maioria dos estudos sobre as propriedades dos nanomateriais são efetuados em materiais consolidados a partir de pós e por isso surge a dificuldade em separar as propriedades intrínsecas das partículas das propriedades do material consolidado.

A ductilidade avaliada no ensaio de tensão é manifestamente inferior à ductilidade obtida no ensaio de compressão ou flexão em virtude dos mecanismos de deformação postos em jogo serem diferentes em cada situação.

Por último, é de salientar que as propriedades mecânicas dos nanomateriais são sensíveis às condições de aplicação da carga. Estudos experimentais demonstraram que o aumento da velocidade de carregamento conduz a maior tensão de cedência, enquanto a ductilidade mantém-se, pois, esta última propriedade aparenta ser independente da taxa de deformação e estar intimamente relacionada com o tipo de processamento, composição e método de ensaio.

### 2.4. Síntese e processamento

Na tabela 1 estão enumerados alguns dos métodos mais comuns usados para sintetizar materiais nanocristalinos. Quando a formação dos cristais ocorre por transformação do vapor em sólido ou por transformação do líquido em sólido, necessariamente existe uma elevada taxa de nucleação e reduzida taxa de crescimento das fases para assim se formarem grãos nanométricos. As técnicas apresentadas permitem controlar com maior ou menor eficácia a composição, pureza, tamanho, morfologia e textura do material obtido.

A maior parte das técnicas de produção de nanomateriais exige que estes sejam consolidados posteriormente. Dentro das técnicas de consolidação, a prensagem a frio e posterior sinterização, a prensagem a quente, a prensagem isostática a quente, a sinterização por plasma, a deformação plástica severa e a consolidação por explosão são amplamente utilizadas. As técnicas que envolvem pressão possibilitam uma melhor ligação entre partículas já que a pressão criada nos pontos de contacto deforma e densifica o material. Para uma densificação e ligação efetiva é conveniente que além da pressão seja aplicado, em simultâneo, alta temperatura. Desta forma, o material fica mais dúctil e a pressão exercida deforma em maior escala o material o que possibilita o fechar de muitos poros que permaneceriam caso não fosse combinado o efeito da pressão e temperatura.

Tabela 1 - Alguns dos métodos utilizados para produzir materiais nanocristalinos

Fase de partida	Técnica de Síntese
Vapor	Deposição física em fase de vapor (PVD) Deposição química em fase de vapor (PVD) Condensação inerte de gás
Líquido	Solidificação rápida Electrodeposição
Sólido	Síntese mecânica EDS

Durante a consolidação a quente a alta metaestabilidade dos nanocristais pode conduzir ao crescimento do grão até valores indesejáveis tendo em vista a diminuição da energia entre grãos e assim diminuir a energia total do sistema. Contrariamente ao esperado, as observações experimentais sugerem que o crescimento do grão nos nanomateriais preparados por quase todos os métodos é pequeno até temperaturas significativamente altas. A estabilidade do grão tem sido explicada com base em diversos fatores, tais como: impurezas existentes, porosidade, pressão exercida durante a consolidação, junções triplas e adição de soluto. A dispersão de impurezas no grão pode funcionar como pontos de energia mínima e estabilizar a microestrutura suprimindo ou retardando o crescimento do grão até as impurezas se dissolverem na matriz ou se tornarem móveis. A introdução de soluto na matriz

pode ter um efeito semelhante ou então ser segregado para as fronteiras de grão e aí formar uma barreira contra o crescimento do grão. De igual forma, os poros e as junções triplas são obstáculos ao livre movimento das espécies e por conseguinte ajudam a reter o crescimento do grão. Num artigo de revisão sobre síntese e consolidação de intermetálicos nanocristalinos, Froes et al determinam o tamanho de grão de diversos intermetálicos Ti-Al obtidos por síntese mecânica e consolidados por prensagem isostática a quente, concluindo que apesar de em alguns casos os grãos serem maiores que 100  $\mu\text{m}$ , as condições utilizadas na síntese e consolidação permitem obter estruturas nanocristalinas. O posterior recozimento das amostras induz um considerável crescimento do grão no estágio inicial, atingindo rapidamente um patamar de saturação no crescimento.



### 3. Tecnologias de Síntese de Nanopartículas

---

O grande potencial das nanopartículas e das nanoestruturas em aplicações de alto desempenho tem sido reconhecido e é responsável por um aumento do interesse de ambos os setores científicos e comerciais. A tecnologia de nanopartículas já é considerada uma das tecnologias-chave para materializar a nanotecnologia em aplicações comerciais. Tipicamente composta de várias dezenas ou centenas de átomos ou moléculas, as nanopartículas podem ter uma vasta gama de tamanhos e morfologias e pode ser usado para a fabricação de componentes, dispositivos ou revestimentos com propriedades específicas. Dois fenômenos físicos distinguem as propriedades das nanopartículas das dos materiais a granel convencionais, ou seja, a maior razão de superfície para volume e os fenômenos de confinamento. Em comparação com os materiais a granel, as nanopartículas têm uma área de superfície específica mais elevada, com um valor mais elevado de átomos / moléculas adquirindo propriedades diferentes. Como consequência, as propriedades de nanoestruturas são mais estreitamente relacionadas com os estados de moléculas individuais, moléculas sobre a superfície ou as interfaces do que nas propriedades do material a granel. Em nanoescala, o movimento de elétrons em átomos é extremamente limitado (confinamento quântico), devido ao espaço limitado para o movimento disponível para elétrons. Como resultado, o uso de nanopartículas surge como uma realidade para obter novas propriedades para materiais já bem conhecidos.

Uma ampla variedade de modos de síntese emergiu, desenvolvidos e otimizados para a produção de materiais nanoparticulados. Dependendo do método de síntese, é possível alcançar nanopartículas com diferentes tamanhos de partícula, morfologia, composição e/ou grau de homogeneidade. Não há nenhuma técnica individual considerada como a mais apropriada para a produção de diferentes tipos de nanomateriais. Cada uma das várias técnicas desenvolvidas tem vantagens e desvantagens de ser mais ou menos apropriados.

No caso particular da produção de nanopartículas de óxidos de metal, que é o caso em que se centra este capítulo, os diferentes métodos de síntese podem ser divididos, de acordo com o seu princípio de funcionamento, em três categorias principais, tal como está representado na figura 7: em fase sólida, fase líquida e fase gasosa.

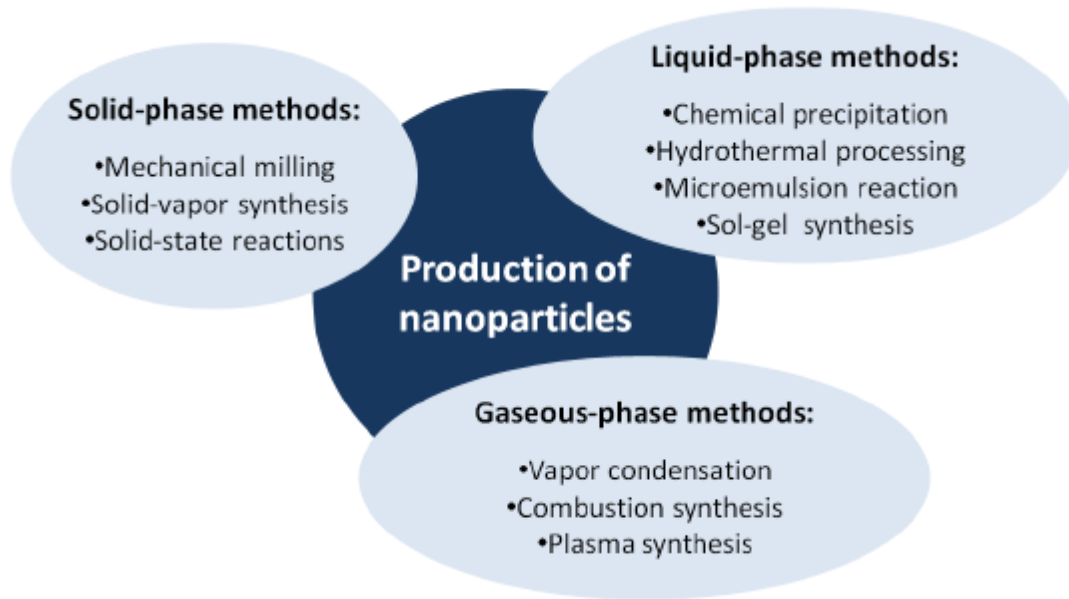


Figura 7 - Principais métodos de fabricação de nanopartículas de óxido de metal

### 3.1. Métodos de síntese em fase sólida

Incluído nas técnicas de nanofabricação de cima para baixo, os métodos de síntese em fase sólida (SPSM) consistem na divisão de um sólido maciço em porções menores. Esta abordagem pode envolver moagem ou de atrito (moagem mecânica), volatilização de um sólido seguido por condensação dos componentes volatilizados (síntese de vapor de sólidos), e métodos químicos (reações de estado sólido).

### 3.2. Moagem mecânica

Moagem mecânica é uma técnica de processamento de pó originalmente desenvolvida por John Benjamin no Nickel Company Internacional, nos anos sessenta, e sai de uma longa busca para produzir superligas de óxido para aplicações em turbinas de gás. Em primeiro lugar correlacionada com a preparação mecânica a seco de ligas, o termo “Mechanical Alloying” foi generalizado para incluir todos os processos que podem resultar de um moinho de bolas de alta energia (por exemplo, moagem mecânica com e sem reações químicas).

Durante o processo de moagem mecânica, matérias-primas com um tamanho de vários micrómetros são submetidas a deformações plásticas severas, sofrer uma soldagem a frio e repetitivo mecanismo de fratura, e, em seguida, é obtida uma redução significativa do tamanho de partícula. Reconhecido como um dos processos mais versátil para a fabricação de uma ampla gama de pós nanocristalinos (processo simples e barato), a moagem mecânica

pode ser realizada por qualquer um moinho de bolas ou um moinho de atrito e pode ocorrer com ou sem reações químicas no estado sólido. Se, no primeiro caso há variações químicas observados (tamanho de redução/amorfização mecânica), o mesmo não pode ser dito sobre a segunda abordagem, sendo a etapa de moagem como processo de síntese mecanoquímica (tamanho de redução/amorfização mecanoquímica).

A moagem mecânica pode ser realizada por via húmida ou seca e as propriedades do pó são afetadas por vários fatores como o tipo de moinho (por exemplo, esferas ou de atrito), a esfera em relação à massa em pó, as características de bolas, o conteúdo de sólidos da suspensão (quando molhado branqueado), velocidade de rotação do moinho, tempo de moagem ou de meios de moagem (por exemplo, água ou etanol).

O processo de moagem de alta energia (HEBM) pode ser distinguido de outros processos de moagem pela alta taxa de transferência de energia envolvida, bolas à proporção da mistura, a forte interação entre bolas e mistura, o impacto de alta frequência com forças de compressão (esferas de moagem/recipientes/mistura) e longos tempos de processamento. Para além da simples mistura e homogeneização de pós, o HEBM permite a produção de compostos nanocristalinos e misturas, bem como a síntese de novas fases.

Apesar de ser amplamente utilizado na indústria, um dos principais problemas deste método para a produção de pós nanocristalinos é a contaminação dos pós durante a fase de moagem. O pequeno tamanho das partículas de pó obtida, a disponibilidade de grande área de superfície, e a formação de novas superfícies durante a moagem contribui para a contaminação do pó, o que limita a sua utilização nas aplicações mais exigentes em termos de pureza. No entanto, vários esforços têm sido feitos, de modo a evitar/minimizar este problema, com resultados muito promissores.

### 3.3. Síntese de Vapor de Sólidos

A síntese de vapor sólido é caracterizada por reações químicas entre as fases sólida e o vapor que ocorrem em câmaras específicas, levando à formação de vapor altamente saturado e, subsequentemente, a produção de nanopartículas. A fase de vapor pode ser criada pelo fluxo de gás externo ou pela decomposição de substâncias químicas durante a síntese de pós. Os mecanismos de reação são semelhantes aos métodos de síntese em fase gasosa (a ser discutido mais á frente) sendo o crescimento das nanopartículas controlado pela temperatura, taxa de fluxo, pressão e de fase de vapor. A principal diferença é que na técnica de vapor sólido, a síntese tem lugar na superfície sólida.

### 3.4. Reações no Estado Sólido

Outra forma de sintetizar nanopartículas é, por reação em estado sólido. Este método utiliza materiais de partida sólidos para produzir nanomateriais. A síntese termofísica de sólidos grosseiros promove a redução do tamanho das partículas sem alteração química induzida pela energia térmica e/ou mecânica. Os principais fatores que podem afetar a viabilidade e a taxa de uma reação no estado sólido incluem as propriedades estruturais dos reagentes, condições de reação, a área superficial específica dos pós, e mudanças termodinâmicas de energia livre associados com a reação. Devido à sua homogeneidade química limitada, e a fim de aumentar a reatividade dos pós, os materiais de partida são geralmente submetidos a uma etapa de moagem antes da síntese de reação em estado sólido.

Em contraste com a moagem mecânica, os processos de reação de síntese e de vapor sólido de estado sólido são geralmente realizados em fornos de calor por efeito de Joule, como na síntese química de vapor, a uma temperatura bastante elevada (processos ativados termicamente). Os dois processos podem ser realizados em um curto período de tempo, ao contrário de moagem mecânica, o que normalmente leva pelo menos algumas horas a vários dias, a temperaturas próximas da temperatura ambiente. Pese embora os métodos de síntese sólida (SPSM) se mantenham como uma das técnicas mais utilizadas, as limitações de SPSM são bem conhecidas. O seu grande tamanho de partícula, larga distribuição de tamanhos, a contaminação e a homogeneidade química limitada, abre uma porta para o desenvolvimento e otimização de vários outros métodos de síntese.

### 3.5. Métodos de Síntese em Fase Líquida

Os métodos de síntese em fase líquida (LPSM) já tem um papel notável na produção de nanopartículas. A homogeneização à escala atômica dos materiais de partida, o controle preciso da estequiometria ainda com composições químicas complexas e as temperaturas e pressões de reação mais baixas, fazem do processo de síntese em fase líquida, uma técnica muito atraente para a produção de nanopartículas.

Uma ampla gama de técnicas de síntese em fase líquida foram desenvolvidas: O método de síntese hidrotérmica na qual as nanopartículas são normalmente produzidos por meio de reações de hidrólise de precursores, em soluções aquosas sob pressão controlada e a temperatura num autoclave, ou a microemulsão métodos de reação que de uma forma simples, incluem um grupo de processos de síntese em um sistema coloidal termodinamicamente estável composta por dois líquidos imiscíveis, tipicamente um líquido hidrofílico (por exemplo, água ou solução aquosa) e líquido lipófilo (petróleo) estabilizado por um surfactante. Todos LPSM tem as suas próprias vantagens e desvantagens. Questões ambientais relacionadas com a grande quantidade de resíduos resultantes da síntese, os

custos de processamento, o controlo dos mecanismos de síntese, a necessidade de etapas subsequentes (por exemplo, a calcinação de conversão para o óxido, e moagem) ou a baixa taxa de produção, tem dificultado a transição para a produção em larga escala da maioria destas técnicas. Neste campo, a precipitação química e a síntese de sol-gel aparecem como as LPSM mais promissoras para a produção de nanopartículas de óxido de metal tal como os produtores mais importantes a nível mundial optaram por elas durante vários anos.

### 3.6. Síntese por Precipitação Química

Considerado um dos LPSM mais adequado para a produção de nanopartículas de óxido de metal, precipitação química permite a síntese de nanopartículas com a composição e tamanho de partícula controlado. Um regime típico das principais etapas de precipitação química é mostrado na figura 8. O processo começa pela preparação das soluções principais, dissolvendo os materiais de partida (óxidos de metal, sais de metal e de compostos organometálicos ou os seus hidratos) em solventes (por exemplo água desionizada, etanol, metanol e soluções ácidas). As soluções são, em seguida, agitadas durante várias horas a baixa temperatura, até a reação completa dos materiais de partida ocorre.

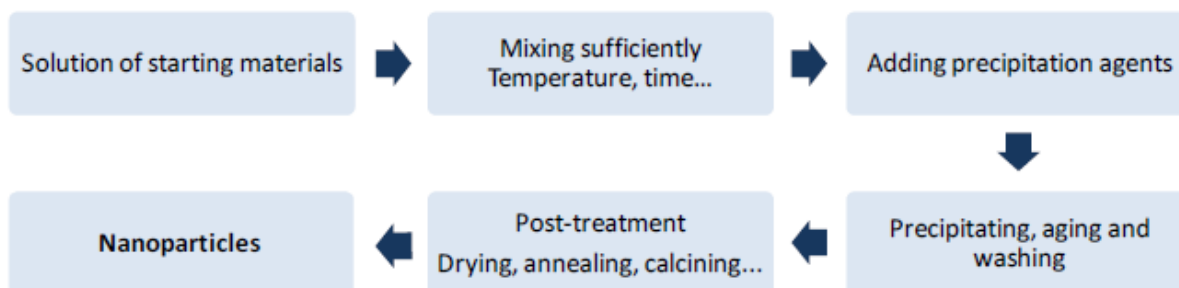


Figura 8 - Principais passos do método de síntese de precipitação química para a produção de nanopartículas

Após a precipitação completa, cuja duração pode levar vários dias, dependendo da quantidade de material, os precipitados são recolhidos por filtração ou centrifugação a ser lavado várias vezes com um solvente (por exemplo, água destilada), a fim de melhorar a pureza. Em seguida, os precipitados são secos a temperaturas superiores a 100 ° C durante um tempo suficiente ou liofilizados. Os pós precursores resultantes são geralmente mal ordenados, com baixa cristalinidade e tamanho e distribuição de tamanho descontrolados. A última etapa do método de precipitação envolve um tratamento térmico do pó de precursor de temperaturas elevadas durante várias horas. Durante o tratamento térmico, a maioria das reações químicas envolve a desidratação e a temperatura contribui para o ajustamento das estruturas cristalinas e morfologia. Dependendo do ciclo térmico, é possível controlar a

cristalinidade pós precursores, tamanho do cristal, tamanho de distribuição ou transformação de fase.

### 3.7. Método de Síntese por Sol-Gel

O método de processamento de sol-gel foi utilizado para a produção de nanopartículas de óxido de metal com elevado grau de pureza e elevada homogeneidade por muitos anos. A Síntese de sol-gel é semelhante à precipitação química. Tipicamente, as reações têm lugar em reatores baratos que utilizam cloretos de metais, nitratos metálicos e alcóxidos como materiais de partida. A principal diferença entre o método de sol-gel é a formação de um gel-sol contendo os nanomateriais como o material precursor para a continuação da secagem e calcinação a temperaturas específicas para algumas horas.

A Síntese de sol-gel envolve a geração de uma suspensão coloidal ("sol"), que é subsequentemente convertida para um gel viscoso e material sólido. Neste processo, os precursores de metais recativos são primeiramente hidrolisados, seguido por reações de condensação e polimerização (nucleação).

A condensação subsequente das partículas "SOL" (gelificação) elimina qualquer água ou álcool para produzir o óxido de metal ou hidróxido de ligações. Dependendo de como a secagem é levada a cabo, o sol-gel terá propriedades diferentes.

Hoje em dia, o sol-gel aparece como um dos métodos mais versáteis para a produção de nanopartículas de óxido de metal com uma vasta gama de aplicações possíveis como um material a granel ou diretamente como uma película fina. O elevado grau de pureza e homogeneidade de composição resultante da mistura da matéria-prima, a estequiometria exata dos produtos finais, o pequeno tamanho de partícula e distribuição de tamanhos estreita, são as principais vantagens do presente processo, que não pode ser facilmente reproduzível com outros métodos de síntese. As principais questões técnicas a serem superados são a baixa taxa de produção de nanopartículas, o custo extremamente elevado de alguns dos precursores, e a reprodutibilidade, devido às dificuldades de controlo simultâneo de todos os parâmetros do processo. Há também algumas questões ambientais relacionadas com os grandes volumes de contaminação do solvente (geralmente água). Processos de circuito fechado estão a começar a ser testados para resolver este problema.

### 3.8. Métodos de Síntese em Fase gasosa

O método de síntese em fase gasosa (GPSM) é o método mais bem-sucedido para a produção de nanopartículas de óxido de metal. Contrariamente ao LPSM já apresentada, o GPSM é geralmente um processo contínuo, que contribui para a sua predominância na indústria.

Outras vantagens dos processos em fase gasosa são a produção de partículas com elevada pureza, composto por partículas primárias não porosas com pequenos tamanhos e distribuição de tamanho relativamente estreito. As desvantagens, incluem dificuldade na produção de partículas não aglomeradas e de materiais multicomponentes.

Dependendo do estado dos precursores (líquido, sólido e vapor) e das fontes de energia para evaporar os materiais, há uma vasta gama de GPSM disponíveis, incluindo a condensação de vapor, a síntese de combustão, laser de ablação e síntese de plasma térmico. Entre estas técnicas, a condensação de vapor é a mais básica, derivando todas as outras técnicas desta. No geral, a síntese por condensação do vapor consiste na geração de um vapor supersaturado seguido pela sua condensação. Dependendo do processo de nucleação, a síntese pode incluir a condensação de vapor física ou química. No primeiro caso, a nucleação depende do grau de sobressaturação de um vapor de pressão, enquanto na condensação de vapor químico, a nucleação é determinada pela reação química de moléculas em fase de vapor. Contrariamente aos LPSM, em GPSM a aglomeração de partículas ocorre frequentemente como resultado da ausência de estabilização apropriado. Industrialmente, as técnicas mais utilizadas são a síntese por combustão e síntese por plasma térmico.

### 3.9. Síntese por combustão

Devido ao seu grande potencial para a produção em larga escala e seu baixo custo, a síntese por combustão é considerada uma das técnicas industriais mais bem-sucedidas na produção de nanopartículas de óxido de metal. Dependendo do ambiente químico na chama, o calor de combustão pode ativar as reações de oxidação, hidrólise e de redução, que tornam este método disponível para a produção de vários nanocerâmicos, semicondutores e mesmo metais puros. Normalmente hidrocarbonetos (metano e etileno) e suas misturas com gás inerte, ou às vezes gás de hidrogênio, são o gás combustível, enquanto o oxigênio e ar são as fontes oxidantes mais económicas e convenientes. Ao contrário do combustível gasoso e oxidante, o precursor pode ser vapor, líquido ou sólido. A figura 10 ilustra um processo de síntese típico de combustão para a produção de nanopartículas de óxido de metal. Neste processo, a mistura precursora é dispersa por oxigênio e alimentada na corrente de metano/oxigênio pré-misturada. Após evaporação e queima do precursor, as partículas são formadas por condensação, coalescência e coagulação. Os pontos mais fracos do método, para além da descontinuidade operacional, são a forte aglomeração das partículas, a dificuldade em controlar a estequiometria e a elevada porosidade interna das partículas, o que é muitas vezes observado e é altamente desvantajoso, quando é realizada uma fase de sinterização subsequente.

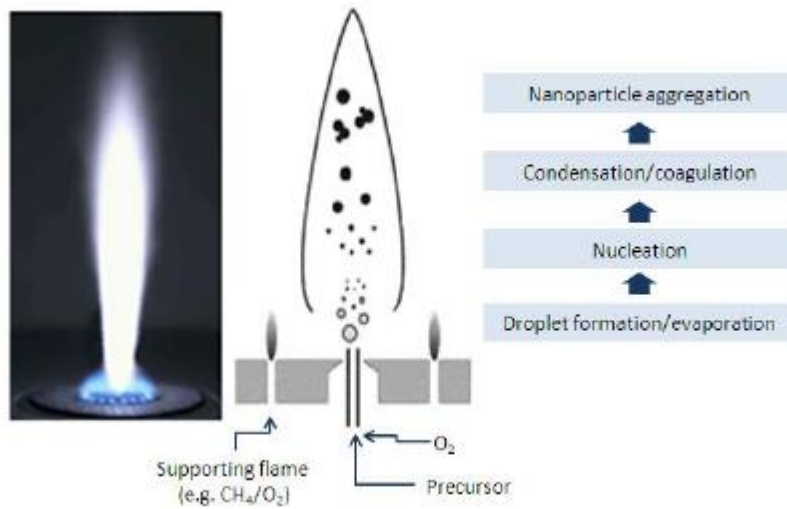


Figura 9 - Ilustração esquemática de um processo de síntese por combustão

### 3.10. Síntese por Plasma Térmico

A Síntese por plasma térmico (Fig. 10) tem sido um método eficiente para a geração de nanopartículas. Este processo permite que as temperaturas extremamente elevadas que ocorrem no reator de plasma térmico, tornem possível a dissociação completa dos reagentes injetados e a formação de materiais de alta temperatura a partir da fase de vapor. A alta densidade de energia no plasma térmico pode levar a taxas de produção muito elevados em pequenos reatores. Os métodos elétricos mais utilizados para a produção de plasma são arcos de alta intensidade e de descarga de alta frequência.

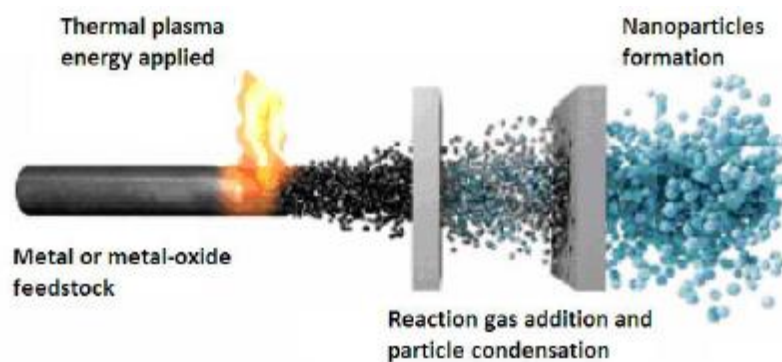


Figura 10 - Visão esquemática de um processo de evaporação de plasma

As nanopartículas no plasma podem ser obtidas através de duas maneiras diferentes: evaporação - condensação ou evaporação - reação - condensação. A Síntese de plasma térmico utiliza plasma para produzir o vapor, o qual é arrefecido através da injeção de uma atmosfera inerte (por exemplo N<sub>2</sub> ou Ar) ou de gás reativo (ou e.g. CH<sub>4</sub> NH<sub>3</sub>), formando-se

assim os primeiros centros de nucleação. A subsequente adição de oxigénio, por exemplo, permite a produção de nanopartículas de óxido de metal. A principal vantagem do método de síntese de plasma é a flexibilidade e a versatilidade da gama de materiais que podem ser sintetizados, sendo possível a utilização de precursores líquidos, sólidos e em fase gasosa para a produção de nanopartículas. A elevada taxa de produção das nanopartículas por este método é também uma vantagem primordial em termos de industrialização. No entanto, a alta densidade de energia do presente processo leva a fortes gradientes de não-uniformidades inerentes a este processo. Hoje em dia a síntese de plasma está na fase entre a investigação aplicada e da linha piloto que está sendo esperado para chegar à industrialização, depois de resolver as principais questões relativas ao perfeito entendimento e controle da formação de partículas na atmosfera de plasma e suas limitações económicas.



## 4. O método da INNOVNANO: Síntese por Detonação de Emulsões

O Método de síntese por detonação de emulsões (EDSM) desenvolvido e patenteado pela INNOVNANO pode ser incluído em uma categoria de reação em fase gasosa a alta pressão.

O EDSM, representado esquematicamente na figura 13, é um método de elevada reprodutibilidade que se baseia na detonação de emulsões de água-em-óleo (W/O) (iniciador e emulsões secundárias), que ocorre a pressões extremamente elevadas (> 10.000 bar) e temperaturas (intervalo de 500 ° C a 3000 ° C) num passo de reação único que permite a produção de elevada pureza (> 99,9%) de pós nanoestruturados a nível industrial.

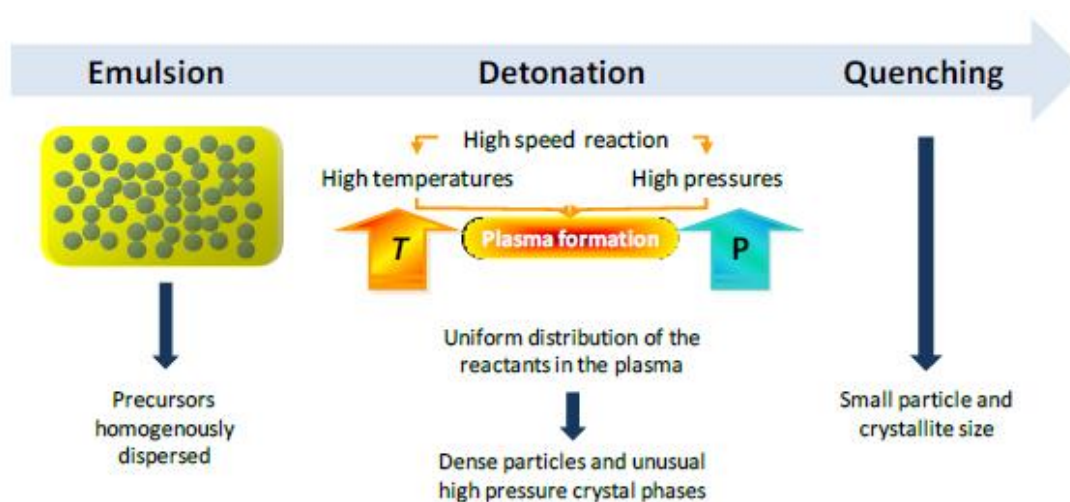


Figura 11 - apresentação esquemática de processo de síntese emulsão de detonação INNOVNANO

O método EDSM tira vantagem da relação entre os diâmetros das primeiras partículas líquidas estáveis e as partículas a serem formadas durante a reação de fase gasosa e do grau de saturação do óxido metálico.

Genericamente, a fase gasosa compreende três fases na síntese de nanopartículas, ou seja, a produção do composto na fase de vapor, a condensação sob a forma de nanopartículas e de controlo e a preservação do estado nanocristalino disperso. O controlo de condensação e a fase de pós-condensação são de extrema importância durante a síntese de nanopartículas na fase gasosa. É difícil de modelar a formação das primeiras partículas líquidas estáveis formadas (aerossol) por condensação, devido ao grande número de parâmetros experimentais e a dificuldade em controlá-las.

A condensação ocorre quando uma fase de vapor é levado a um estado supersaturado, quer por arrefecimento rápido isobárico, isto é, a uma pressão constante  $P$ , ou por compressão isotérmica, i.e., a uma temperatura constante  $T$ , conforme está ilustrado na Figura 14.

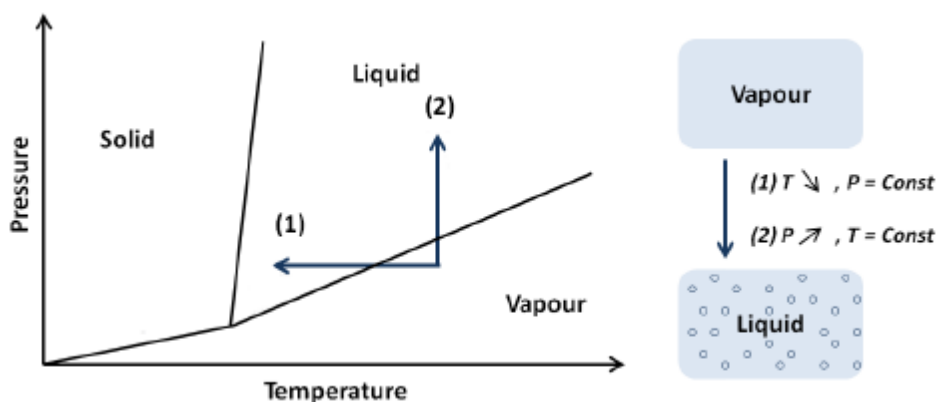


Figura 12 - Diagrama de fases (P, T) de uma substância pura que mostra as duas vias que conduzem a um estado de vapor supersaturado: (1) arrefecimento isobárico, (2) compressão isotérmica

A formação de vapor com pressão de um elevado grau de sobressaturação alcançado durante EDSM, promove a formação de agregados estáveis críticos com tamanho muito pequeno. A têmpera ultrarrápida controla o estado nanométrico, evitando o excesso de coagulação coalescente que geralmente ocorre nas regiões mais quentes.

A reação em fase de gás de alta pressão possui diversas vantagens comparativamente aos métodos de baixa pressão.

Nomeadamente, permite combinar e obter um grande conjunto de materiais com diferentes estruturas cristalinas e compósitos nanométricos em uma única etapa, em grandes quantidades, e com elevada homogeneidade, a partir da reação de alta pressão dos diferentes elementos em fase gasosa. Por outro lado, a vasta gama de precursores que podem ser utilizados, permite uma maior variedade de materiais que podem ser processados, quando comparado com outros métodos de síntese.

A produção de nanopartículas por EDSM compreende quatro fases diferentes:

- Preparação do iniciador e secundário incluindo os precursores correspondentes na proporção desejada: A flexibilidade na formulação da emulsão permite incluir na sua composição um grande conjunto de precursores, a partir de metais e ligas metálicas
- Reação de detonação de emulsões (W/O) com a formação de um plasma gasoso que contém os materiais necessários na fase gasosa: as velocidades de reação de detonação extremamente rápidas (na ordem dos microssegundos) geram elevadas pressões que asseguram uma completa transformação dos precursores em um plasma de gás que já contém os materiais necessários / compósitos;

c) A condensação e a formação das partículas nanocristalinas com pressões superiores em um estado de alta supersaturação: A fim de que o fenómeno de condensação dos materiais ocorre e resulta na produção de uma grande quantidade de partículas de tamanho nanométrico. O plasma gasoso tem de atingir uma alta pressão em um estado de supersaturação. O tamanho dos primeiros condensados irá diminuir com o aumento do grau de sobressaturação. Os níveis de pressão gerados pela detonação da emulsão garantem a produção de partículas de tamanho nanométrico;

d) Taxa de arrefecimento ultrarrápida (têmpera) (até  $10^8$  Ks-1 a  $10^9$  KS-1) das partículas para controlar e preservar o seu tamanho nanométrico: após a formação das partículas primárias, o estado nanométrico irá ser rapidamente destruído pelo início do fenómeno de coalescência entre as partículas, sendo a taxa de arrefecimento rápido indispensável, logo que as partículas são formadas, ou que ocorre a dispersão em um fluxo de gás de alta velocidade, para controlar o processo.

A emulsão água-em-óleo (W / O) é particularmente adequado para a síntese de pós por detonação para várias razões. Em primeiro lugar, o elevado grau de homogeneidade de todos os componentes assegura reações químicas completas durante a detonação; em segundo lugar, a flexibilidade em termos de possíveis precursores e componentes que permitem um controlo rigoroso da pureza e propriedades finais dos pós sintetizados; finalmente, a estabilidade e a segurança da emulsão devido ao maior teor de água na sua composição.

Conforme salientado antes, a síntese de reação ocorre pela combinação de altas temperaturas, altas pressões dinâmicas, e têmpera, o que potencia a produção de materiais já conhecidos com propriedades melhoradas e também a síntese de compostos de difícil obter por técnicas de síntese comuns, a larga escala e sem aumento de custos.

A elevada temperatura atingida durante a síntese da emulsão por detonação permite a síntese de vários compostos que não são possíveis à temperatura ambiente. Além disso, a combinação de altas pressões e temperaturas elevadas e reprodutíveis, tornar possível reações difíceis, tais como as que ocorrem no estado sólido.

Fases imiscíveis que foram misturados a temperaturas e pressões elevadas permanecem misturadas não ocorrendo uma separação de fases devido à têmpera. Compósitos de dois ou mais materiais em uma única partícula mantendo as estruturas cristalinas individuais de ambos, alumina e zircónia, já foram sintetizados com sucesso na INNOVNANO (por exemplo,  $ZrO_2 - Al_2O_3$ ).

#### 4.1. Análise comparativa entre síntese por detonação, Sol-gel e plasma térmico

Comparativamente à síntese por detonação para a produção de nanopartículas, os métodos sol-gel e a síntese de plasma são aqueles com maior potencial. Uma comparação entre o EDSM, sol-gel e síntese de plasma é apresentado na tabela 3, enfatizando as vantagens e desvantagens de cada um relativamente a aspetos económicos, qualidade do produto e processo de fabrico.

Tabela 2 - Comparação entre os métodos de síntese de sol-gel, de plasma e de síntese de detonação de emulsões

	Sol-gel	Plasma synthesis	Emulsion detonation synthesis
<b>Readiness for marketing</b>			
Year 2007	Between applied research and pilot line	Between applied research and pilot line	Between applied research and pilot line
Year 2010	Pilot line	Between pilot line and production level	Between pilot line and production level
Year 2013	Between pilot line and production level	Production level	Production level
<b>Economic aspects (general)</b>			
Cost of the equipment	+	-	0
Production rate	--	++	++
Energy consumption	+	--	+
Yield	-	0	+
<b>Economic aspects (specific)</b>			
Need for solvents	--	0	++
Cost of precursors	-	+	+
Cost of all raw materials and supplies	--	0	+
Energy needed for the reaction itself	+	--	+
Overall energy consumption	0	--	+
Maintenance	0	-	-
Manual labor	-	0	0
<b>Quality of the products</b>			
Purity	++	++	+
Homogeneous	++	+	++
Uniformity	+	0	+
Reproducibility	++	+	+
Equiaxed	++	-	0
<b>Manufacturing process</b>			
Controllability of the process	+	+	+
Environmental friendliness	-	0	+
Range of processable materials	0	++	++
Processing temperature	++	-	+
Composites/multimetal compounds	+	++	++

**Legend:** ++ very good; + good; 0 average; - bad; -- very bad

Além da qualidade do produto, o sucesso de um método de síntese está diretamente relacionado com a sua viabilidade económica, especialmente quando se pensa em produção a nível industrial. A necessidade de uma elevada quantidade de solventes tem um impacto negativo nos custos de produção, não só por causa do seu valor de aquisição, mas também porque os custos associados com a reciclagem ou para eliminação residual. Neste aspecto o método sol-gel, é claramente o que apresenta maior desvantagem comparativamente aos outros dois processos, uma vez que exige uma grande quantidade de solvente a ser utilizada por kg de pó produzido. Os Solventes também são necessários para a síntese de plasma (orgânicos ou água) para dissolver os precursores ou suspendê-los. No entanto, não há nenhuma necessidade para a sua eliminação, uma vez que são queimados durante a síntese. O EDSM não requer qualquer solvente específico durante a síntese.

Em termos de custos dos precursores, o sol-gel tem uma necessidade de precursores solúveis (alcóxidos ou sais de metal) que são caros e não permitem a sua substituição por precursores mais baratos. Por outro lado, a síntese de plasma e EDSM têm uma grande variedade de escolhas de precursores que permitem a seleção de mais precursores de menor custo. De matérias-primas em geral, cada processo tem suas próprias especificidades. Assim:

- O Sol-gel necessita de solventes, catalisadores, etc;
- A Síntese por Plasma requer solventes, alimentação de gás para o gás de temperatura plasma, elétrodos, etc;
- EDSM utiliza óleos, emulsionantes, nitrato de amónio, plástico, placa de iniciação, etc

Os custos de consumo de energia são apresentados na tabela 3 para a energia necessária para a própria reação que considera apenas o processo de transformar precursores para o composto desejado, e o consumo total de energia, incluindo processos de pós-produção, tais como a recolha, desaglomeração ou pós-tratamento. Em termos de energia necessária para a reação propriamente dita, apenas a energia para atingir o gel foi considerada uma vez que é um processo à temperatura ambiente. A síntese por plasma requer uma elevada entrada de energia contínua a fim de manter a reação, o que ocorre a altas temperaturas para a formação de plasma. O EDSM necessita de uma entrada elevada descontínua de energia de iniciação. As temperaturas elevadas e as pressões da reação são, no entanto, autossustentadas, pois a reação produz estas condições. No que diz respeito ao consumo total de energia, no sol-gel, depois da produção do gel, vários passos são necessários, tais como evaporação do solvente (de alta energia) e, por vezes, o tratamento térmico dos produtos. Outros passos (desaglomeração, funcionalização, etc) podem ou não ser necessários de acordo com a aplicação. A síntese por plasma exige, entre outros aspetos, a recolha dos materiais sintetizados. Pré-preparação da solução ou suspensão de precursores, a sua injeção no reactor, a injeção de gás de arrefecimento, a operação das válvulas, bombas, etc,. Tal como na síntese por sol-gel, na síntese por plasma podem ou não ser necessárias fases de desaglomeração ou de funcionalização. No EDSM deve ser considerada a recolha dos

materiais e geral o funcionamento do equipamento (reactor, válvulas, robótica, a preparação da emulsão, etc). Também aqui outros passos, como desaglomeração ou funcionalização, podem ou não ser necessários dependendo da aplicação e/ou as condições de síntese. O pó sintetizado exige um tratamento térmico para remover o carbono inerente à síntese por detonação. Em relação ao trabalho manual, todos os processos podem ser automatizados, mas o rendimento de produção inferior de processo sol-gel conduz a um peso mais negativo nesta questão. Os custos de manutenção de uma instalação de sol-gel são considerados muito aceitáveis já que o processo ocorre à temperatura ambiente e não utiliza solventes ou precursores corrosivos. Por outro lado, a síntese por plasma e EDSM apresenta maiores custos de manutenção. A síntese por plasma é um processo contínuo, a alta temperatura, que requer materiais altamente resistentes que são submetidas a tensão térmica e abrasividade contínua. Por sua vez, o EDSM cai numa situação semelhante à síntese por plasma, com necessidade de materiais altamente resistentes submetidos a picos de pressão, a alta temperatura e abrasão.

A muito boa qualidade das nanopartículas produzidas pelo método de sol-gel é a principal vantagem deste processo com especial ênfase na distribuição de tamanho de partícula muito estreita, quando comparada com a síntese de plasma e EDSM. No entanto, não é apropriado para a síntese de grandes quantidades de nanopartículas. A excelente homogeneidade e uniformidade (devido às condições extremas de síntese atingidas durante a detonação) são as principais vantagens do processo EDSM. Além disso, a grande variedade de materiais processáveis, a possibilidade de produção de compósitos/compostos multimetálicos, a viabilidade económica, as altas taxas de produção e o respeito pelo ambiente, faz da EDSM um processo extremamente sólido para ser um dos líderes mundiais na produção de nanopartículas.

## 5. Principais Projetos Desenvolvidos

---

### 5.1 Introdução

Neste capítulo serão apresentados alguns dos principais trabalhos em que participei durante o estágio. Pese embora as atividades desempenhadas tenham sido muito abrangentes, a grande maioria delas centrou-se no projeto, modificação ou adaptação de equipamentos mecânicos, tendo em vista a otimização dos processos industriais realizados na Innovnano. Por este motivo, foi necessário da minha parte aprofundar as competências relacionadas com o desenho, projeto e seleção de materiais. Os três trabalhos selecionados para apresentar são designados de: “Ferramenta do Robot”, “Otimização da máquina de enchimento” e “Projeto e instalação de um ciclone”. O critério para a seleção destes trabalhos foi o facto de estes terem tido da minha parte um acompanhamento de um maior número de etapas, desde o projeto, passando pelo fabrico, até à implementação em funcionamento.

### 5.2. Ferramenta do Robot

A ferramenta do robot é dos componentes mais importantes do robot, visto que é este que interage com a meio ambiente e efetua as ações do robot. Na Innovnano uma parte do processo é efetuada com recurso a um braço robótico da ABB, a fim de conseguir a colocação do cartucho explosivo no reator, sem nenhum Homem a intervir.

Este projeto surgiu da necessidade de criar uma ferramenta mais robusta que a atual, na qual nos deparamos com dificuldades na consistência de colocações, na fiabilidade, na rigidez estrutural e na degradação da mesma devido ao uso maioritário de materiais poliméricos.

A ferramenta atual é composta, maioritariamente, por componentes poliméricos, PEAD 500, representados a verde na figura 13 e alguns de aço inoxidável 316L cuja geometria encontra-se representada na figura 14. Com a necessidade de efetuar muitas afinações e ajustes de vários mecanismos, os componentes poliméricos necessitam de ser roscados ficando as roscas comprometidas com o uso. Além disso, algumas falhas de colocação são devidas à flexibilidade e falta de rigidez que a ferramenta possui. Estando esta oportunidade de melhoria identificada, começamos a trabalhar no projeto de desenvolver uma ferramenta nova, com o objetivo de conseguir ter mais afinações, mais robustez e fiabilidade.

Um constrangimento principal de projeto é a massa final do conjunto de ferramenta e cartucho de emulsão não poderá poder ultrapassar os 5Kg, devido ao facto do *robot* entrar em *safe mode* para não danificar os motores e engrenagens. Na ferramenta atual a massa total da ferramenta situa-se nos 3 Kg.

Neste projeto o objetivo não era apenas construir uma ferramenta nova com materiais diferentes, mas sim criar a possibilidade de fazer mais ajustes entre outras características importantes, tais como a troca de peças e a manutenção serem facilitadas.

Todas as peças que constituem esta ferramenta foram desenhadas de raiz até chegar ao resultado pretendido. Neste relatório apresentado apenas uma montagem intermédia, por não haver necessidade de apresentar uma grande quantidade de peças que foram desenvolvidas com geometrias ou funções semelhantes às apresentadas com maior detalhe na versão final.

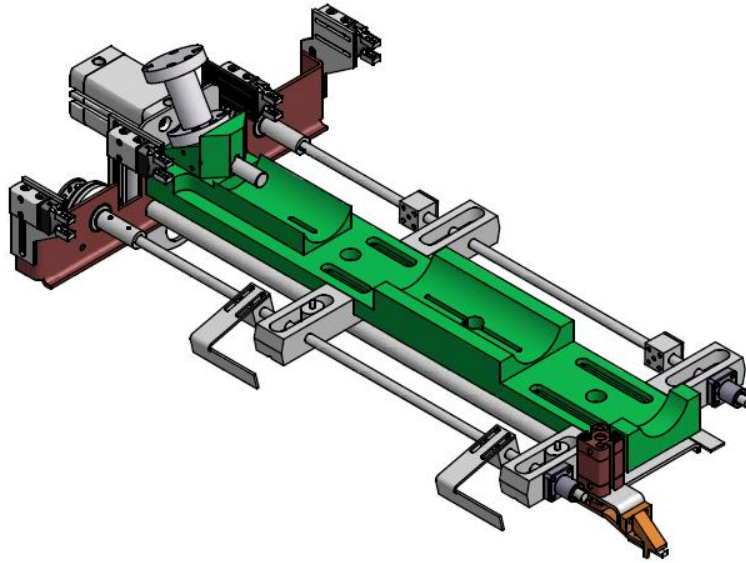


Figura 13 - Ferramenta do Robot existente

### 5.2.1. Descrição do funcionamento

A ferramenta do robot é utilizada principalmente para fazer a colocação do cartucho no reator, tendo outros fins secundários que consistem na recolha da ponte de iniciação e colocação da mesma no equipamento de moldagem da ponte e a recolha das fitas que suportam o cartucho no reator.

Começando pela parte de trás, o cilindro pneumático que se encontra ao centro serve para fazer a inserção da ponte no cartucho, para melhorar o contacto desta com a emulsão, as quatro pinças servem para suportar o fio de cobre da ponte de iniciação, o braço principal é o responsável por fazer o suporte ao cartucho enquanto os dois braços mais pequenos servem de apoio as fitas de suporte do cartucho no reator, os dois veios são utilizados para prender a fita nos respetivos suportes das fitas no reator e o cilindro pneumático pequeno faz a recolha da ponte de iniciação e coloca-a no equipamento de moldagem.

O objetivo deste projeto será ter uma ferramenta totalmente metálica para se poder ter as afinações desejadas sem problemas de desgaste, e com isto conseguir também uma

ferramenta com maior rigidez para ter maior precisão da colocação do cartucho no reator, ampliar a possibilidade de afinações de modo a otimizar a recolha dos periféricos e do cartucho e a sua colocação do reator, melhorar o suporte da ponte de iniciação na ferramenta do robot de modo a melhorar a sua inserção.

Como a empresa que desenvolveu a ferramenta atual apenas forneceu os desenhos técnicos em 2D, a primeira tarefa consistiu em desenhar a ferramenta atual em 3D, de modo a avaliar as suas características mecânicas com o SolidWorks, tais como a massa total do conjunto e a sua resistência mecânica.

### 5.2.2. Estudo mecânico da ferramenta atual

Depois do desenho da ferramenta estar concluído, foram feitas algumas simulações quanto à flexão da ferramenta e a respetiva massa, utilizando o método de elementos finitos do SolidWorks.

A massa total do conjunto representado na figura 14, sem elementos pneumáticos, encontra-se nos 2,9Kg.

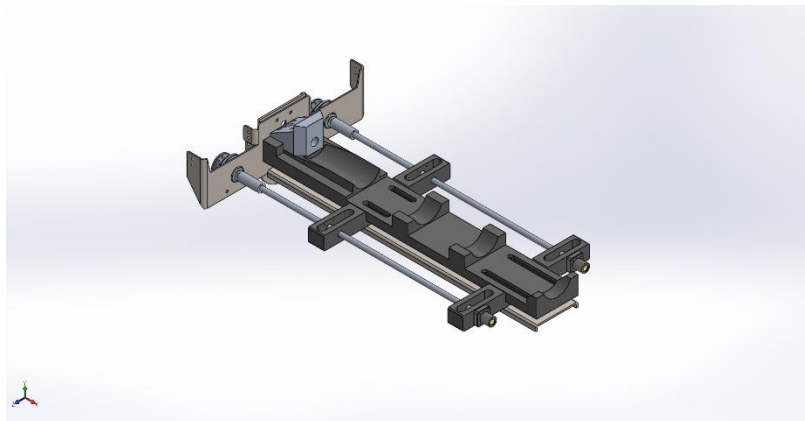


Figura 14 - Modelo geométrico utilizado para simulação

Para realizar os diferentes estudos das propriedades mecânicas da ferramenta, foram considerados no modelo 3D os materiais correspondentes, sendo estes principalmente, PE de média densidade, alumínio e aço inoxidável 316L.

Como condições de fronteira, restringimos os graus de liberdade na face que contacta com o braço robotizado. Como forças, aplicamos o peso próprio da ferramenta e acrescentámos 10N nas faces de apoio ao cartucho para simular o peso do cartucho, conforme representado na figura 15.

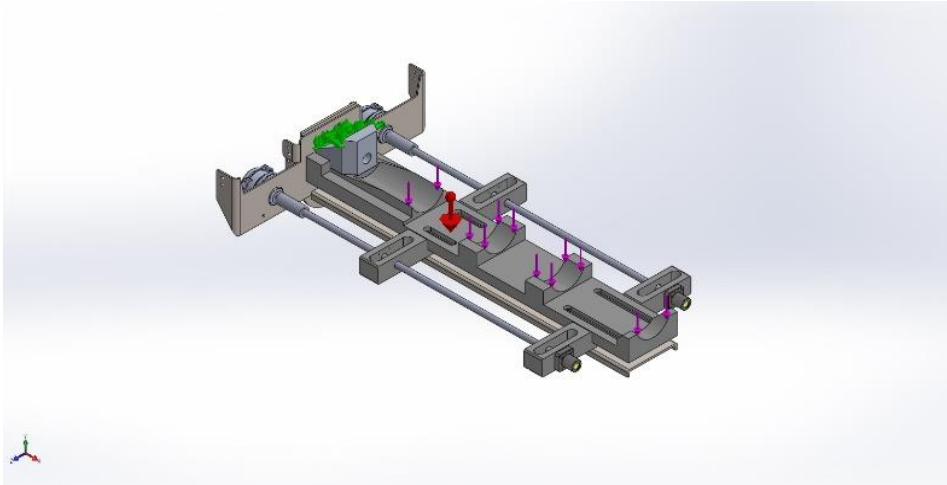


Figura 15 - Condições fronteira para a simulação

Nas condições de malha apresentada na figura 16, colocámos uma malha intermédia entre a fina e a média, com curved based mesh. Não optamos por aprofundar muito este estudo a nível de convergência de malha porque estes resultados são apenas indicativos, tendo como objetivo a comparação com a ferramenta final.

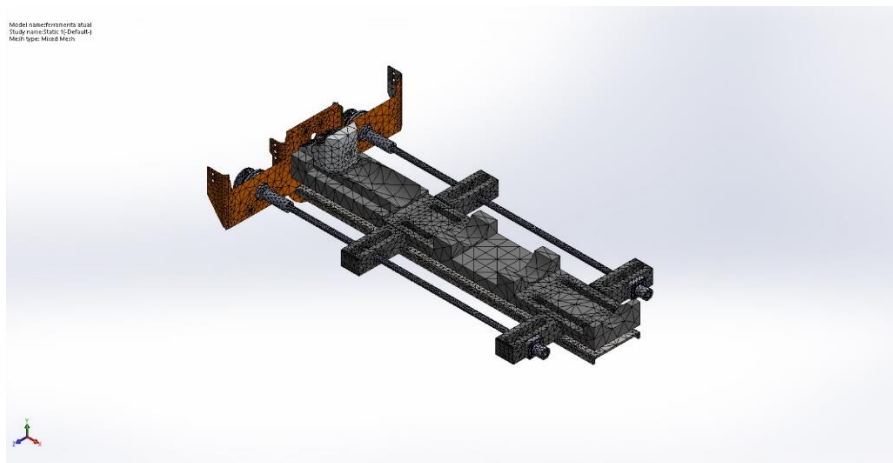


Figura 16 - Conjunto com malha

De acordo com os resultados apresentados na figura 17, deste estudo conclui-se que as deslocções na ponta da ferramenta são na ordem dos 14,2mm. Este resultado é bastante significativo, visto que este parâmetro tem grande influência no sucesso da colocação do cartucho do reator, uma vez que a ferramenta está em movimento durante a operação, influenciando por isso os pontos em que o robot faz as operações de colocação relativamente à ponta da ferramenta, ocorrendo desvios devido à flexibilidade apresentada.

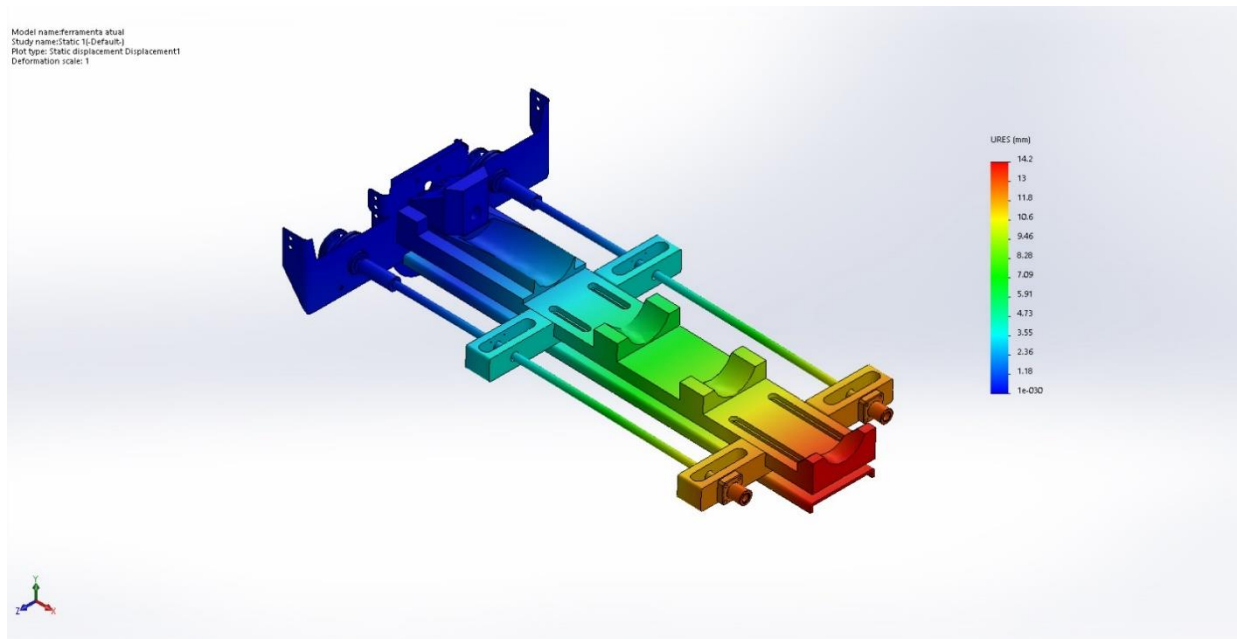


Figura 17 – Deslocamentos

Com as dificuldades descritas anteriormente, foi iniciado o projeto de uma ferramenta mais robusta e resistente, quer ao ataque químico do nitrato de amónio, quer a nível de rigidez e resistência mecânica ao desgaste. Com estas condições optámos por fazer a ferramenta totalmente metálica, em aço inoxidável 316L e alumínio, tendo de trabalhar a geometria da mesma de modo a não exceder o peso permitido para o equipamento trabalhar no robot. Além disso, a geometria teria de ser o mais simples possível para que a maquinação das peças não fosse dispendiosa.

### 5.2.3. Desenvolvimento da nova ferramenta

Com as condições de projeto bem conhecidas surgiu a primeira proposta, representada na figura 18. Durante o desenvolvimento foram projetadas e desenhadas muitas peças com geometrias diferentes da porque a ferramenta final tem muitas soluções que não estão presentes na ferramenta atual. A geometria das peças finais foi estabelecida quando tivemos a massa, a função e o custo pretendido, sendo este processo muito moroso, sendo que a primeira proposta muito próxima da versão final.

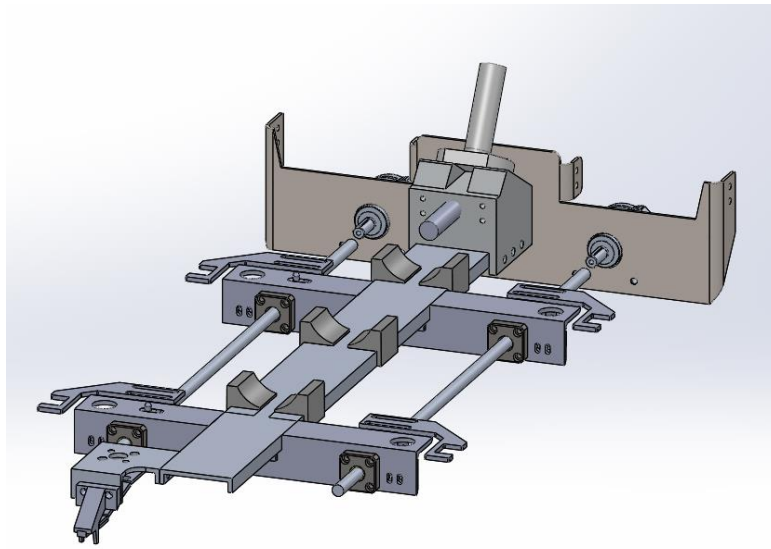


Figura 18 - Primeira proposta da ferramenta para o braço robótico

Como principais alterações temos os materiais, a possibilidade de afinar a altura das ventosas que seguram as fitas e os pinos que esticam as fitas, mas ainda temos o problema de que o suporte do cilindro frontal é necessário maquinar o que será dispendioso. O suporte principal que liga ao braço robótico é uma peça sólida de alumínio que terá uma massa apreciável. Esta ferramenta sem acessórios pneumáticos apresenta uma massa de 2000g.

A ferramenta final foi desenvolvida com base na anterior, corrigindo os seus problemas e adicionando todos os acessórios necessários ao seu funcionamento.

Nesta versão final, representada na figura 19 e 20, a montagem completa possui 2437g, o que satisfaz os requisitos, relativos ao peso, a que nos propusemos no início do projeto.

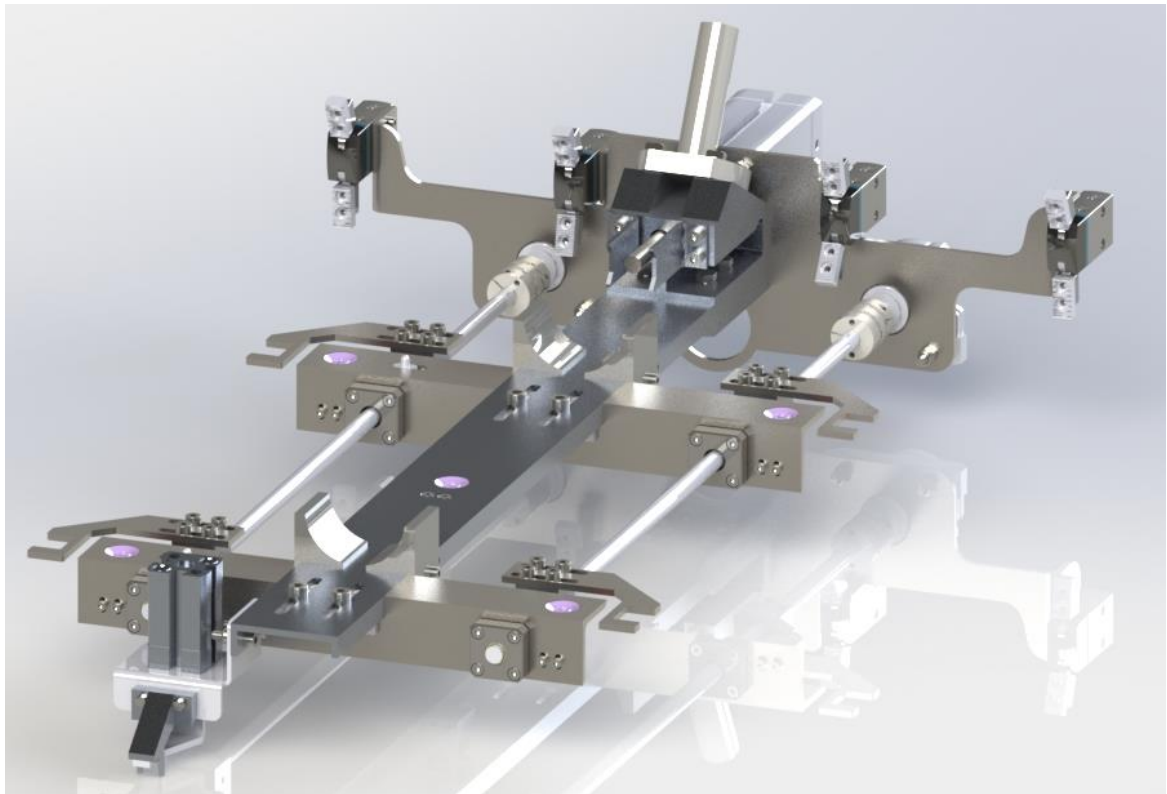


Figura 19 - Montagem final da ferramenta do braço robótico

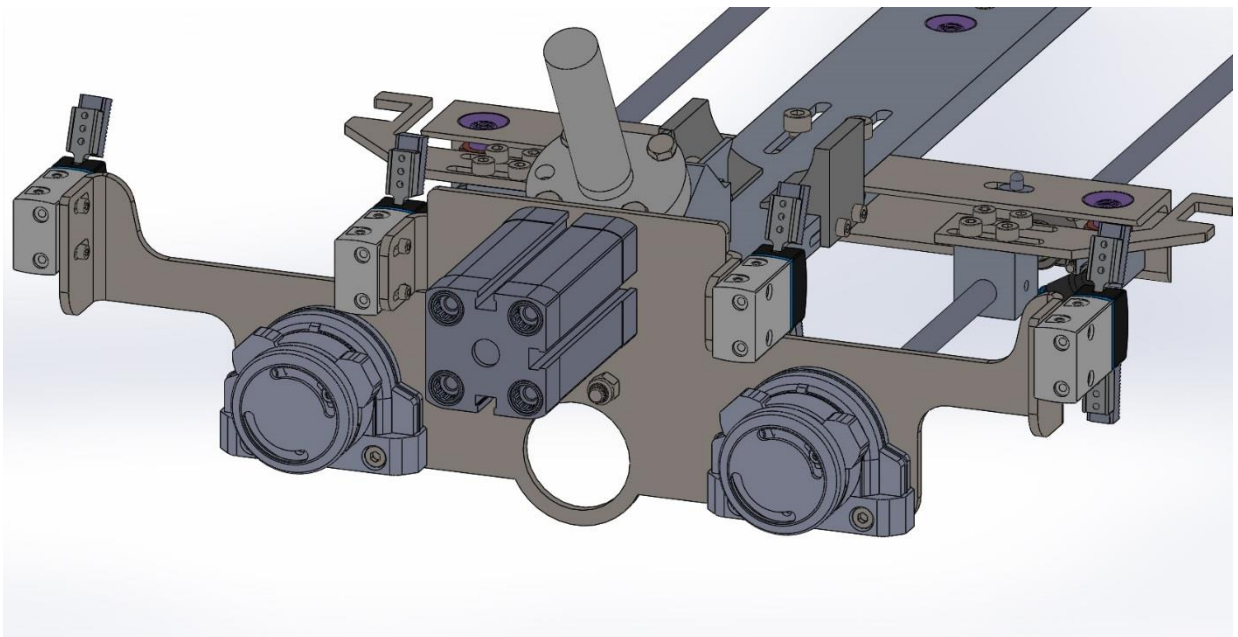


Figura 20 - Vista de trás da ferramenta do braço robótico

Na figura 20 é visível a placa traseira que suporta dois cilindros rotativos que colocam as fitas nos pinos no reator, o cilindro de inserção de pontos que foi alterado, na ferramenta anterior este cilindro tem 50mm de curso e nesta tem 40mm de curso, esta opção foi tomada tendo em conta que os 10mm de diferença de curso não afetavam a inserção da ponte e assim ganhamos em comprimento total da ferramenta, que irá ajudar na inserção desta dentro do

reator para colocar o cartucho. Todos os outros acessórios pneumáticos permaneceram os mesmos que estavam instalados na ferramenta anterior. Temos também quatro pinças cuja função é suportar o fio de cobre da ponte de iniciação a fim de manter a forma conferida na moldagem com apenas uma afinação possível, ao contrário da anterior. Optou-se também por diminuir a distância dos veios rotativos de modo a que estes, quando estiverem rodados para cima terem maior espaço disponível em relação ao reator, facilitando as manobras da ferramenta dentro do reator.

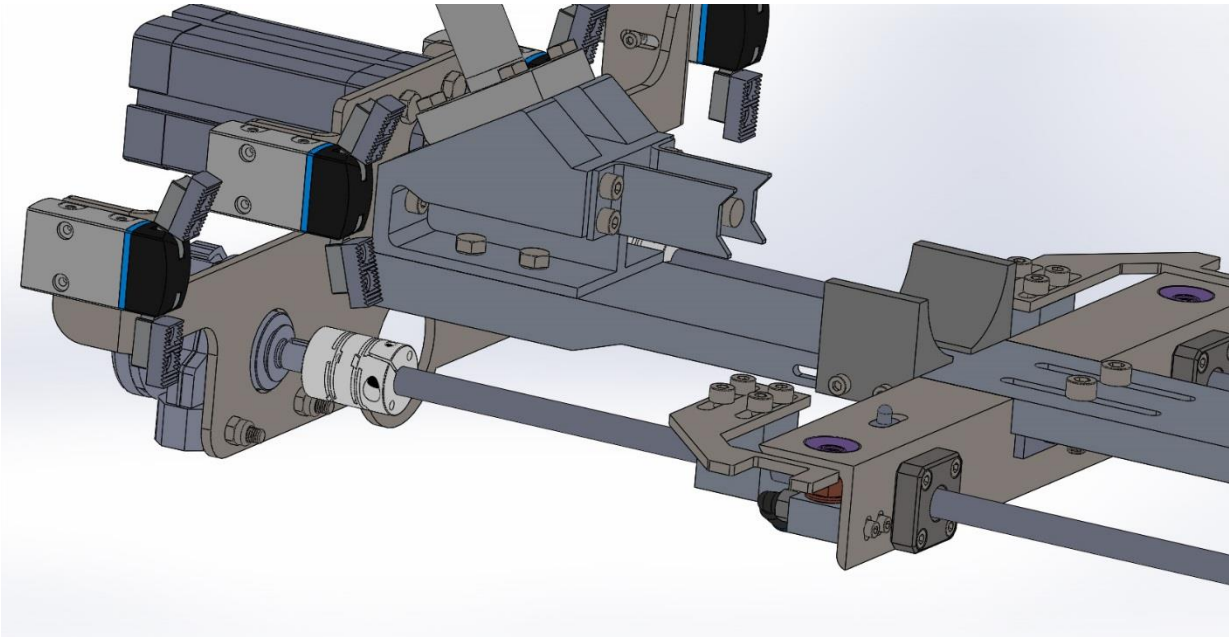


Figura 21 - Vista lateral da ferramenta do braço robótico

Neste projeto foi decidido colocar acoplamentos flexíveis nos veios, conforme representados na imagem da figura 21, para que se alguma flexão existir não prenda o veio nas suas chumaceiras, que na nova ferramenta optamos por colocar duas chumaceiras, representadas na figura 22, em cada veio para diminuir as folgas que possam existir nos veios.

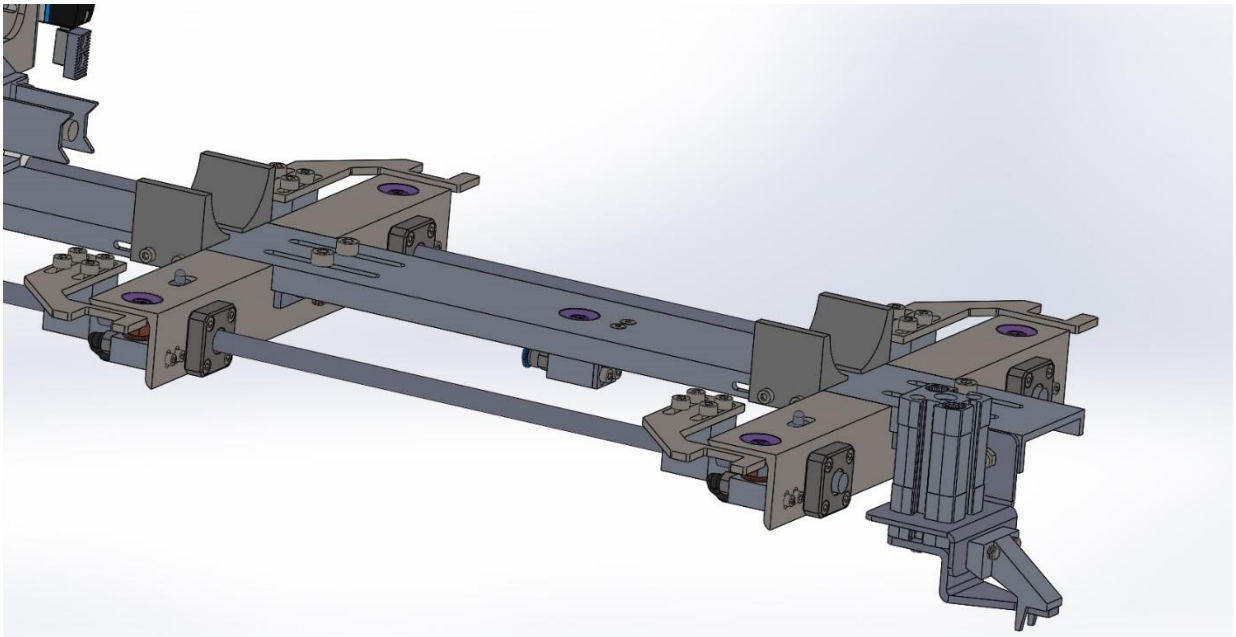


Figura 22 - Vista lateral frontal da ferramenta do braço robótico

#### 5.2.4. Peças a maquinar

Para facilitar a requisição interna da ferramenta, dividimos o projeto em duas partes distintas. As peças que necessitam de maquinação e os restantes elementos, tais como os acessórios pneumáticos, parafusos, chumaceiras e juntas flexíveis.

Neste subcapítulo vamos apresentar o modelo geral das peças a maquinar, representadas na figura 23 e falar detalhadamente de cada uma delas.

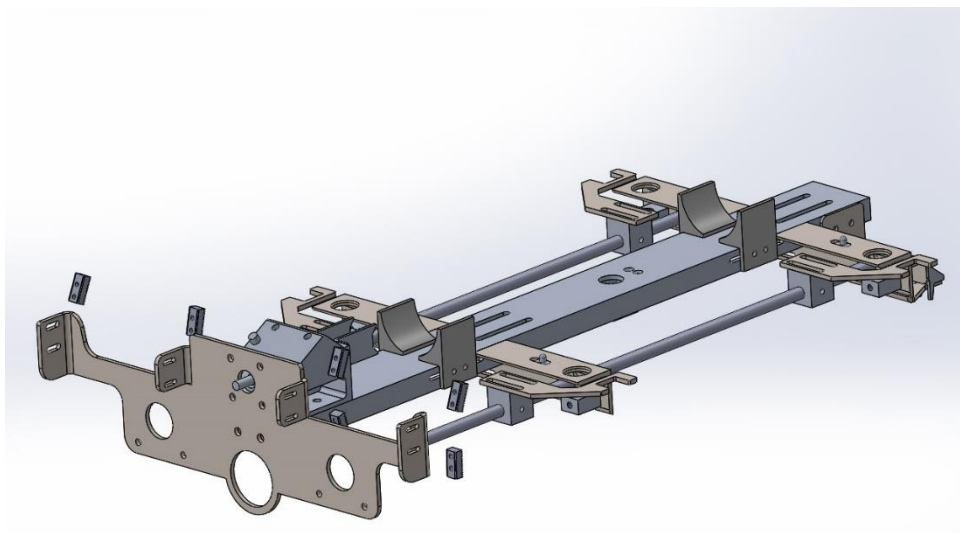


Figura 23 - Modelo das peças que necessitam de ser maquinadas

### 5.2.4.1. Peças a maquinar a partir de blocos

Na figura 24 estão representadas as peças que requerem maquinação a partir de blocos. Os materiais usados para estas peças são alumínio e polietileno de média densidade, conforme indicado detalhadamente de seguida para cada uma das peças.

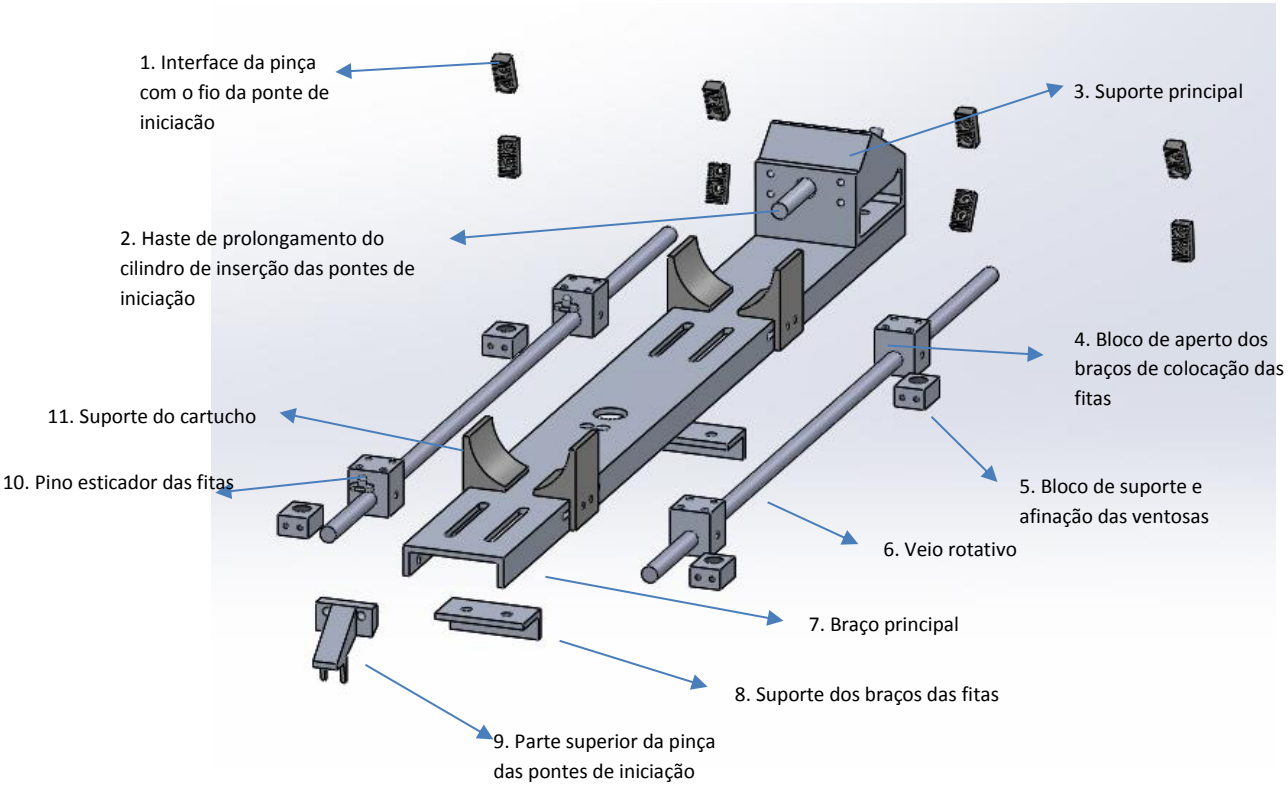


Figura 24 - Montagem das peças a maquinar a partir de blocos

- Peça nº1

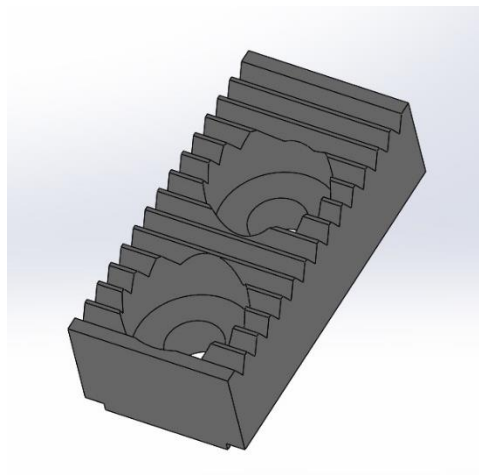


Figura 25 - Interface da pinça com o fio da ponte de iniciação

Material: Alumínio

Massa: 0,58 g

Quantidade: 8

Função: Acessório para as pinças pneumáticas para segurar o fio da ponte de iniciação

- Peça nº2

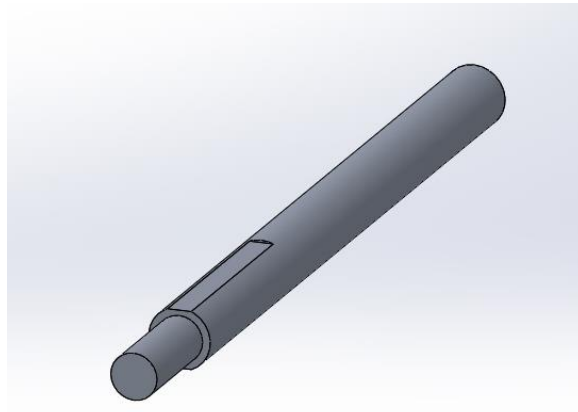


Figura 26 - Haste de prolongamento do cilindro de inserção das pontes de iniciação

Material: Alumínio

Massa: 14,22 g

Quantidade: 1

Função: Haste roscado no cilindro linear para inserir a ponte de iniciação no cartucho

- Peça nº3

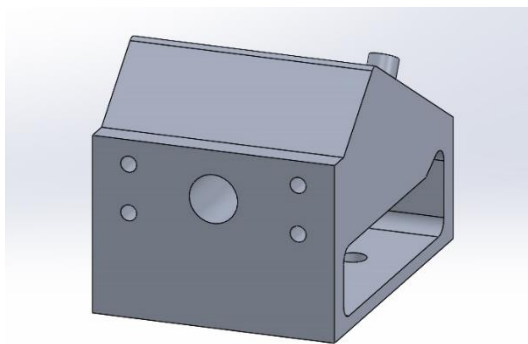


Figura 27 - Suporte principal

Material: Alumínio

Massa: 223,65 g

Quantidade: 1

Função: Interface com o braço robótico, suporte para a placa traseira e braço principal

- Peça nº4

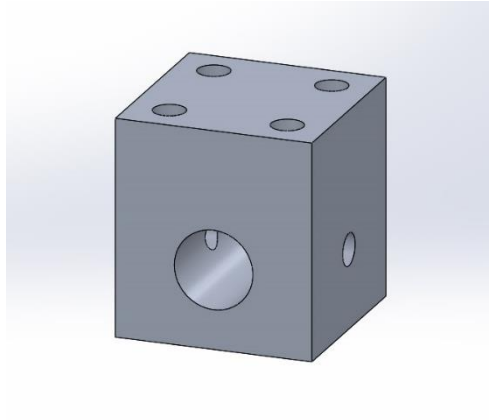


Figura 28 - Bloco de aperto dos braços de colocação das fitas

Material: Alumínio

Massa: 18,73 g

Quantidade: 4

Função: Fixação dos calçadores das fitas ao veio rotativo

- Peça nº5

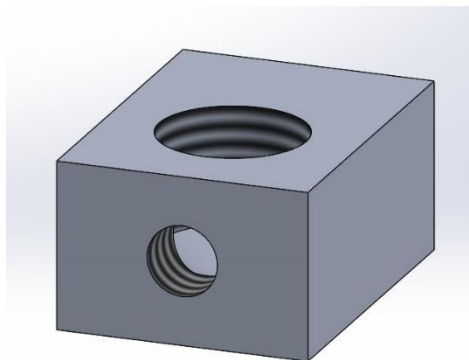


Figura 29 - Bloco de suporte e afinação das ventosas

Material: Alumínio

Massa: 6,47 g

Quantidade: 5

Função: Suportar e afinar a posição das ventosas que seguram as fitas de suporte do cartucho

Peça nº6



Figura 30 - Veio rotativo

Material: Alumínio

Massa: 22,62 g

Quantidade: 2

Função: Veios rotativos para colocar as fitas de suporte ao cartucho nos pinos

- Peça nº7

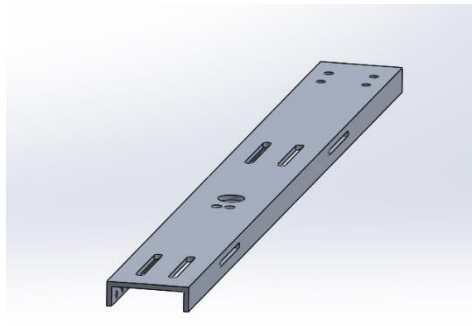


Figura 31 - Braço principal

Material: Alumínio

Massa: 305,84 g

Quantidade: 1

Função: Suportar o cartucho

- Peça nº 8

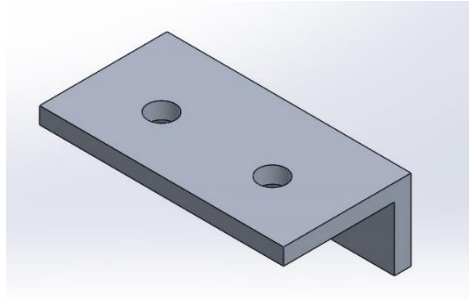


Figura 32 - Suporte dos braços das fitas

Material: Alumínio

Massa: 11,66g

Quantidade: 2

Função: Suporte dos braços das fitas

- Peça nº9

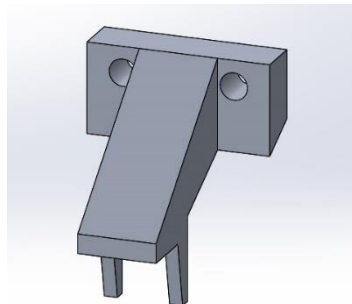


Figura 33 - Parte superior da pinça das pontes de iniciação

Material: Alumínio

Massa: 14,42 g

Quantidade: 1

Função: Recolher as pontes de iniciação do bastidor

- Peça nº10

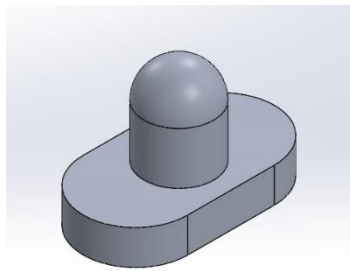


Figura 34 - Pino esticador das fitas

Material: Alumínio

Massa: 0,36g

Quantidade: 2

Função: Esticar a fita de suporte ao cartucho durante a sua colocação no reator

- Peça nº11

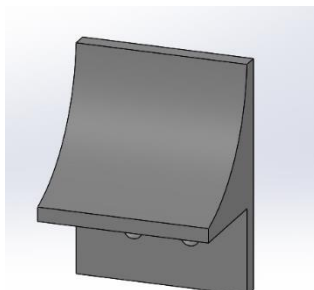


Figura 35 - Suporte do cartucho

Material: PE 500

Massa: 7,62 g

Quantidade: 4

Função: Suporte lateral do cartucho

### 5.2.4.2. Peças a maquinar a partir de chapas

Na figura 36 estão representadas as peças que requerem maquinação a partir de chapa, sendo, contudo, necessário realizar outras operações, tais como a quinagem. De seguida cada umas das peças será apresentada mais detalhadamente.

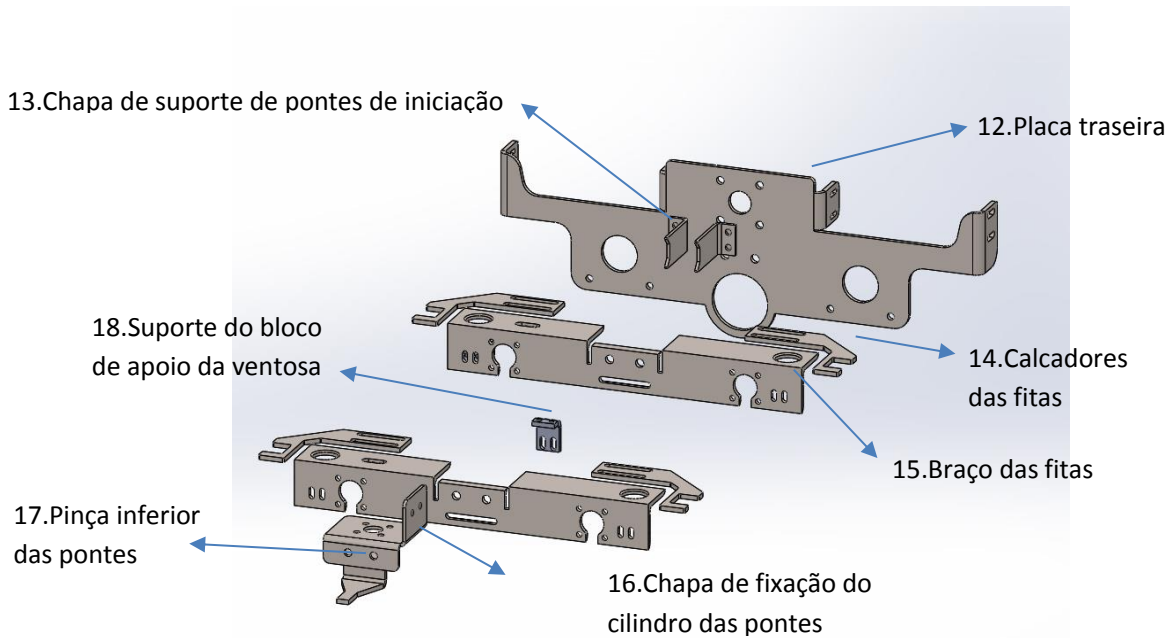


Figura 36 - Montagem das peças a maquinar a partir de chapas

- Peça nº12

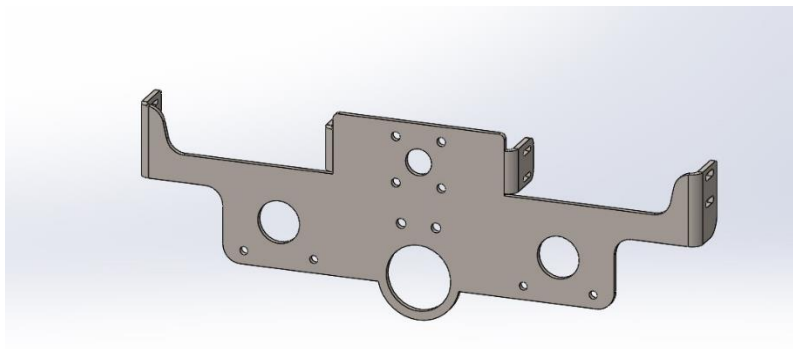


Figura 37 - Placa traseira

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 470,41g

Quantidade: 1

Função: Suportar os cilindros rotativos e um linear de inserção da ponte

Peça nº13

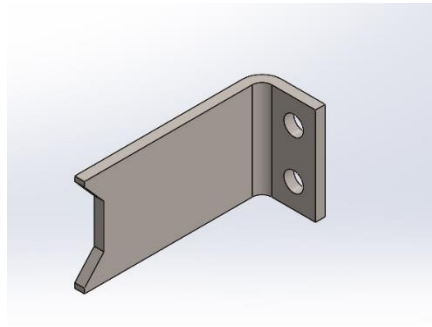


Figura 38 - Chapa de suporte de pontes de iniciação

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 14,16g

Quantidade: 2

Função: Suportar a pontes antes de ser inserida no cartucho

- Peça nº14

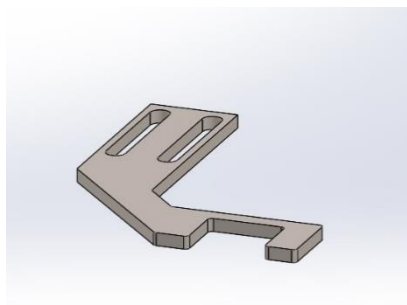


Figura 39 - Calçadores das fitas

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 31,62g

Quantidade: 4

Função: Colocar a fita nos suportes do reator

- Peça nº15

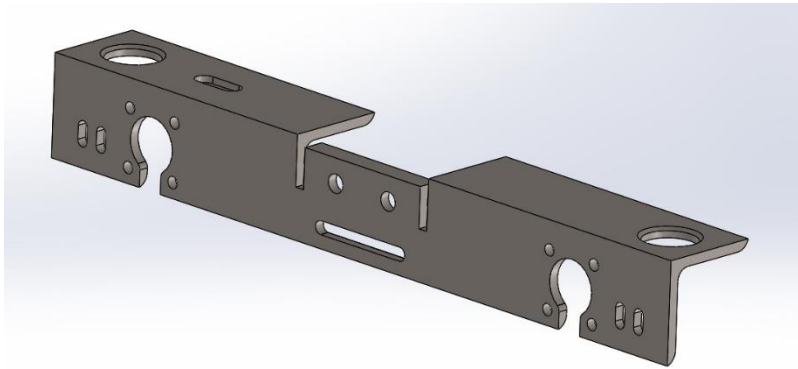


Figura 40 - Braço das fitas

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 247,03g

Quantidade: 2

Função: Suporte das ventosas, dos veios rotativos e das fitas

- Peça nº16

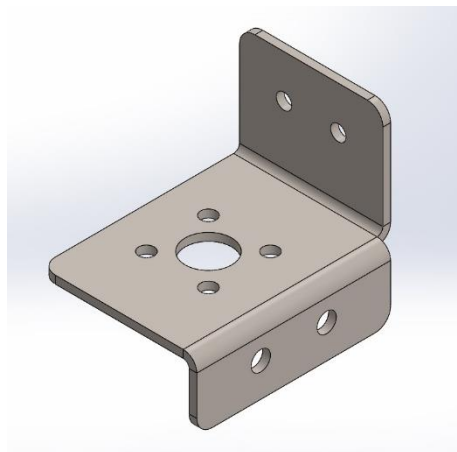


Figura 41 - Chapa de fixação do cilindro das pontes

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 57,84g

Quantidade: 1

Função: Suporte do cilindro e pinça superior que recolhem as pontes do bastidor

- Peça nº17

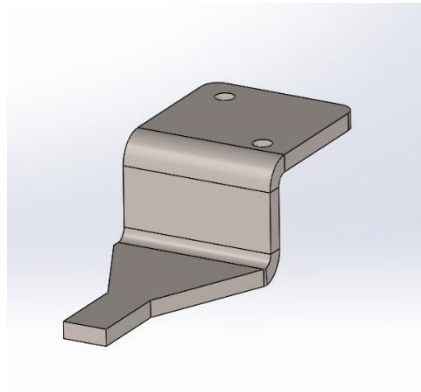


Figura 42 - Pinça inferior das pontes

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 41,94g

Quantidade: 1

Função: Pinça inferior de recolha das pontes do bastidor

- Peça nº18

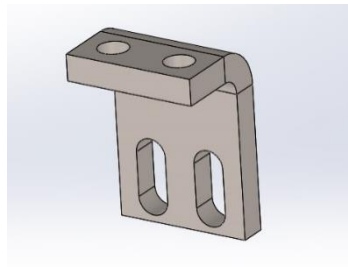


Figura 43 - Suporte do bloco de apoio da ventosa

Material: Aço inoxidável 316L

Massa: 28,45g

Quantidade: 1

Função: Suporte do afinador da ventosa central

### 5.2.4.3. Resumo final das peças a maquinar

Na tabela 4 temos a informação resumida do número de peças e da massa total das mesmas. Neste conjunto apenas utilizamos materiais com elevada resistência à corrosão devido à presença de nitrato de amónio, tendo de respeitar também a massa total e a resistência mecânica de todos os componentes. Assim sendo, a maioria das peças será em alumínio e as peças em chapa serão em aço inoxidável para permitir que sejam quinadas, penalizando por este motivo a massa dos componentes.

Tabela 3 - Tabela com indicação da quantidade e massa de cada peça a maquinar

<b>#</b>	<b>Qtd.</b>	<b>Massa/und [g]</b>	<b>Massa total [g]</b>
1	8	0,58	4,64
2	1	14,22	14,22
3	1	223,65	223,65
4	4	18,73	74,92
5	5	6,47	32,35
6	2	22,62	45,24
7	1	305,84	305,84
8	2	11,66	23,32
9	1	14,42	14,42
10	2	0,36	0,72
11	4	7,62	30,48
12	1	470,41	470,41
13	2	14,16	28,32
14	4	31,62	126,48
15	2	247,03	494,06
16	1	57,84	57,84
17	1	41,94	41,94
18	1	28,45	28,45
<b>Total</b>	<b>43</b>		<b>2017,3</b>

### 5.2.5. Parafusos e componentes pneumáticos

Neste capítulo estão resumidos os componentes necessários que estão disponíveis no mercado normalizados, entre os quais os componentes pneumáticos como cilindros lineares e rotativos, pinças e ventosas, as chumaceiras de baixo atrito, os acoplamentos flexíveis e todos os parafusos e porcas, conforme ilustrado na figura 44.

Os componentes pneumáticos permaneceram praticamente os mesmos da ferramenta anterior, com exceção do cilindro 2.4 que selecionamos um mais pequeno para diminuir o comprimento total da ferramenta. Os acoplamentos flexíveis não existiam na ferramenta anterior e foram selecionados para que na eventualidade da ferramenta ter um pouco de flexão, os veios consigam rodar sem prisão. Na ferramenta anterior apenas existia um par de chumaceiras no braço das fitas anterior. Nesta, foram aplicadas nos dois braços de forma a aumentar a precisão.

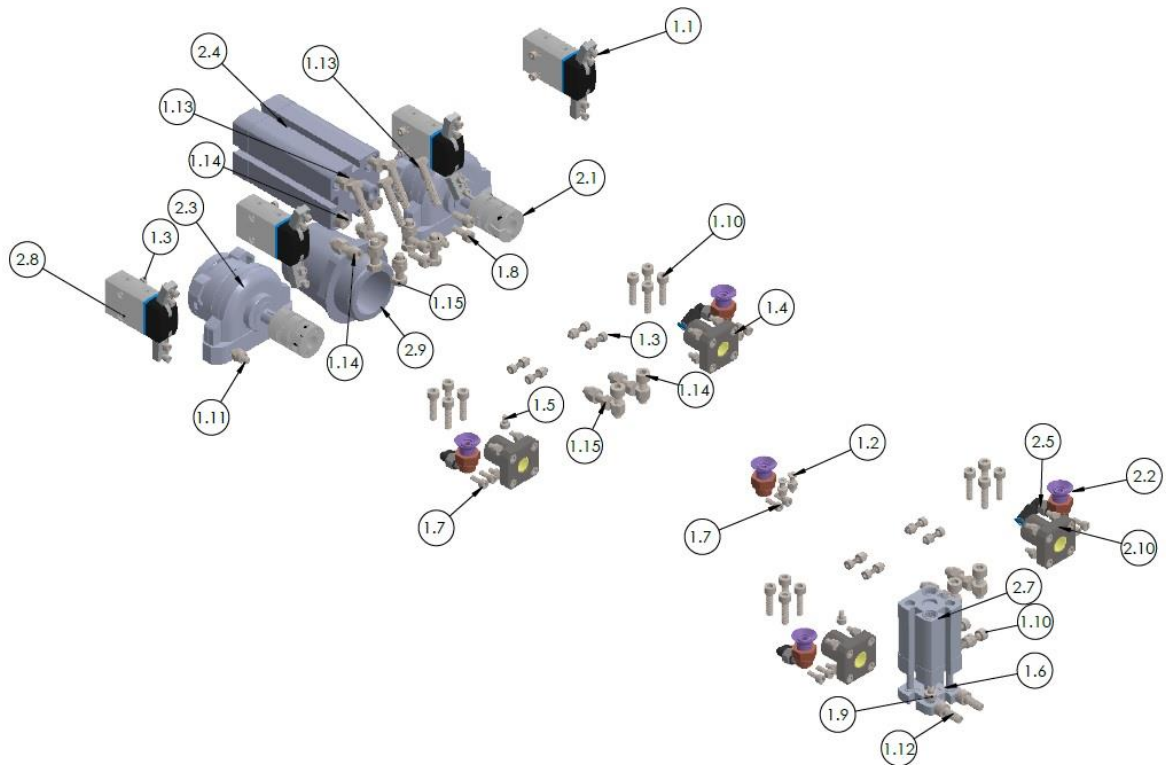


Figura 44 - Esquema de material pneumático, parafusos, chumaceiras e acoplamentos flexíveis

Nas tabelas 5 e 6 estão discriminados todos os parafusos, porcas, material pneumático, chumaceiras e acoplamentos flexíveis necessários para a montagem da ferramenta, assim como as respetivas massas. Todos os parafusos selecionados são de aço inoxidável 316L (A4) de acordo com as normas ISO.

No total, o valor da massa da ferramenta é de 3343,28 g, tendo pouco mais de 300g comparando com a ferramenta anterior, estando abaixo da massa máxima permitido pelo braço robótico.

Tabela 4 - Lista de parafusos e porcas necessárias

<b>Peça Nº</b>	<b>Descrição</b>	<b>Qtd. necessária</b>	<b>Massa/und [g]</b>	<b>Massa total [g]</b>
1.1	ISO 4762 M2.5 x 8 - 8S	16	0,554	8,86
1.2	ISO 10642 - M3 x 12 - 12S	2	0,729	1,46
1.3	ISO 4762 M3 x 12 - 12S	16	1,095	17,52
1.4	ISO 4762 M3 x 16 - 16S	16	1,29	20,64
1.5	ISO 4762 M3 x 5 - 5S	2	0,753	1,5
1.6	ISO 4762 M3 x 6 - 6S	2	0,802	1,6
1.7	ISO 4762 M3 x 8 - 8S	10	0,9	9
1.8	ISO 4762 M4 x 10 - 10S	4	1,961	1,84
1.9	ISO 4762 M4 x 12 - 12S	2	2,132	2,26
1.10	ISO 4762 M4 x 16 - 16S	18	2,484	44,71
1.11	ISO 4762 M4 x 25 - 25S	4	3,258	13,03
1.12	ISO 4762 M5 x 12 - 12S	2	3,615	7,23
1.13	ISO 4014 - M5 x 25 x 16-S	6	5,1154	30,7
1.14	ISO 4762 M5 x 16 - 16S	8	4,161	33,29
1.15	ISO 4018 - M5 x 16-WC	8	4,195	33,56
1.16	ISO 7040-M3-S	26	0,64	16,64
1.17	ISO 7040-M4-S	6	1,34	8,04
1.18	ISO 7040-M5-S	14	2,17	30,38
<b>Total</b>		<b>162</b>		<b>282,26</b>

Tabela 5 - Lista de material pneumático, chumaceiras e juntas flexíveis

<b>Peça Nº</b>	<b>Descrição</b>	<b>Qtd. necessária</b>	<b>Massa/und [g]</b>	<b>Massa total [g]</b>
2.1	MCSLCLK20-8-8_2_14	2	15,71	31,42
2.2	VAS-15-1/8-PUR-B	5	11	55
2.3	11909 DSR-12-180-P---(0)	2	178	356
2.4	681101 ADNP-25-40-I-P-A	1	199	199
2.5	153333 QSML-M5-4	8	3,4	27,2
2.6	153304 QSM-M5-4	1	3,2	3,2
2.7	537123 ADNGF-12-10-P-A---(Z)	1	91,4	91,4
2.8	HI_1310159 DHRS-10-A---(Geh)	4	45,6	182,4
2.9	19115_MKVV-PG-29-B	1	32,6	32,6
2.10	Chumaceira IGUS FJZM-02-08	4	16,4	65,6
<b>Total</b>		<b>27</b>		<b>1043,82</b>

### 5.2.6. Validação mecânica da ferramenta do braço robótico

De modo a validarmos a ferramenta, foi realizado um estudo no SolidWorks Simulation semelhante ao realizado na ferramenta atual, prevendo as mesmas condições de utilização. Com este estudo foi possível saber se a ferramenta tem melhorias nos deslocamentos máximos e se as tensões estão baixas, de modo a diminuir a probabilidade de fraturas por fadiga nos elementos que a constituem.

Utilizamos um modelo geométrico sem os acessórios, tal como o realizado no ensaio à ferramenta atual, como é representado na figura 45.

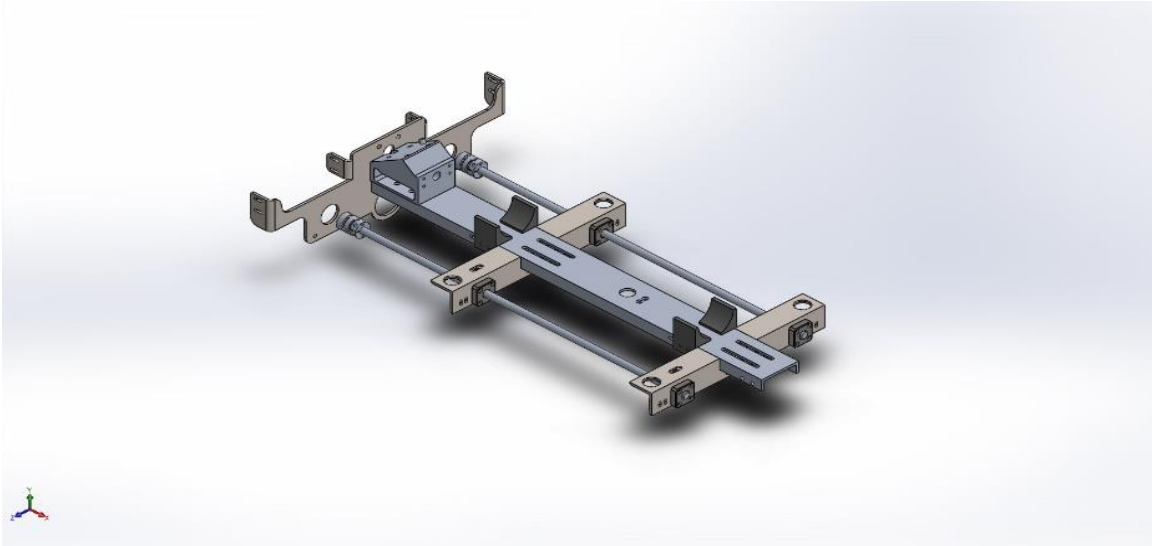


Figura 45 - Modelo utilizado para realizar a simulação no SolidWorks

As condições fronteira estão representadas na figura 46, tendo sido consideradas as fixações e forças equivalentes às do teste da ferramenta atual. Ou seja: Fixação na área de interface entre a ferramenta e o robot. Nos veios, como forças temos o peso próprio e 10N de força total, aplicados na área onde o cartucho assenta.

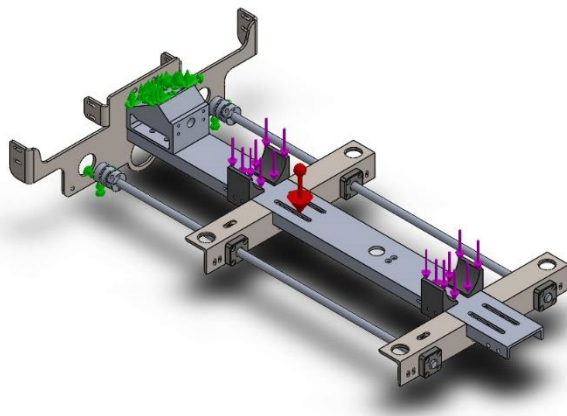


Figura 46 - Condições fronteira

Com o modelo preparado, fizemos uma pequena convergência de malha e utilizamos o tamanho de elemento em que começávamos a ter convergência nos deslocamentos, com elementos de 10,5mm, conforme está representado na figura 47

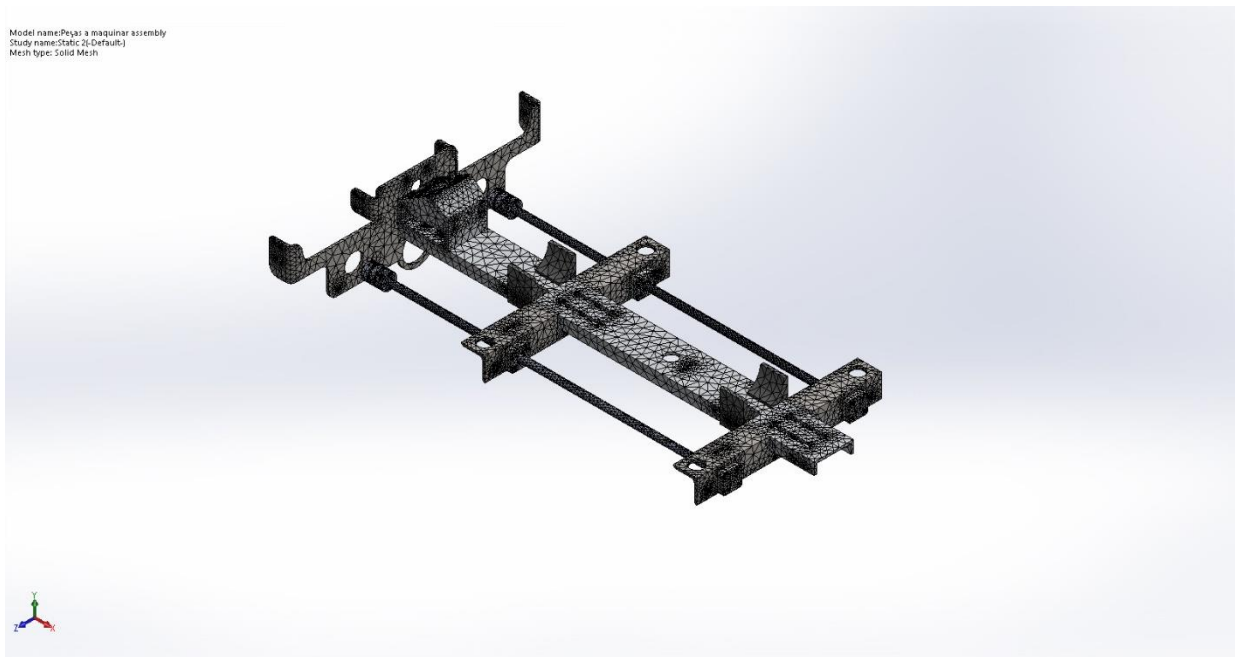


Figura 47 - Modelo com malha de 10,5mm

Conforme comprovam as figuras 48 e 49, temos um deslocamento máximo de 0,78mm e tensões máximas de 47,5MPa.

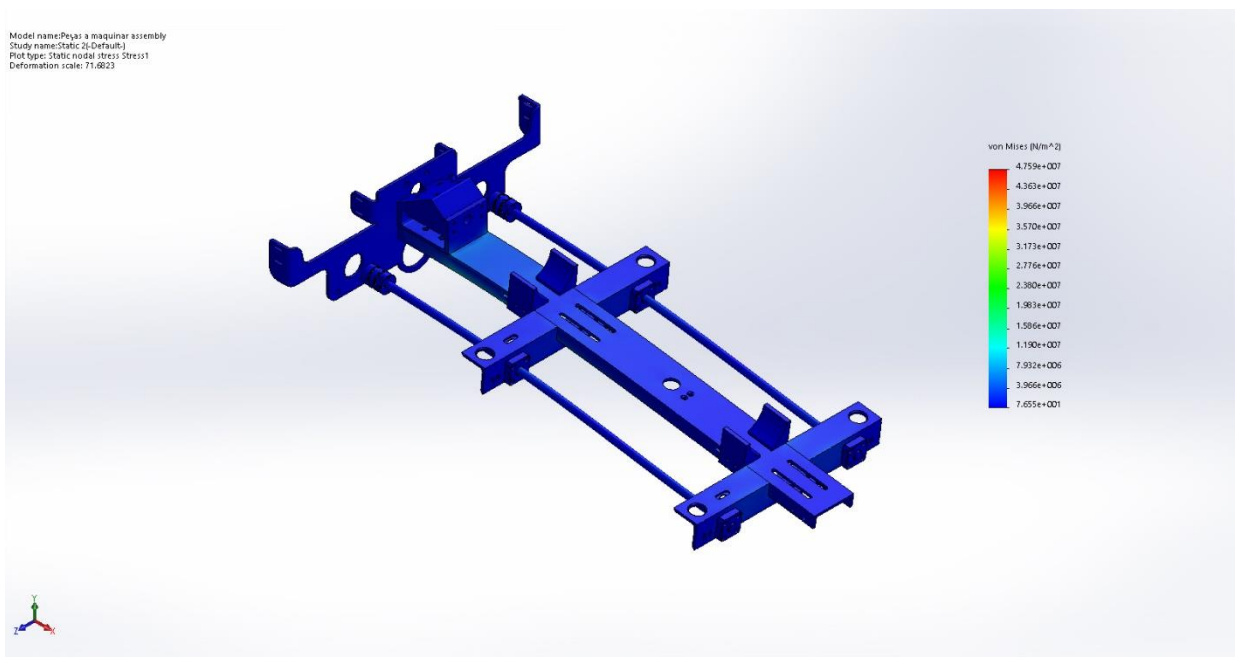


Figura 48 - Tensões de von Mises

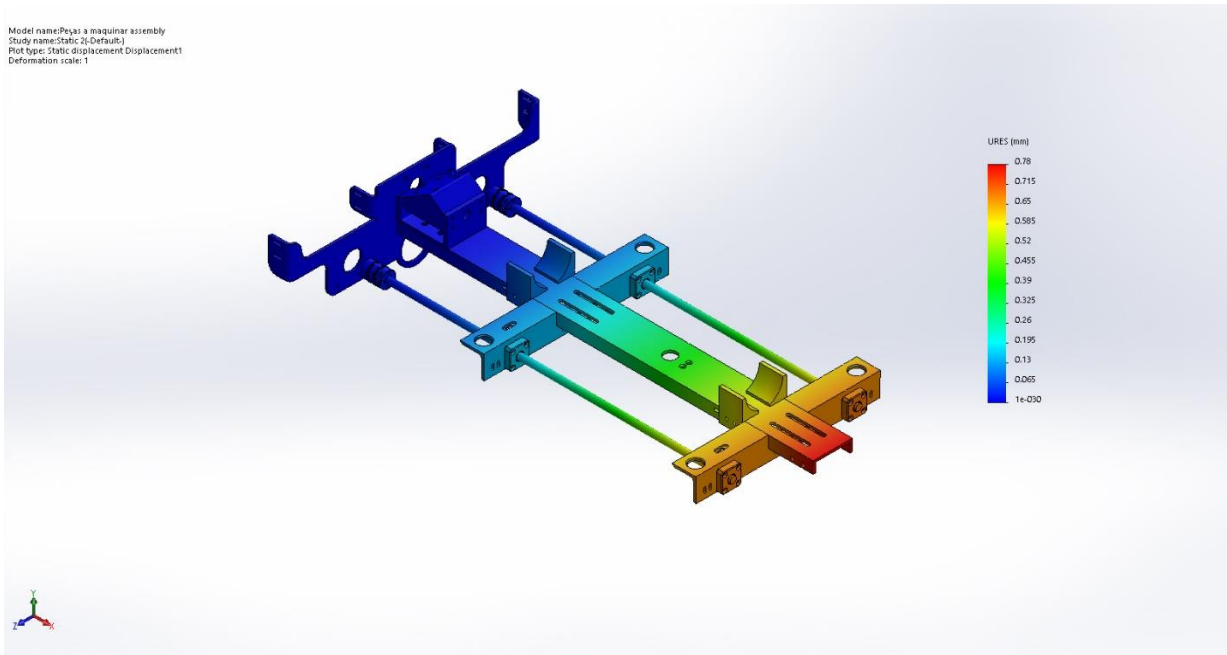


Figura 49 - Deslocamentos

Com este estudo podemos concluir que a rigidez deste conjunto é bastante superior ao da ferramenta anterior, muito devido aos materiais utilizados. Será expectável que a reprodutibilidade das colocações seja superior, permitindo uma maior eficácia do equipamento, o que resultará numa maior produtividade, traduzida pela redução de tempos de correções desta falha.

Após este projeto ter sido aprovado pela administração, foram pedidos vários orçamentos, tendo sido escolhida uma empresa sediada em Pombal para maquirar todas as peças necessárias, sendo os acessórios pneumáticos adquiridos diretamente. A montagem total do conjunto ficou a nosso cargo. Com o material todo reunido, foi iniciada a montagem, o que levantou desde logo algumas dificuldades de montagem, principalmente pelo facto de não terem sido colocadas tolerâncias nas cotas. Fora esta questão, a restante montagem ocorreu da melhor forma, conforme estava planeado. Para colocar a ferramenta em serviço aproveitamos um dia de paragem para manutenção, para proceder à sua substituição. Apesar de ter demorado muito tempo, cerca de doze horas, principalmente o ajuste do robot aos novos pontos, a passagem dos tubos pneumáticos e a validação da ferramenta em testes, o resultado final foi o desejado. Nas figuras seguintes (figura 50, 51 e 52) está ilustrado o resultado final, onde é visível o estado da nova ferramenta após algum tempo de funcionamento.

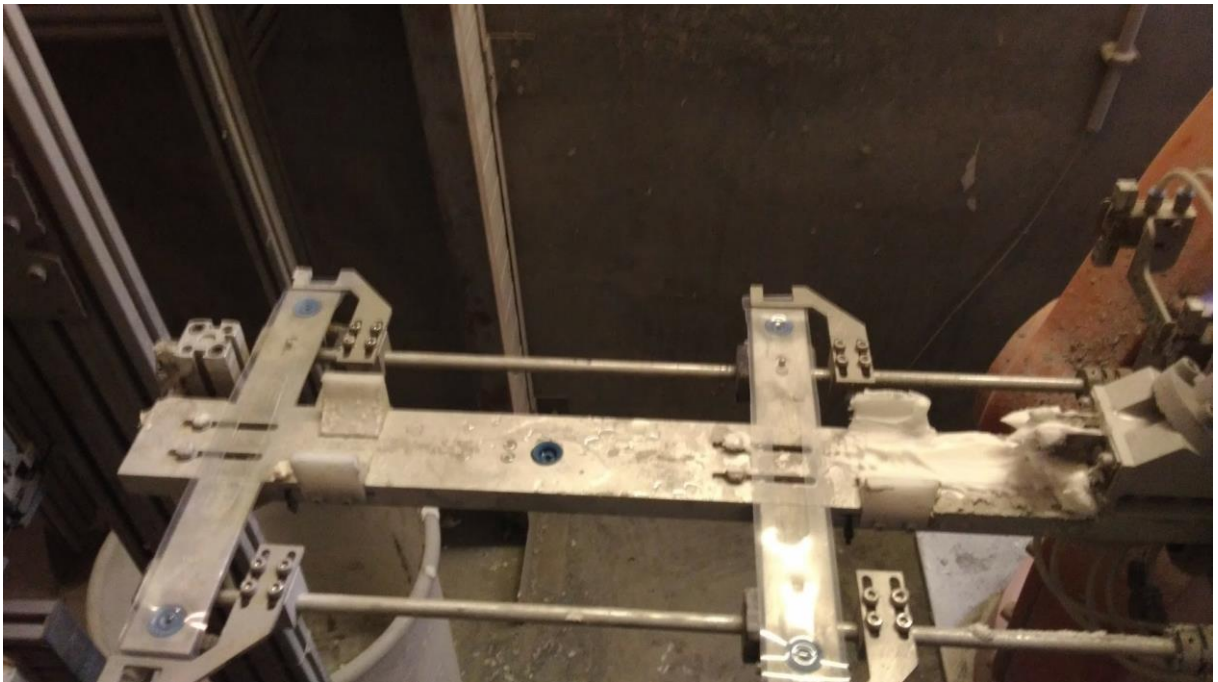


Figura 50 - Ferramenta do robot em produção

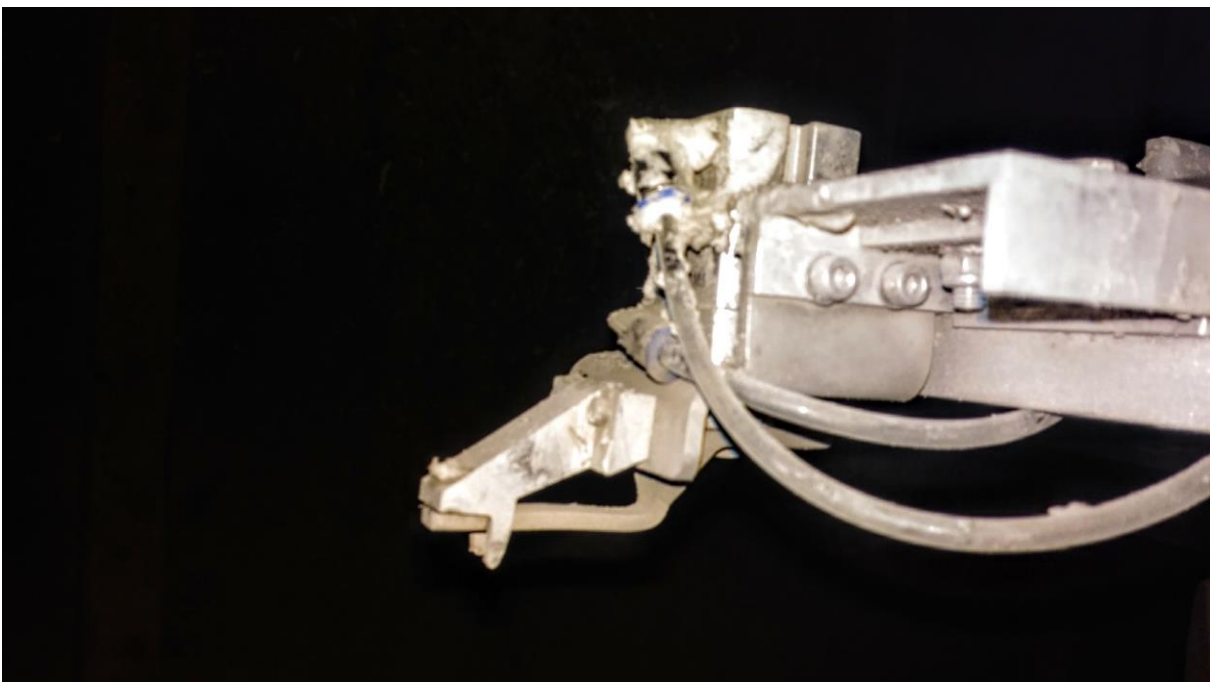


Figura 51 - Pormenor da zona frontal da ferramenta

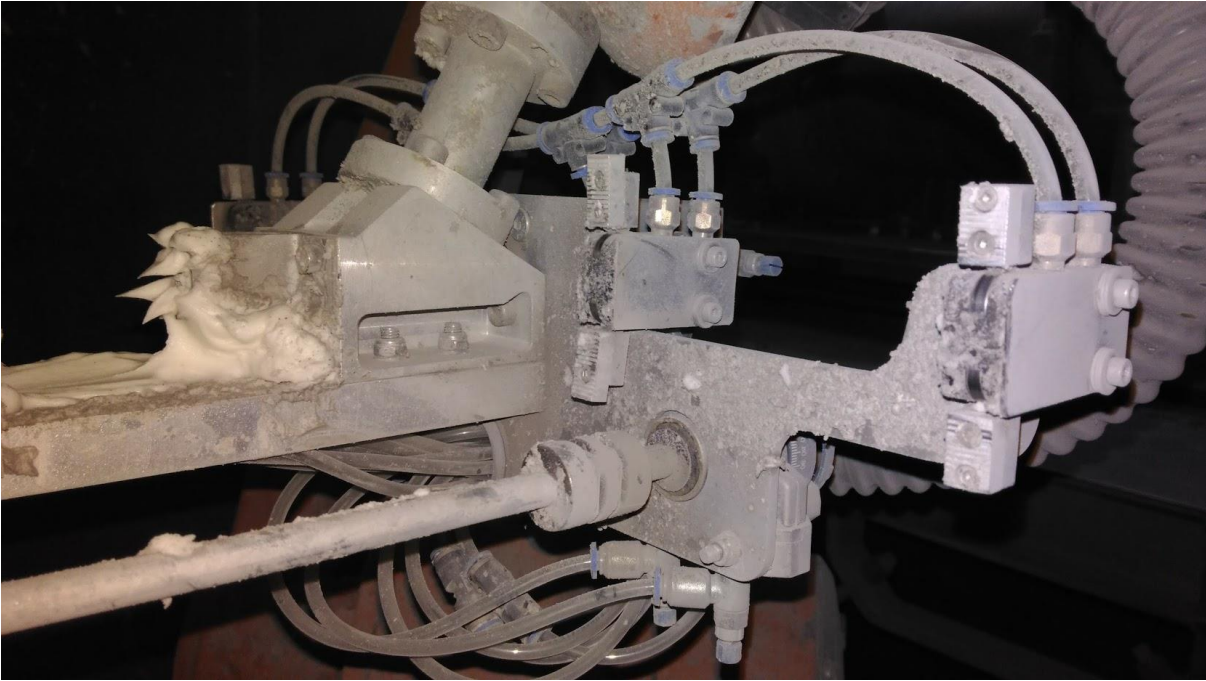


Figura 52 - Pormenor da zona traseira da ferramenta

### 5.3. Otimização da máquina de enchimento

Neste capítulo iremos abordar o trabalho desenvolvido numa oportunidade de melhoria encontrada numa máquina de enchimento.

Esta máquina tem a finalidade de encher os cartuchos com emulsão e colocá-los num tapete transportador que os leva até ao robot. Esta máquina é composta, essencialmente de componentes pneumáticos, atuados por electroválvulas ligadas a um autómato. Para realizar o estudo de como se conseguiria otimizar os ciclos da máquina comecei por fazer o levantamento dos ciclos totais da linha de produção, concluindo-se que era efetivamente a máquina de enchimentos que atrasava o tempo de ciclo total da operação.

Este trabalho teve como objetivo estudar e caracterizar os ciclos da máquina de enchimento neumax, analisar a possibilidade de otimização dos ciclos e apresentar proposta de melhoria.

Em primeiro lugar, para caracterizar os tempos de ciclos atuais da máquina em condições de funcionamento no campo de trabalho, fizemos um bypass ao tapete transportador de modo a que a Neumax trabalhasse sem essa limitação, filmamos o enchimento de quatro cartuchos e estudamos os seus ciclos, expondo-os num gráfico de gantt de modo a que fosse perceptível o tempo de ciclo em paralelo. Neste mesmo gráfico apresentamos as melhorias que estudámos serem possíveis e os ganhos recorrentes dessas propostas.

Da análise realizada, as melhorias propostas são as seguintes:

1- Fazer a recolha da manga enquanto a máquina está a efetuar o enchimento. Esta ação só é feita atualmente depois do cilindro do transfer para o tapete iniciar o movimento.

2- Após o cartucho estar cheio de emulsão, a manga cortada está pronta para o próximo enchimento, o transfer inicia o seu transporte, ocorre o ciclo de preparação, abertura da manga, insuflação, fecho das garras e subida para o bico de enchimento. O tempo total deste ciclo é inferior ao tempo de ciclo da transferência do cartucho para o tapete. Com isto conseguimos otimizar o tempo total de ciclo em cerca de 10 s.

Esta máquina esta dividida em 3 ciclos diferentes, o ciclo de preparação de uma manga plástica, em que essa manga se encontra bobinada sendo que a maquina corta a manga com o comprimento pretendido e solda uma das extremidades; o segundo ciclo é o ciclo de enchimento, em que um braço dotado de ventosas vai buscar a manga e prepara-a colocando-a em posição de ser inserida no bico de enchimento. No final do enchimento, começa o ciclo de transferência para o tapete transportador.

Uma vez que o ciclo de enchimento só se iniciava assim que o ciclo de transferência estivesse concluído, a proposta apresentada traz claras melhorias. Para tal, foi necessário estudar o código do autómato, identificando os movimentos que teríamos de alterar. Foi elaborado um algoritmo para que fosse fácil ao programador fazer as alterações fora do chão de fábrica, de modo que a paragem fosse o mais curta possível, quantificando o tempo ganho no ciclo.

O ciclo de enchimento resume-se ao seguinte algoritmo:

- 1- Cilindro C7 roda o braço para ir buscar a manga
  - a. Cilindro C8 Avança as ventosas para a frente
  - b. Confirmação de conjunto do fuso em baixo (c13)
  - c. Confirmação do sem-fim em baixo
- 2- Subida do sem-fim 65 mm
- 3- Cilindro c12 avança as garras de suporte da manga alinhado está com o bico
  - a. Garra de aperto da manga abre
  - b. Cilindro avança garra para suportar o cartucho C11
- 4- Insuflação da manga
- 5- Fecho das garras de aperto da manga C10
- 6- Cilindro das ventosas recua C8
- 7- Sobe conjunto completo do sem-fim
- 8- Confirma a posição do sem-fim a 500 mm
  - a. Confirma que o cilindro de transporte do cartucho está recuado (c18)
  - b. Sem-fim desce (enchimento do cartucho)
- 9- Garra de baixo de apoio ao cartucho fecha C15
  - a. Confirma descida total do sem-fim
- 10- Garra superior de suporte do cartucho C14 fechada
- 11- Abre as garras de aperto da manga C10
- 12- O conjunto do sem-fim afasta-se do cartucho C11
- 13- O conjunto do sem-fim desloca-se lateralmente C12
- 14- Desce o conjunto do sem-fim C13
- 15- Verifica se o braço que vai buscar a manga está subido C7

Uma vez que o ciclo de transferência será sincronizado com o ciclo de enchimento, também desenvolvemos um algoritmo para este caso:

- 1- Cilindro de transporte recuado C18

- a. Transfer está na vertical C17
- b. Cilindro para rodar o conjunto completo 90º recuado C16
- c. Garras C14 e C15 fechadas
- 2- Verifica se há ordem do tapete para avançar
- 3- Avança o cilindro de transporte C18
- 4- Roda o transfer C17
- 5- Avança o cilindro para rodar o conjunto completo 90º para efetuar a entrega ao tapete C16
- 6- Abertura das duas garras para deixar cair o cartucho C14 e C15
- 7- Roda o conjunto completo para a posição inicial C16
- 8- Roda o transfer C17
- 9- Recua o transfer de transporte para a posição inicial C18

Como a proposta de alteração, os ciclos mantêm-se iguais, com a diferença de que a atuação nº1 do ciclo de enchimento é iniciado pela atuação nº 7 do ciclo de enchimento, para que enquanto o cartucho está a ser cheio, já esteja em preparação a manga do próximo. Quando é iniciada a transferência, atuação nº1 do ciclo de transferência, para que o tapete rolante inicie a atuação nº2 do ciclo de enchimento, de modo a aproveitar o tempo de transferência para acabar a preparação da manga e iniciar a inserção da manga no bico de enchimento.

A etapa seguinte consistiu em fazer a implementação da alteração, na qual o programador fez o trabalho em back office. A implementação das alterações em campo foi apenas de validações e testes de possíveis falhas e interrupções de ciclo, ficando as alterações validadas em produção no próprio dia.

Durante a implementação não foi possível aplicar o ciclo tão curto como estava previsto, pois era necessário ter um sinal que confirmasse que o transfer saía da zona do enchimento, de modo a não ocorrerem colisões. O único sinal que tínhamos era que o transfer tinha chegado à zona do tapete, estando o servo-motor à espera dessa confirmação para poder subir. Foi agendada uma alteração em que colocaríamos um sensor no cilindro do transfer logo na zona onde o transfer está fora da zona de colisão, pedindo, o servo-motor, a confirmação necessária para subir e colocar o cartucho no bico de enchimento.

Participar na implementação, colocação de sensores necessários e fazer os testes de validação para a alteração poder estar em produção levou a que esta tarefa foi muito enriquecedora, pois foi necessário efetuar o levantamento de tempos de ciclo, análise de oportunidades de melhoria, estudo e proposta da mesma.

Como conclusão, fizemos um gráfico de gantt com os valores reais de ciclo após a alteração e verificamos que na realidade ganhámos 14s no tempo de ciclo da máquina, apesar do tempo

de ciclo total ser muito influenciado pela variação de viscosidade das emulsões. Quando temos viscosidades baixas conseguimos tempos de ciclo da máquina de cerca de 62 segundos, o que nos coloca quase ao mesmo nível dos restantes equipamentos.

#### 5.4. Projeto e instalação de um ciclone

Nesta seção é apresentado o trabalho desenvolvido relativo ao projeto de instalação de um ciclone e sua posterior instalação. O ciclone tem como função fazer a separação das partículas sólidas que se encontram em suspensão na corrente gasosa. Após a produção dos materiais nanométricos, o produto é coletado em 2 cisternas (cisternas A e B) com o recurso a dois ciclones (ciclone A e B) associados respetivamente a cada uma das cisternas. Para aumentar a eficiência na recolha, pretende-se alterar o reciclone B, colocando um equipamento de maior capacidade. Além disso, pretende-se acrescentar ao traçado da tubagem atual, a possibilidade de recircular a corrente gasosa entre o reciclone e a cisterna e ainda criar uma tubagem que permita a ligação direta da cisterna ao equipamento designado por scrubber.

Devido ao facto de existirem dois pontos de recolha e apenas um dos ciclones existentes apresenta as características adequadas ao sistema, foi decidido avançar com a aquisição de um ciclone igual ao que apresenta as características adequadas.

Em virtude do hangar designado de módulo de produção ter as seguintes restrições: área livre disponível muito pequena; grandes dimensões do equipamento e; pé direito com diferentes alturas ao longo do módulo devido à existência de equipamentos instalados em altura e calhas da instalação elétrica; necessidade de ocasionalmente circular em veículos de carga ou de elevação. Todas as restrições enunciadas tornam-se variáveis muito restritivas na escolha da localização para instalação do equipamento. Na tomada de decisão avaliaram-se algumas localizações, analisando qual a situação mais favorável e que cumpre todas as nossas necessidades, optando-se pela configuração que a seguir vai ser abordada.

O novo ciclone será instalado conforme indicado na figura 53, mantendo-se no mesmo local o atual reciclone A, mas alterando-se as tubagens de ligação. O ciclone antigo, que recolhia o pó do vaso de expansão A, que se encontra instalado em frente ao vaso de expansão B passará a estar ligado ao vaso de expansão B e o novo ciclone ligado ao vaso de expansão A. A instalação das tubagens seguirá o esquema apresentado na figura 53.

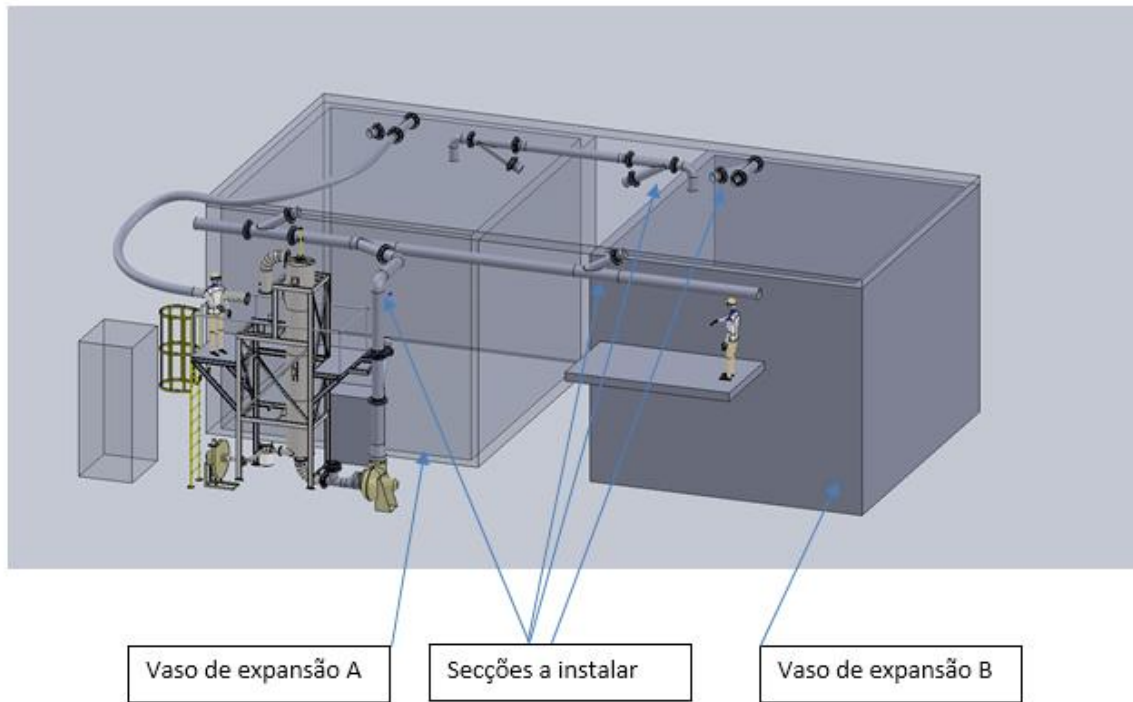


Figura 53 - Esquema da instalação do novo ciclone

O equipamento comprado apenas consistia na estrutura, no ciclone, no reciclone e no ventilador de menores dimensões para a reintrodução das partículas do reciclone no ciclone. Todos os restantes componentes teriam de ser projetados. Na tubagem do ventilador de aspiração o resultado do projeto é apresentado na figura 54. A montagem do conjunto de aspiração consiste na ligação à saída de exaustão do reciclone, existindo uma válvula para entrada de ar fresco para quando os vasos de expansão estiverem fechados, o ventilador não trabalhe em vazio, criando uma depressão em toda a tubagem e no ciclone. A seguir ao ventilador existe uma redução do diâmetro da saída do ventilador para o diâmetro da tubagem. Esta redução é suspensa devido ao ventilador ser construído totalmente em PP e com as vibrações poder-se-ia partir caso acoplássemos a tubagem no ventilador. Sendo assim, a união será feita através de uma junta flexível para compensar a folga existente. Temos também um Y para desviar os gases para o scrubber, que tem como função lavar os gases e fazer a sua exaustão. A tubagem que encaminha os gases para o scrubber é a que se encontra em altura, paralela ao chão, podendo ser a corrente gasosa derivada para o vaso de expansão de modo a poderem passar novamente pelo ciclone.



Figura 54 - montagem geral da tubagem de exaustão

No conjunto representado na figura 53 existe o primeiro subconjunto representado na figura 55 e 56 em que a flange do lado esquerdo será soldada na curva existente na saída do reciclone, possuindo um T com uma válvula para que quando as válvula da saída da cisterna estiverem fechadas o ventilador trabalhe sem esforço, admitindo ar do exterior, este T acaba com um redutor excêntrico que possui o mesmo diâmetro que a entrada do ventilador, este redutor ficará afastado da admissão do ventilador por este ser de material polimérico e poder partir se estiver diretamente ligado à tubagem de admissão. O resto dos constituintes deste conjunto são apenas tubagens com derivações, válvulas e flanges soldadas.

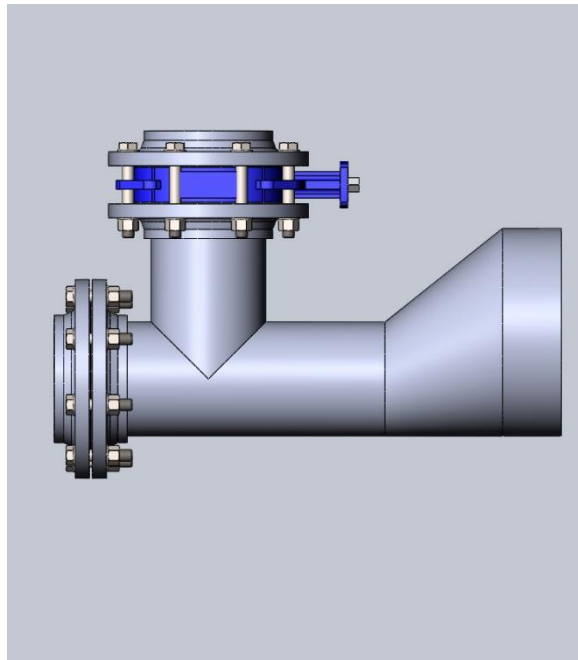


Figura 55 – Projeto do Subconjunto de saída do reciclone e admissão de ar fresco



Figura 56 - Subconjunto de saída do reciclone e admissão de ar fresco instalado

Para além deste conjunto, tiveram de ser alteradas as condutas de recirculação dos vasos de expansão, acrescentado um Y na saída e outro Y na entrada do vaso de expansão B. Estes conjuntos estão representados no topo das caixas dos vasos de expansão apresentados na figura 53 e em pormenor na figura 57, com respetivas válvulas de borboleta e atuadores, flanges e cones de redução para a instalação de tubos flexíveis de PU com reforço metálico em espiral. Também foi necessário instalar um Y na tubagem principal de ligação ao scrubber para fazer a ligação direta do vaso de expansão B a este, igual ao já instalado no vaso de expansão A.

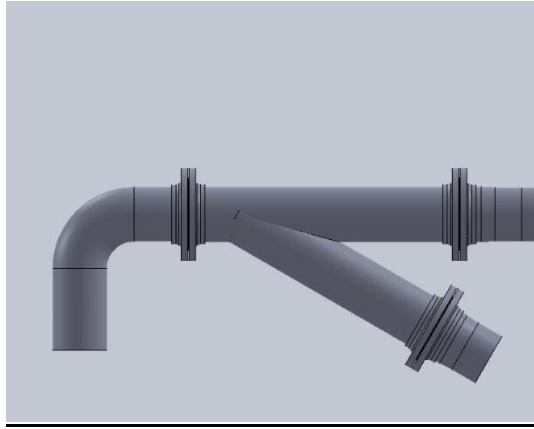


Figura 57 - Y de recirculação da cisterna

Após esta etapa estar aprovada por todos os responsáveis, iniciou-se a elaboração do caderno de obra, no qual se incluiu toda a descrição, desenhos e quantidades das peças necessárias, todos os trabalhos de instalação e alteração necessários, a calendarização dos trabalhos e a previsão do número de trabalhadores, incluindo as especializações necessárias. Com o planeamento deste trabalho efetuado, conseguimos uma boa aproximação do que íamos precisar para a obra, incluído o tempo de paragem da fábrica.

O tempo máximo que nos deram para parar a fábrica, realizar os trabalhos e re arranque da fábrica, foi de apenas uma semana.

Atendendo que o projeto foi realizado por mim, fui responsável, com a ajuda do Engenheiro Sílvio Pratas, por conduzir as três equipas de trabalho mecânico e mais uma equipa de eletricitistas.

A obra foi concluída dentro do prazo estipulado e sem grandes contratempos.

Apesar de alguns pormenores que não foram previstos durante o projeto. O planeamento correto foi decisivo para isto ter acontecido porque a obra foi de alguma complexidade, com muitos trabalhos diferentes e sequenciados com necessidade de algum grau de planeamento de tarefas.

## 6. CONCLUSÃO

---

O estágio decorreu dentro dos objetivos inicialmente propostos, serviu para uma boa integração no mercado de trabalho. Foi uma experiência muito enriquecedora do ponto de vista prático visto que permitiu lidar com equipamentos industriais e participar ativamente no desenvolvimento, implementação e colocação em funcionamento dos mesmos, aprendendo na prática como funciona uma fábrica no geral, os equipamentos, gestão de projetos, gestão de equipas, sistemas de automação industrial e robótica.

Para além da parte de projeto, este estágio foi particularmente enriquecedor por ter a oportunidade de conviver e intervir em muitos equipamentos diferentes, tais como, ventiladores, válvulas com atuação pneumática, bombas pneumáticas, automação e controlo de sistemas, sistemas elétricos de alta potência, máquinas com grande nível de automação, braços robóticos, análise de dados de produção, revisão de quadros elétricos com PLC, experimentação laboratorial de equipamentos para colocação em produção industrial, ciclones, precipitadores electrostáticos, etc...

Relativamente a trabalhos futuros que se consideram pertinentes desenvolver no seguimento deste trabalho, indicam-se os seguintes:

- Iniciar o Projeto de substituição das tubagens flexíveis para tubagens rígidas de polímero;
- Estudar o sistema de iniciação;
- Analisar e propor melhorias a estanquicidade de todo o sistema.



## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- C. Suryanarayana, *International Materials Reviews*, 40-2 (1995) 41.
- H. Gleiter, *Acta Materialia*, 48 (2000) 1.
- S. Seal, S. C. Kuiry, P. Georgieva e A. Agarwal, *MRS Bulletin*, January (2004) 16.
- R.A. Andrievski e A. M. Glezer, *Scripta Materialia*, 44 (2001) 1621.
- K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven e S. Suresh, *Acta Materialia*, 51 (2003) 5743.
- H. Van Swygenhoven, W. Wagner e J. Löffler, *Materials Science Forum*, 225-227 (1996) 745.
- D. G. Morris e M. A. Morris, *Materials Science Forum*, 235-238 (1997) 861.
- M. Zhao, J. C. Li e Q. Jiang, *Journal of Alloys and Compounds*, 361 (2003) 160.
- A. Ovid'ko, *Nanostructures: Synthesis, Functional Properties and Applications*, ed. T. Tsakalakos (2003) 205.
- A. Fedorov, M. Yu. Gutkin e I. A. Ovid'ko, *Scripta Materialia*, 47 (2002) 51.
- Y. Estrin, G. Gottstein e L. S. Shvindlerman, *Scripta Materialia*, 50 (2004) 993.
- A. Ovid'ko e A. G. Sheinerman, *Acta Materialia*, 52 (2004) 1201.
- D. G. Morris, *Materials Science Forum*, 269-272 (1998) 11.
- C. C. Koch, D. G. Morris, K. Lu e A. Inoue, *MRS Bulletin*, February (1999) 54.
- F. H. Froes, O.N. Senkov e E. G. Baburaj, *Materials Science and Engineering A*, 301 (2001) 44.
- J. Martinho, *O uso de explosivos na escavação de túneis: implementação do dimensionamento de diagramas de fogo em folhas de cálculo*, (2012).
- N. Neves, *Al-doped ZnO ceramic sputtering targets based on nanocrystalline powders produced by emulsion detonation synthesis – deposition and application as a transparent conductive oxide material*, (2015).