

UNIVERSIDADE FEDERAL DA GRANDE DOURADOS - UFGD
FACULDADE DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA - FACET
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA AMBIENTAL

ESMAEL DIAS PRADO

SISTEMA DE AQUECIMENTO CONTROLADO
PARA CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DE SÓLIDOS

Dourados - MS
Fevereiro de 2020

ESMAEL DIAS PRADO

**SISTEMA DE AQUECIMENTO CONTROLADO
PARA CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DE SÓLIDOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental.

Área de concentração: Ciência Ambiental
Orientadora: Profa. Dra. Seila Rojas de Souza
Coorientador: Prof. Dr. Eduardo José de Arruda

**Dourados - MS
Fevereiro de 2020**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP).

P896s Prado, Esmael Dias
Sistema de aquecimento controlado para caracterização elétrica de sólidos [recurso eletrônico]
/ Esmael Dias Prado. - 2020.
Arquivo em formato pdf.

Orientadora: Seila Rojas de Souza.
Coorientador: Eduardo José de Arruda.
Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Ambiental) - Universidade Federal da Grande
Dourados, 2020.

Disponível no Repositório Institucional da UFGD em:
<https://portal.ufgd.edu.br/setor/biblioteca/repositorio>

1. Controle de temperatura. 2. Célula de aquecimento. 3. Caracterização elétrica. I. Souza,
Seila Rojas de. II. Arruda, Eduardo José de. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

©Direitos reservados. Permitido a reprodução parcial desde que citada a fonte.



Termo de Aprovação

Após apresentação, arguição e apreciação pela banca examinadora, foi emitido o parecer APROVADO, para a dissertação intitulada: "**Sistema de Aquecimento Controlado Para Caracterização Elétrica Em Sólidos**", de autoria de **Esmael Dias Prado**, apresentada ao Programa de Mestrado em Ciência e Tecnologia Ambiental da Universidade Federal da Grande Dourados.

Prof.^a/Dr.^a Seila Rojas de Souza
Presidente da banca examinadora

Prof. Dr. Orlando Moreira Junior
Membro Examinador (UFGD/FAEN)

Prof. Dr. Eduardo Antonelli
Membro Examinador (UNIFESP)

Dourados/MS, 27 de Fevereiro de 2020.

A Deus.

*Dedico também à minha
esposa Elaine e aos meus
pais Ismael e Zilda.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, por estar comigo em todos os instantes e por ter proporcionado minha existência com saúde, me capacitando e ajudando a superar cada obstáculo enfrentado durante essa caminhada.

À minha família, por sempre incentivar e acreditar que seria capaz, principalmente minha esposa, Elaine, por todo companheirismo e compreensão nas ausências e neuras.

Aos meus pais Ismael Prado e Zilda Prado, os quais acompanham com orações todos os meus passos e me fazem lutar por um viver melhor.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental por proporcionar a possibilidade de realização desse trabalho.

À Profa. Dra. Seila Rojas de Souza, por toda dedicação, aconselhamentos e ensinamentos, os quais foram fundamentais para realização deste trabalho como orientadora e especialmente ao acolhimento a este projeto.

Ao Prof. Dr. José Ezequiel de Souza, pelos ensinamentos e apoio dado, os quais muito contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho, colaborando com as ideias, equipamentos, com a preparação e caracterização das amostras, também pelas conversas e amizade.

Ao meu coorientador Prof. Dr. Eduardo José de Arruda, pela orientação e, especialmente, por proporcionar o meu desenvolvimento acadêmico, profissional e acreditar que seria capaz de realizar mais um ciclo de vida profissional.

Em especial, ao Prof. Dr. Anderson Rodrigues Lima Caires, que ajudou em um momento difícil da minha vida profissional, em conjunto com o Prof. Dr. Eduardo José de Arruda, permitindo um novo caminho que tornou possível o chegar a esta dissertação.

Ao Prof. Dr. Eriton Rodrigo Botero, pelo apoio, incentivo, disponibilizar recursos e equipamentos para realização do trabalho.

Ao Prof. Dr. Evaristo Alexandre Falcão, por disponibilizar alguns de seus componentes e equipamentos para realização do trabalho.

Ao Prof. Dr. Eduardo Antonelli, que colaborou com amostras, dados e conselhos que permitiram o enriquecimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Orlando Moreira Junior Santiago, pelos conhecimentos científicos transmitidos sobre engenharia.

Ao Prof. Dr. Ramon Eduardo Pereira Silva, pela disponibilização da câmera termográfica usadas em diversos experimentos realizados neste trabalho.

À Profa. Dra. Patrícia Hatsue Suegama, por suas explicações sobre espectroscopia de impedância.

A todos os demais professores que de forma direta ou indireta contribuíram para que esse trabalho pudesse ser realizado.

Ao técnico em mecânica José Carlos Venturin, amigo e colega de trabalho de muitos anos, que auxiliou com o processo de usinagem e desenho técnico em computador.

À Faculdade de Engenharia de Energia com a disponibilização dos seus professores e técnicos e em especial dos laboratórios LABCOM e LABMEM, e suas infraestruturas.

À Universidade Federal de São Paulo - Campus São José dos Campos e Instituto de Física de São Carlos - Universidade de São Paulo por disponibilizar amostras ferroelétricas.

Aos técnicos e colegas de laboratórios: Enderson, Eliene, Poliane, e Willian pela amizade, pela convivência e por toda ajuda prestada.

Aos amigos de longa data Ronnei Peterson, Dr. Marcelo Teixeira e Valquir Lira que sempre ajudaram com boas palavras de incentivo.

Às agências financiadoras: Capes, Fundect e CNPq, pelo apoio financeiro.

Enfim, agradeço a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização desta dissertação.

“Comece fazendo o que é necessário, depois o que é possível e, de repente, você estará fazendo o impossível.”

São Francisco de Assis (1182 - 1226)

RESUMO

Prado, E. D. **Sistema de aquecimento controlado para caracterização elétrica de sólidos**. 2020. 133 p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados, 2020.

A Espectroscopia de Impedância, EI, é uma importante ferramenta de caracterização das propriedades elétricas sendo utilizada na pesquisa e desenvolvimento de novos materiais, e também em diversos setores da indústria relacionados a fabricação e controle de qualidade. Um fator importante na aplicação da técnica é o controle de temperatura nas amostras analisadas, bem como medição da linearidade na taxa de aquecimento no interior das amostras, uma vez que a sensibilidade térmica dos materiais influencia de maneira significativa nos resultados de suas propriedades elétricas. O presente trabalho apresenta a construção de um sistema de aquecimento vertical controlado e monitorado por computador, pretendendo a estabilidade e controle térmico, para avaliação elétrica por EI de diferentes materiais sólidos. O sistema é composto basicamente por três seções: software de controle e aquisição de dados, sistema de controles de temperatura e potência, e o próprio forno. Um fator importante na construção do sistema foi o esforço em reduzir os custos envolvidos, a fim de permitir o acesso a uma tecnologia considerada onerosa dentro do cenário nacional. O forno construído permite a realização de análises da temperatura ambiente até 400 °C, tendo esses limites sido delimitados pelas necessidades próprias dos materiais a serem estudados pelo grupo de pesquisa. Um total de 6 eletrodos instalados na parte superior do forno permite a avaliação elétrica de até 5 amostras. Para a obtenção da linearidade da taxa de aquecimento, garantindo controle e eficiência das medidas, utilizou-se um sinal de 4 a 20 mA de um controlador de temperatura, que comanda a tensão retificada da rede elétrica via modulação de largura de pulso (PWM). Um software de controle utiliza o protocolo Modbus (RTU), com comunicação através da porta (USB) serial emulada, buscando os dados do controlador sincronizadamente com o relógio de tempo real do computador. Este software também permite configurar o programa interno do controlador e visualizar graficamente em tempo real os parâmetros de temperatura, rampa de controle e potência percentual consumida pelo forno. A aferição da temperatura foi feita com um multímetro digital de alto desempenho e a utilização de um sistema de multiplexação para 6 sensores. A validação do sistema foi feita por meio de medidas em duas amostras ferroelétricas distintas, BaTiO₃ (titanato de bário policristalino) e TGS (sulfato de triglicina monocristalino). Verificou-se, como já bem estabelecida na literatura, a dependência entre o pico da constante dielétrica dos materiais em função da temperatura, permitindo considerar como uma validação padrão do sistema construído.

Palavras-chave: 1. Controle de temperatura. 2. Célula de aquecimento. 3. Caracterização elétrica.

ABSTRACT

Prado, E. D. **Controlled heating system for use in electrical characterization of solids**. 2020. 133 p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados, 2020.

Impedance Spectroscopy, IE, is an important tool for characterizing electrical properties and it is used in the research and development of new materials, as well as in various sectors of the industry related to manufacturing and quality control. An important factor in the application of the technique is the temperature control in the analysed samples, as well as measuring the linearity in the heating rate inside the samples, since the thermal sensitivity of the materials generally significantly influences the results of the electrical properties. The present work presents the construction of a vertical heating system controlled and monitored by computer, aiming at stability and thermal control, for electrical evaluation by IE of different solid materials. The system is basically composed of three sections: data acquisition and control software, temperature and power control system, and the oven itself. An important factor in the construction of the system was the effort to reduce the costs involved, in order to allow access to a technology considered costly within the national scenario. The built heating system allows the analysis of ambient temperature up to 500 °C, with these limits being defined by the specific needs of the materials to be studied by the research group. A total of 6 electrodes installed on the top of the oven allow the electrical evaluation of up to 5 samples. To obtain the linearity of the heating rate, ensuring control and efficiency of the measurements, a 4 to 20 mA signal from a temperature controller was used, which controls the rectified voltage of the electrical network via pulse width modulation (PWM). A control software uses the Modbus protocol (RTU), with communication through the emulated serial (USB) port, searching the controller data synchronously with the computer's real time clock. This software also allows configuring the internal program of the controller and graphically displaying in real time the parameters of temperature, control ramp and percentage power consumed by the oven. The temperature was measured with a high-performance digital multimeter and the use of a multiplexer for 6 sensors. The system was validated by measurements on two different ferroelectric samples, BaTiO₃ (polycrystalline barium titanate) and TGS (monocrystalline triglycine sulfate). It was verified, as already well established in the literature, the dependence between the peak of the dielectric constant of the materials as a function of temperature, allowing to consider as a standard validation of the constructed system.

Keywords: 1. Temperature control. 2. Heating cell. 3. Electrical characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Representação esquemática do forno em corte vertical total frontal e seus elementos construtivos interno (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até o) no texto.	42
Figura 2 -	Detalhamento e representação esquemática da tampa e eletrodos em corte vertical total frontal e seus componentes interno (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até y) no texto.....	43
Figura 3 -	Esquema frontal em perspectiva do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno (sem escala). (a) Controlador de temperatura NOVUS N1200 USB, (b) Indicador analógico de potência de saída, (c) Indicador luminoso de potência de saída, (d) Conexão da porta USB B.	45
Figura 4 -	Desenho traseiro em perspectiva do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno (sem escala). (a) Chave geral da rede elétrica (Liga/Desliga), (b) Fusível de proteção de saída PWM, (c) Saída de 12V contínuo para ventoinha, (d) Tomada de saída PWM para conexão do forno, (e) Fusível de proteção geral da rede elétrica, (f) Tomada de conexão geral da rede elétrica, (g) Entrada do cabo sensor termopar de temperatura do forno.....	45
Figura 5 -	Diagrama de blocos funcional simplificado do sistema eletrônico de controle geral do forno. Detalhes sobre cada bloco no texto.	46
Figura 6 -	Conexão e funcionamento geral do Sistema de aquecimento controlado e dispositivos de medidas. Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até m) no texto.....	49
Figura 7 -	Imagens fotográfica da montagem inicial do forno (ver detalhes no texto).	55
Figura 8 -	Imagens fotográfica da montagem inicial do forno. (a) resistência elétrica energizada; (b) detalhe da mistura de MGO/PVB depois da queima; (c) efeito da temperatura nos fios de alimentação da resistência, (d) fusão do isolamento térmico em lâ de vidro, (e) resistência adquirida, para forno 110V/1000W; (f) detalhe da montagem da conexão elétrica para alta temperatura.	56
Figura 9 -	Imagens fotográficas da montagem inicial do forno: (a) nova resistência elétrica de 110V/1000W instalada na base adaptada em espiral; (b) detalhe inferior da resistência e os novos parafusos de aço inox; (c) detalhe da distribuição da resistência no fundo do revestimento tubular cerâmico do forno, (d) revestimento em chapa de aço inox para segurar a mistura MGO e blindagem eletrostática da resistência, (e) distribuição da temperatura na nova resistência, avaliada por câmara térmica; (f) detalhe da queima da mistura de MGO/PVB ocorrida após o aquecimento da nova resistência.	57
Figura 10 -	Valores de corrente e potência sobre a resistência utilizada em função da tensão aplicada.	59

Figura 11 - Imagem fotográfica do ensaio inicial da resistência para verificação da temperatura.....	59
Figura 12 - Imagens fotográfica dos passos de montagem do forno (ver detalhes no texto).	60
Figura 13 - Comportamento da temperatura e tensão do forno em função do tempo.	61
Figura 14 - Medidas da temperatura (NOVUS) do forno em função da tensão aplicada.....	61
Figura 15 - Imagens termográfica do forno à 500 °C e as respectivas regiões em fotografias convencionais no espectro visível (ver detalhes no texto).....	62
Figura 16 - Imagens fotográfica dos passos de montagem da tampa do forno. Ver detalhes no texto.....	64
Figura 17 - Imagens fotográfica dos passos para resolução de interferências elétricas e térmicas e da blindagem eletrostática (a, b, c) e mudanças no eletrodo (d). Ver detalhes no texto.....	65
Figura 18 - Detalhamento da montagem da placa de controle geral de conversão de corrente em PWM (PCGDCEPWM). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até n) no texto.	66
Figura 19 - A: Detalhamento construtivo placa eletrônica de controle de Carga 1 - PCC1. B: Detalhamento construtivo placa eletrônica de alimentação do cooler. Detalhes sobre cada elemento no texto.	67
Figura 20 - Detalhes construtivos do indicador analógico de potência de saída anterior e posterior do medidor. (a) potenciômetro miniatura ajustável de máxima escala.....	67
Figura 21 - Detalhamento construtivo do indicador luminoso. (a) Três super LED ligado em série e resinado, (b) Resistores associado para suportar o PWM de 179Vcc, (c) Indicador visual finalizado em funcionamento.....	68
Figura 22 - Detalhamento construtivo do conector USB tipo B ao controlador NOVUS. (a) Parafusos de fixação e cabo de conexão e, (b) conector USB fixado na estrutura.....	68
Figura 23 - Detalhe construtivo do sistema eletrônico de controle de temperatura montagem do chassi sem a placa eletrônica de pré-carga e com placa de pré-carga. Detalhes sobre cada elemento no texto.....	69
Figura 24 - Imagens fotográficas da montagem final do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno. (a) Visualização frontal do sistema controlador, (b) Visualização traseira do sistema controlador.....	69
Figura 25 - Imagens fotográfica de um módulo Isolador Adum 4160 USB.	71

Figura 26 -	Detalhamento e representação esquemática do sistema de aterramento e isolamento galvânico (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até h) no texto.	71
Figura 27 -	Imagens fotográficas da montagem dos módulos adicionais eletrônicos de potência do forno. (a) Instalação dos capacitores de filtragem parte do filtro PI, (b) Filtro duplo PI. (c) Circuito Supressor de Transiente e Conversor Buck. (d) Montagem das placas adicionais no sistema controlador.	73
Figura 28 -	Formato de onda e período em microssegundos do PWM em 100 % de carga.	75
Figura 29 -	Diagrama de blocos de funcionamento geral do Software RTU Verificador.	76
Figura 30 -	Impressão da tela Software RTU Verificador 1.0.	77
Figura 31 -	Diagrama de blocos de funcionamento geral do Software Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA.	78
Figura 32 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA, apresentando a aba “CONEXÃO/DADOS”.	79
Figura 33 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA, apresentando a aba “AGILENT 34410A”.	79
Figura 34 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA, apresentando a aba “PROGRAMA”.	80
Figura 35 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA aba “GRÁFICO”.	80
Figura 36 -	Esquema simplificado do multiplex (ver detalhes no texto).	83
Figura 37 -	Montagem do sistema multiplex (ver detalhes no texto).	85
Figura 38 -	Detalhes construtivos de alguns componentes do sistema multiplex (ver detalhes no texto).	85
Figura 39 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA/MULTIPLEX, aba “CONEXÃO/DADOS”.	87
Figura 40 -	Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA/MUTIPLEX, aba “GRÁFICO”.	87

Figura 41 - Montagem do sensor PT100 sobre o resistor de referência para o multiplex (a) para inserção em vaso de Dewar e, (b) para inserção em caixa térmica de isopor e espumas.....	89
Figura 42 - Variação da resistência de referência e a da temperatura ao longo do tempo.	89
Figura 43 - Comparação da resistência de referência versos a temperatura, sem e com multiplex.	90
Figura 44 - Detalhe dos processos de calibração entres os sensores: (a) exemplo da junção do par PT100; (b) todos os pares agrupados, prontos para serem inseridos na caixa térmica; (c) sensores presos em bloco de cobre para o processo de calibração de referência.	92
Figura 45 - Leitura da temperatura por meio do bloco de cobre, por longo tempo para verificar a estabilidade, com todos os sensores juntos, em uma caixa de isopor e sala com ar condicionado.	93
Figura 46 - Registro de temperatura no ensaio de funcionamento do Multiplex e do controlador NOVUS entre 25 °C e 325 °C, com sensores unidos por um bloco de cobre.	94
Figura 47 - Desvio de temperatura entre sensores do multiplex e NOVUS em função da temperatura. Como referência foram tomados os valores do Canal 1.	95
Figura 48 - Sistema Multiplex instalado entre o multímetro Agilent e o forno.	96
Figura 49 - Detalhes da instalação dos sensores no porta-amostras. (Sn) Sensor n no canal n, com n = 1, 2, 3, 4 e 5, e (SR) Sensor do controlador NOVUS.	96
Figura 50 - Rampa de 400 °C com taxa de 2 °C/min controlada pelo NOVUS em conjunto com a aquisição de temperatura por Multiplex e Multímetro Agilent.	97
Figura 51 - Imagem de posicionamento de amostras para referência na interpolação de valores de temperatura.....	99
Figura 52 - Comparativo das medições de temperatura em função do tempo, durante rampa com taxa de 2 °C/min e posterior resfriamento natural.....	100
Figura 53 - Detalhe do comportamento da rampa de temperatura em função do tempo.....	101
Figura 54 - Comportamento da temperatura em função do tempo para taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min, estabelecendo-se ao final patamar em 225 °C por 30 min, seguido do resfriamento natural.....	102
Figura 55 - Comparativo do desvio de temperatura medida em relação aos valores de <i>SetPoint</i> durante as rampas com taxas de 1, 2 e 4 °C/min, e 2 °C/min (dados UNIFESP).....	102

Figura 56 -	Constante dielétrica da amostra de BaTiO ₃ submetida a uma taxa de aquecimento de 2 °C/min e resfriamento natural, em diferentes condições experimentais: i) medida realizada na UNIFESP; ii) com o eletrodo inicial (d = 6 mm, h = 3,5 mm) e; iii) com o eletrodo redimensionado (d = 0,65 mm, h = 8,87 mm).	104
Figura 57 -	Inverso da constante dielétrica da amostra de BaTiO ₃ em função da temperatura, para os experimentos realizados na UNIFESP e com o eletrodo redimensionado.....	107
Figura 58 -	Comportamento da constante dielétrica em função da temperatura em experimentos com taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min, seguidos de resfriamento natural do sistema.	107
Figura 59 -	Valores de temperatura em função do tempo para taxas de aquecimento de 0,5, 1 e 2 °C/min, estabelecendo-se ao final patamar em 100 °C por 30 min, seguido de resfriamento natural.	109
Figura 60 -	Desvio de temperatura em relação ao <i>SetPoint</i> para as rampas de 0,5, 1 e 2 °C/min.	110
Figura 61 -	Comparativo da constante dielétrica de TGS em diferentes condições experimentais: i) com o eletrodo inicial (d = 6 mm, h = 3,5 mm), taxa de 0,8 °C /min e, sensor JK; ii) com o eletrodo redimensionado (d = 0,65 mm, h = 8,87 mm), taxa de 1 °C /min e, sensor PT100.....	110
Figura 62 -	Constante dielétrica, κ , e $100/\kappa$ da amostra TGS em função da temperatura em experimentos com taxas de aquecimento de 0,5, 1 e 2 °C/min, seguidos de resfriamento natural do sistema.	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Parâmetros de calibração em função da tensão de rede.	74
Tabela 2 -	Dispersão da temperatura entre os pontos dos sensores de temperatura sobre o porta-amostras.....	98
Tabela 3 -	Valores de temperatura de pico e máximo da constante dielétrica κ da amostra de BaTiO ₃ para experimentos com diferentes taxas de aquecimento e resfriamento natural do sistema.	108
Tabela 4 -	Valores de temperatura de pico e máximo da constante dielétrica κ da amostra de TGS para experimentos com diferentes taxas de aquecimento e resfriamento natural do sistema.	111

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	27
1.1	Objetivos	27
1.1.1	<i>Objetivos específicos</i>	27
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	31
2.1	Um breve histórico sobre Espectroscopia de Impedância	31
2.2	Condutividade elétrica	33
2.3	Polarização dielétrica	34
2.4	Espectroscopia de Impedância	35
2.5	Materiais ferroelétricos: Titanato de bário e Sulfato de triglicina	37
2.5.1	<i>Titanato de bário - BT</i>	38
2.5.2	<i>Sulfato de triglicina - TGS</i>	38
3	MATERIAIS E MÉTODOS	41
3.1	Desenvolvimento do Sistema de Aquecimento Controlado	41
3.2	Equipamentos e programas comerciais utilizados no trabalho	50
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
4.1	Construção e montagem do forno	55
4.2	Montagem da tampa, dos eletrodos e da blindagem eletrostática	64
4.3	Montagem do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno	66
4.3.1	<i>Aspectos de segurança, aterramento e isolamento galvânico</i>	69
4.4	Calibração do circuito de potência em função da tensão rede	74
4.5	Desenvolvimento do software de aquisição de dados	75
4.6	Módulo multiplexador de sensores de temperatura	81
4.6.1	<i>Projeto e montagem do hardware do Multiplexador</i>	82
4.6.2	<i>Projeto e implementação do software do Multiplexador</i>	86
4.6.3	<i>Calibração, validação e utilização do Multiplexador</i>	88
4.7	Avaliação da temperatura usando uma amostra de BaTiO ₃	100
4.8	Avaliação da temperatura usando uma amostra de TGS	108
5	CONCLUSÕES	115
6	PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS	119
	REFERÊNCIAS	121
	ANEXO A – Detalhe Construtivo e Vista Explodida do Forno	125
	ANEXO B – Detalhe Construtivo e Vista Explodida da Tampa	127
	ANEXO C – Fluxograma Do Software “RTU - Verificador 1.0”	129
	ANEXO D – Fluxograma do Software “Aquisição Dados NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA”	130

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

A caracterização elétrica de sólidos é uma área bastante importante no desenvolvimento de novos materiais, os quais devem possuir propriedades específicas para serem utilizados nas mais diversas aplicações como elementos resistivos, capacitivos, indutivos. A técnica de Espectroscopia de Impedância se destaca como uma das mais versáteis na obtenção desses parâmetros fundamentais (resistência, capacitância e indutância elétricas), bem como na identificação de processos elétricos que ocorrem no interior dos materiais e em suas interfaces [1-4]. Sabidamente, as propriedades elétricas podem variar consideravelmente com a temperatura, e como consequência, a função desejada de um dispositivo elétrico pode ser perdida ou alterada quando houver variações de temperatura. Muitas vezes, as variações das propriedades elétricas com a temperatura são desejáveis, como no caso dos próprios sensores térmicos e piroelétricos; já em outras situações a constância das propriedades são imprescindíveis [5-7]. Considerando a necessidade de medição dos parâmetros elétricos de distintos materiais, muitos sistemas de medidas com controle de temperatura já foram desenvolvidos. Destaca-se o uso de para obtenção de medidas em temperaturas menores que a temperatura ambiente, utilizando na maioria das vezes nitrogênio líquido, circuitos fechados de hélio, ou ainda sistemas baseados em módulos Peltier. Para obtenção de altas temperaturas fornos baseados no aquecimento por efeito joule em resistências elétricas são predominantes, principalmente sistemas baseados em fornos tubulares [8-13].

1.1 Objetivos

Este trabalho teve como objetivo a proposição, desenvolvimento, construção e validação de um sistema de aquecimento controlado por computador, com o propósito de ser utilizado na caracterização elétrica de materiais sólidos por Espectroscopia de Impedância. Na construção do forno, circuitos e elementos de controle buscou-se o emprego de materiais de fácil aquisição e de baixo custo, procurando manter a qualidade e precisão no controle da temperatura, neste caso, com faixa de trabalho desejável da temperatura ambiente até 450 °C, e com desvio menor que 0,5 °C em situações de rampa e de patamar isotérmico.

1.1.1 *Objetivos específicos*

Como objetivos específicos podemos listar as seguintes ações:

- i)* Dimensionar e especificar o forno, bem como os eletrodos para contato com as amostras a serem analisadas;
- ii)* Projetar e/ou modificar equipamentos e módulos de controle e potência; executar ensaios de controle e precisão do forno;
- iii)* Realizar ensaios de calibração e validação dos valores experimentais de temperatura;
- iv)* Fazer a análise de dados e validação com os métodos de permissividade/constante dielétrica versus temperatura para materiais ferroelétricos padrão.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo será feita uma breve apresentação dos conceitos e termos utilizados ao longo desta dissertação. De início, uma breve revisão da história da Espectroscopia de Impedância e, posteriormente, também de forma sucinta, as principais equações e formulações relacionadas a esta técnica serão abordadas. Ao fim do capítulo, serão mencionadas algumas informações referentes aos dois materiais ferroelétricos utilizados como padrão de calibração neste trabalho, a saber, titanato de bário (BT) e sulfato de triglicina (TGS).

2.1 Um breve histórico sobre Espectroscopia de Impedância

A Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*, EIS) ou simplesmente Espectroscopia de Impedância (EI) é uma importante ferramenta para o estudo do comportamento elétrico de materiais em diversas áreas. A EI vem sendo aplicada em centros de pesquisa e desenvolvimento, além de diversos setores da indústria relacionados a fabricação e controle de materiais [4,14]. Os fundamentos básicos da EI foram elaborados por Oliver Heaviside em 1872, utilizando-se as transformações de Laplace à resposta transiente de circuitos elétricos e criando os termos impedância, admitância e reatância aplicado no tratamento de circuitos elétricos. Entretanto, no conceito de aplicação a sistemas físicos, a história da EI iniciou-se em 1894, com o trabalho de Walther Nernst, utilizando a teoria da ponte elétrica inventada por Charles Wheatstone para medir as constantes dielétricas de eletrólitos aquosos e de diversos fluídos orgânicos. O método de Wheatstone foi rapidamente adotado por outros pesquisadores para medidas de propriedades dielétricas e da resistência de células galvânicas. Em 1899, Emil Warburg desenvolveu expressões que ligam a resposta de impedância com leis de difusão e introduziu o circuito elétrico análogo a sistemas eletroquímicos relacionados a capacitância e resistência em função da frequência [15].

Conhecida também como uma técnica eletroquímica, a EI pode ser utilizada para caracterizar diversas propriedades elétricas de materiais, processo que consiste basicamente em investigar a dinâmica de ligações de cargas nas regiões interfaciais de eletrodos condutores com a carga móvel no volume dos materiais sólidos (semicondutores e dielétricos) ou líquidos (misturas iônicas e eletrólitos fracos) [4,14-18]. As aplicações da EI são diversas, como por exemplo: investigação de mecanismos em reações eletroquímicas [19], medidas de propriedades dielétricas [20] e de movimentos iônicos em sólidos desordenados [21-23], análise de filmes anodizantes e de inibidores de corrosão [24], estudo de biosensores [25], entre outras.

A técnica de EI destaca-se também por não ser destrutiva e por permitir a automação dos experimentos com a utilização de equipamentos sofisticados e controlados por computador. Do ponto de vista da teoria dos circuitos elétricos, a impedância, é o resultado da ação conjunta de resistências e reatâncias (capacitivas e indutivas), quando o sistema é submetido a uma corrente ou um potencial elétrico variável no tempo. A resposta na impedância envolve informações sobre o sistema analisado, de forma que os parâmetros derivados da técnica de EI apresentam-se de maneira geral em duas categorias: uma com parâmetros pertinentes ao material em si (ou seja, constante dielétrica, mobilidade e concentração dos portadores de cargas), e outra com parâmetros relacionados à interface material/eletrodo (como a capacitância na região interfacial, o coeficiente de difusão e a injeção e o acúmulo de cargas) [26,27].

Geralmente, os resultados obtidos são analisados pelo emprego de equações matemáticas envolvendo o conceito de impedância elétrica e/ou outras grandezas relativas como a admitância, módulo elétrico e permissividade dielétrica. A análise considera a aproximação do regime de resposta elétrica linear, devido ao uso experimental de sinais elétricos de baixa amplitude, o que resulta em perturbações pequenas no sistema sob investigação. Os dados experimentais são interpretados por meio de modelos teóricos, podendo ser de ordem microscópica que tendem a correlacionar às propriedades e aos comportamentos observados nos mecanismos microscópicos que ocorrem no interior da amostra ou em suas interfaces. De fato, o transporte de espécies móveis pode comportar-se de modo difuso, porém o eletrodo e volume do eletrólito são considerados como meios contínuos. A descrição pode ser feita por equações diferenciais já que a transferência de cargas através das interfaces obedece a leis de taxa de reação. Outra maneira prática de analisar a resposta elétrica de um material é aproximá-la da resposta de circuitos elétricos equivalentes (CCE), onde circuitos hipotéticos, constituídos por elementos passivos com propriedades elétricas bem definidas, são usados para descrever a resposta em impedância do sistema em um dado intervalo de frequências [28-37].

Apesar da Espectroscopia de Impedância ser muito bem conhecida para sistemas eletroquímicos em solução, esta técnica só começou a ser aplicada em sólidos em 1969, através do estudo pioneiro de Bauerle, tornando-se uma ferramenta analítica importantíssima na pesquisa e no desenvolvimento de materiais, pois envolve medidas elétricas relativamente simples e os resultados obtidos podem ser frequentemente relacionados com diferentes grandezas físicas [4,15]. Uma grande vantagem da EI está no fato de que se o material em estudo possui diferentes respostas elétricas em um determinado domínio de frequência, é possível separar as propriedades elétricas e dielétricas específicas do mesmo, e obter informações complementares sobre os mecanismos de condução e de polarização dielétrica que

a caracterização em corrente contínua DC (do inglês: *direct current*) não forneceria, pois essa fornece apenas a condutividade global do material, não permitindo informações sobre as diferentes contribuições e mecanismos de relaxação que podem existir [34]. A faixa de frequência disponível pela instrumentação de EI geralmente se estende de 10^{-4} Hz até 10^7 Hz, o que torna possível a separação de diversos mecanismos de condução e polarização em virtude da utilização de medidas de permissividade/condutividade em corrente alternada AC (do inglês: *alternating current*), resultando na construção de um espectro de impedância [18].

A escolha entre as análises em termos da permissividade ou da condutividade depende muito das características predominantes do material a ser estudado. A descrição dielétrica é mais usual para materiais isolantes, visando o aproveitamento das características capacitivas dos mesmos. Já a descrição semicondutora dá ênfase à condutividade elétrica dos materiais. Vale ressaltar, no entanto, que as duas descrições podem ser estendidas a qualquer material, trazendo resultados equivalentes, independentemente da escolha [38].

2.2 Condutividade elétrica

Considerando os materiais semicondutores, a condutividade elétrica, σ , é um dos parâmetros físicos de maior importância, sendo uma característica intrínseca de cada material ou elemento de circuito específico. A condutividade elétrica é entendida como sendo o processo de transporte ou condução de cargas elétricas em um material, definida por:

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad (1)$$

onde \vec{j} é a densidade de corrente por unidade de área e \vec{E} é o campo elétrico aplicado [3]. O inverso de σ é conhecido como resistividade elétrica, ρ , ou seja, $\rho = \frac{1}{\sigma}$. No Sistema Internacional (SI) as unidades para ρ e σ são, respectivamente, ohm·metro ($\Omega \cdot m$) e $\text{ohm}^{-1} \cdot \text{metro}^{-1}$ ($\Omega^{-1} \cdot m^{-1}$).

Existem várias técnicas que podem ser usadas para a determinação da condutividade elétrica DC ou da condutividade elétrica AC [39]. O termo DC, é utilizado quando os mecanismos de transporte de carga ocorrem sob a ação de campo elétrico unidirecional, em que as cargas fluem em um único sentido; já o termo AC, é utilizado quando o campo elétrico é alternado e o movimento dos portadores de cargas elétricas tem seu sentido mudado periodicamente [23]. Note que, em termos de condutividade elétrica, materiais sólidos podem

ser classificados em metais e não-metais. Um metal tem uma alta condutividade em corrente contínua, σ_{dc} , sendo fracamente dependente da temperatura; já um não-metal apresenta σ_{dc} muito menor que os metais, no entanto, aumenta acentuadamente com o aumento da temperatura. De forma geral, pode-se afirmar que tanto a condutividade AC quanto a DC são dependentes das características da amostra, como por exemplo: composição química, pureza, homogeneidade microestrutural, distribuição e volume de poros e defeitos, tamanho de grão, entre outras [4].

2.3 Polarização dielétrica

Do ponto de vista da polarização, a aplicação de um campo elétrico externo, \vec{E} , causa um fluxo ou deslocamento elétrico dado por $\vec{D} = \epsilon\vec{E}$, onde a constante de proporcionalidade, ϵ , é a permissividade elétrica do material [40,41]. Para definir e detalhar as propriedades básicas relacionadas aos processos de polarização, o caso de um capacitor no vácuo com duas placas paralelas de área A dispostas a uma distância d uma da outra pode ser utilizado. Neste caso, a relação entre os vetores deslocamento e campo elétrico pode ser definida como [41]:

$$\vec{D}_0 = \epsilon_0\vec{E}_0 \quad (2)$$

onde $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$ é a permissividade absoluta do vácuo. A capacitância (definida como a carga total adquirida por unidade de voltagem aplicada) das placas planas depende só do fator geométrico e da permissividade do vácuo, sendo dada pela relação [41]:

$$C_0 = Aq/V = \epsilon_0(A/d) \quad (3)$$

Se, em substituição ao vácuo, um *dielétrico* (ou seja, um mau condutor de eletricidade) é colocado entre as placas do capacitor, alguns efeitos aparecem. A primeira ação do dielétrico é reduzir a voltagem aplicada ou, se a voltagem é mantida constante, então as cargas das placas são alteradas para $+(q + P)$ no lado positivo e $-(q + P)$ no lado negativo [41]. O incremento na carga, P , é chamado de polarização e pode ser considerado como o resultado da aparição de cargas ligadas, $-P$ e $+P$, nas superfícies adjacentes às placas positiva e negativa, respectivamente. Desta forma, na presença do dielétrico a capacitância é aumentada para

$C = A(q + P)/V$. A divisão C/C_0 (que é sempre maior que 1) é chamada de *permissividade relativa estática ou constante dielétrica*, κ_S , e pode ser relacionada de diversas formas [41]:

$$\kappa_S = C/C_0 = (q + P)/q = D/D_0 = D/\varepsilon_0 E \quad (4)$$

Outras relações úteis podem ser obtidas da Equação (4), como:

$$\kappa_S - 1 = P/q = P/\varepsilon_0 E = \chi \quad (5)$$

$$D = \varepsilon_0 E + P = \kappa_S \varepsilon_0 E = \varepsilon E \quad (6)$$

$$P = (\kappa_S - 1)\varepsilon_0 E = (\varepsilon - \varepsilon_0)E = \alpha E \quad (7)$$

onde χ é chamado de *suscetibilidade elétrica*, ε é a *permissividade elétrica*, e α é a polarizabilidade do meio, sendo todos eles parâmetros escalares para meios isotrópicos.

2.4 Espectroscopia de Impedância

A técnica de Espectroscopia de Impedância é utilizada para a avaliação das propriedades elétricas em corrente alternada. Nessa técnica a resposta elétrica de um material pode ser obtida através da aplicação de um potencial elétrico alternado e medição da corrente elétrica resultante, tornando a formulação em termos da impedância elétrica, $Z^*(\omega)$, a mais simples e efetiva. Do ponto de vista experimental, uma voltagem elétrica alternada, $V^*(\omega) = V_0 \exp(i\omega t)$, é aplicada sobre o material a ser analisado e o material responde a esse impulso com uma corrente elétrica do tipo $I^*(\omega) = I_0 \exp[i(\omega t + \varphi)]$, onde φ é o ângulo de fase entre a tensão aplicada e a corrente elétrica. Para obter-se uma resposta linear entre a tensão aplicada e a corrente medida, são aplicados pequenos valores de amplitude V_0 , e a impedância elétrica pode ser considerada uma generalização da Lei de Ohm ($R = V/I$), podendo ser escrita como [4,18,42]:

$$Z^*(\omega) = Z^* = \frac{V^*(\omega)}{I^*(\omega)} = \frac{V_0 \exp(i\omega t)}{I_0 \exp[i(\omega t + \varphi)]} = |Z^*| \exp(i\varphi) \quad (8)$$

onde $Z^*(\omega)$ é um número complexo que pode ser representado em coordenadas polares pelo módulo $|Z^*|$ e fase φ , ou em coordenadas cartesianas segundo a equação:

$$Z^* = \text{Re}[Z^*] + i\text{Im}[Z^*] = Z' + iZ'' \quad (9)$$

onde $Re[Z^*]$ é a parte real da impedância, $Im[Z^*]$ é a parte imaginária e i é o número complexo $i = \sqrt{-1}$. Assim, tem-se:

$$Re[Z^*] = Z' = |Z^*| \cos \varphi \quad (10)$$

$$Im[Z^*] = Z'' = |Z^*| \sin \varphi \quad (11)$$

Com o ângulo de fase dado por:

$$\varphi = \tan^{-1} \left(\frac{Z''}{Z'} \right) \quad (12)$$

E o módulo de impedância por:

$$|Z^*| = \sqrt{(Z')^2 + (Z'')^2} \quad (13)$$

Existem diversas outras quantidades advindas e relacionadas com a impedância, as quais são muito importantes na EI. A primeira é a admitância, Y^* , definida como o inverso da impedância:

$$Y^* = \frac{1}{Z^*} = Y' + iY'' \quad (14)$$

onde o componente real Y' é chamado de condutância e está relacionado diretamente com a condutividade e a componente Y'' é denominada susceptância e está ligada a polarização dielétrica. A condutância e a susceptância podem ser expressas respectivamente como:

$$\sigma'(\omega) = \frac{d}{A} Y' = L \left(\frac{Z'}{|Z^*|^2} \right) \quad (15)$$

$$\sigma''(\omega) = \frac{d}{A} Y'' = L \left(\frac{Z''}{|Z^*|^2} \right) \quad (16)$$

onde $L = \frac{d}{A}$, refere-se ao fator geométrico relacionado a espessura d e a área A da amostra sob análise. O módulo elétrico M^* se relaciona com a impedância através da relação:

$$M^* = i\omega C_0 Z^* = M' + iM'' \quad (17)$$

onde $C_0 (\equiv \varepsilon_0 L)$ é a capacitância da célula no vácuo. Ademais, é possível relacionar a permissividade dielétrica, ε^* , com o inverso do módulo elétrico complexo da seguinte maneira:

$$\varepsilon^* = \frac{1}{M^*} = \frac{Y^*}{i\omega C_0} = \varepsilon' - i\varepsilon'' = \frac{L}{\omega\varepsilon_0} \left[\frac{Z''}{|Z^*|^2} - i \frac{Z'}{|Z^*|^2} \right] \quad (18)$$

Os dados obtidos com a utilização da técnica de Espectroscopia de Impedância permitem a determinação de uma variedade de grandezas físicas, como a condutividade/resistividade elétrica e também a constante dielétrica, κ^* , a qual é determinada a partir da permissividade ou capacitância do material, através da seguinte relação:

$$\kappa^* = \frac{\varepsilon^*}{\varepsilon_0} = \frac{C^*}{C_0} \quad (19)$$

2.5 Materiais ferroelétricos: Titanato de bário e Sulfato de triglicina

Materiais ferroelétricos têm sido objeto de um grande número de pesquisas devido à sua reconhecida potencialidade para o desenvolvimento de diversos dispositivos ferro, piro e piezelétricos eletrocerâmicos e microeletrônicos. Sabe-se que depois da descoberta das propriedades ferro e piezelétricas no sal de Rochelle em 1920, seguido do KH_2PO_4 e $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{PO}_4$ em 1935, um grande impacto técnico científico ocorreu com a descoberta do titanato de bário (BaTiO_3) em 1945, iniciando-se uma busca por novos e melhores materiais e o desenvolvimento de muitos dispositivos baseados nestas propriedades elétricas [43-48]. Os piezoelétricos são cristais não centrossimétricos, um subgrupo deles sendo piroelétricos, e um subgrupo grande dos piroelétricos sendo ferroelétricos. A piezo, piro e ferroeletricidade são definidas como a produção de polarização elétrica sob cargas mecânicas, sob gradiente de temperaturas e polarizabilidade no mínimo biestável (reorientável), respetivamente [46]. Uma particularidade dos materiais ferroelétricos é a de apresentar um máximo de suas propriedades dielétricas (permissividade, perdas dielétricas, etc.) para a temperatura de Curie (T_C), acima da qual (estado paraelétrico) a permissividade dielétrica obedece a lei de Curie-Weiss [43-46]

$$\varepsilon = \frac{C}{T - T_C} \quad (20)$$

onde C é a constante de Curie (não podendo ser confundida com a capacitância do material).

2.5.1 Titanato de bário - BT

O titanato de bário ganhou destaque por ser um material ferroelétrico de fácil preparação e por possuir altas permissividades dielétricas a temperatura ambiente, altos coeficientes piezo e piroelétricos, alta resistência mecânica, estabilidade mecânica e química. Após ter sido descoberto, o BaTiO_3 (BT) passou a ser o material de imediata aplicação no desenvolvimento de capacitores ferroelétricos e transdutores ultrassônicos [43-50], considerando sua alta estabilidade mecânica e química, seu alto coeficiente eletromecânico ($k_p \cong 36\%$; propriedade que caracteriza a capacidade de conversão de energia elétrica em mecânica e vice-versa), altos valores de permissividade dielétrica ($\epsilon \cong 1700$ a temperatura ambiente), e temperatura de Curie entre 120°C e 130°C , sendo relativamente alta com respeito aos materiais precedentes. A estrutura deste material é cúbica do tipo perovskita (ABO_3) acima de T_C , e tetragonal à temperatura ambiente. As potencialidades aplicativas do material foram logo estendidas a elementos piroelétricos, eletro-ópticos e de memória para computadores (FRAM, do inglês: *Ferroelectric Random Access Memories*), tanto na forma eletrocerâmica quanto na forma de filmes finos [43-46,51-53]. Além das suas aplicações na eletrônica e microeletrônica, ainda que para algumas destas aplicações o material tenha sido paulatinamente substituído por materiais com melhores propriedades, pela simplicidade da sua estrutura perovskita e pelos vários dados (experimentais e teóricos) existentes sobre o material, o BT tem ficado até hoje como um sistema padrão para o estudo de outros sistemas perovskitas, simples (como ele) ou complexos, do ponto de vista fenomenológico [54-56].

2.5.2 Sulfato de triglicina - TGS

O sulfato de triglicina (TGS), com formulação química $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH})_3\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$, é um sal do aminoácido glicina com ácido sulfúrico. Na sua estrutura cristalina os grupos glicinas são quase planares e são conectados aos pares por pontes de hidrogênio. O TGS é um material ferroelétrico com transição entre duas fases monoclinicas causadas por um ordenamento de prótons nessas ligações de hidrogênio, a qual acontecem na estreita faixa de T_C entre 49°C e 50°C . Existe um interesse acadêmico nos cristais de TGS pois eles possuem uma transição ordem-desordem ferroelétrica de segunda ordem bem comportada. Além do mais, esses cristais tem potencial para aplicações tecnológicas para detetores piroelétricos no infravermelho e dispositivos para construção de imagem térmica [5,7,57].

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

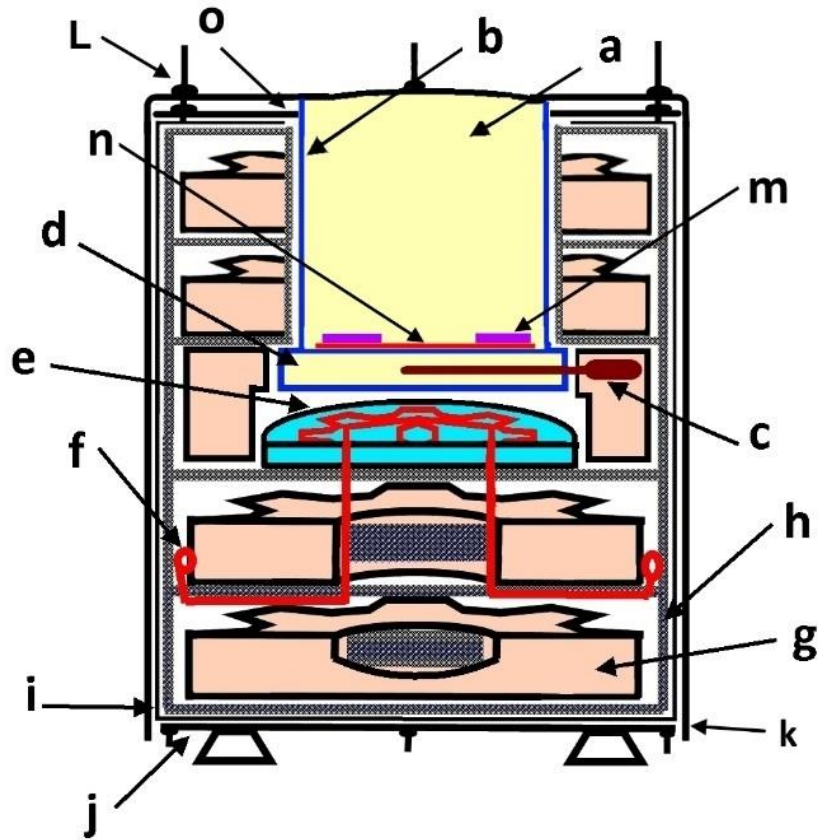
3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão detalhadas etapas de projeto e desenvolvimento do sistema de aquecimento controlado para uso em ensaios de caracterização elétrica de sólidos, objetivo deste trabalho. Tem-se inicialmente a descrição dos principais pontos norteadores do trabalho em termos de funcionalidade, especificações técnicas de temperatura e número de amostras, materiais para a construção/execução do sistema, entre outros aspectos. Também serão mencionadas os principais equipamentos e técnicas de caracterização/medição utilizados para a realização do trabalho.

3.1 Desenvolvimento do Sistema de Aquecimento Controlado

Como ponto de partida do desenvolvimento do Sistema de Aquecimento Controlado (aqui referindo-se aos elementos forno, porta-amostras e conjunto de suporte de eletrodos) foram determinadas algumas condições iniciais de funcionalidade, dentre elas estava a necessidade de acomodação de várias amostras no aparato, desta forma possibilitando a comparação das propriedades elétricas em condições semelhantes de ensaio. Ao mesmo tempo, as dimensões do porta-amostras deveriam ser compatíveis para o perfeito acoplamento com o suporte contendo os eletrodos, acomodado na parte superior do forno. Deste modo, a câmara interna do forno não poderia ser muito profunda, para que não atrapalhasse a acomodação das amostras; nem muito rasa, para não dificultar a construção dos eletrodos e evitar perda de calor. Além do mais, a área destinada ao posicionamento das amostras deveria suportar continuamente uma temperatura de 300 °C e permitir aquecimentos esporádicos até 450 °C. Para permitir uma rampa rápida de aquecimento e/ou resfriamento buscou-se uma baixa inércia térmica do sistema, sem contudo, perder a estabilidade e precisão do controle da rampa e patamares de temperatura. Mesmo com uma baixa inércia térmica do sistema, procurou-se garantir um bom isolamento térmico para evitar a influência da variação térmica do ambiente. Ao se considerar todos estes limitantes, notou-se que o controle convencional liga/desliga de um forno não seria desejado para o processo, visto que a um acúmulo energético no tempo ligado de um forno e seu arrasto inercial sempre geram ondulações no controle térmico. Mesmo variações mínimas de temperatura influenciam as características elétricas do material, ou seja, as ondulações características da temperatura seriam retratadas como oscilações nos dados coletados. Com base nessas informações, foi feito o esboço inicial do sistema, representado na Figura 1, considerando apenas os elementos associados ao próprio forno.

Figura 1 - Representação esquemática do forno em corte vertical total frontal e seus elementos construtivos interno (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até o) no texto.

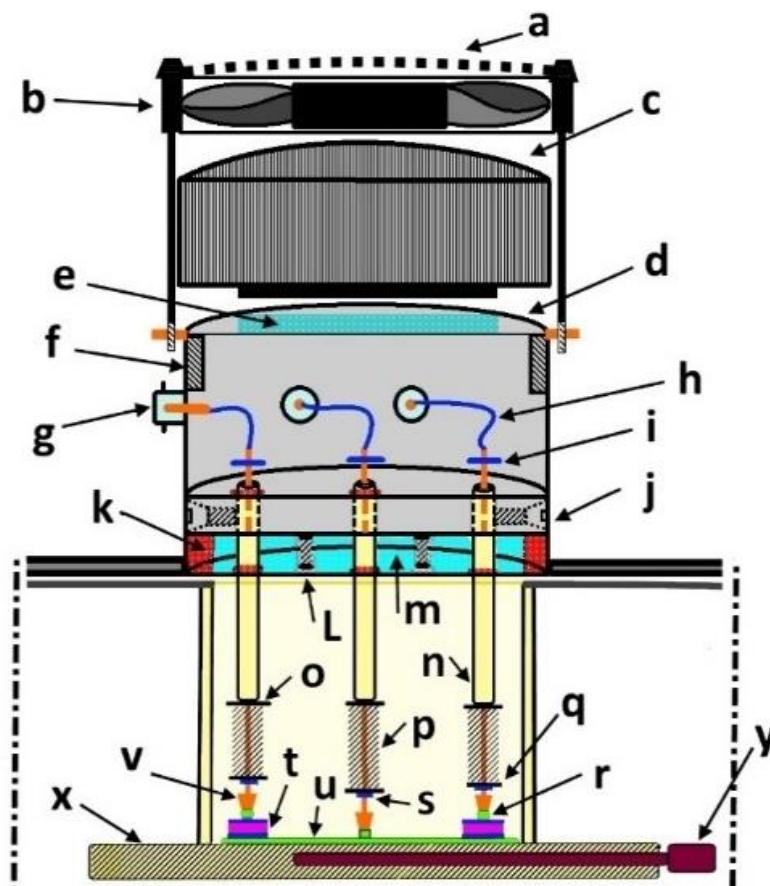


Na composição da Figura 1 temos as seguintes partes e componentes: (a) tubo de cerâmica em alumina que suporta a temperatura da base e oferece um bom acabamento do revestimento interno do forno; (b) revestimento em chapa de aço inox para blindagem eletrostática, necessária para impedir interferências de campos eletromagnéticos provenientes da resistência elétrica conectada ao circuito de controle de potência; (c) sensor de temperatura termopar tipo K (cromel/alumel) do controlador fixado por meio de um sulco feito na base cerâmica; (d) base de alumina com superfície polida, usada para homogeneizar a temperatura proveniente da resistência, e servindo de superfície de contato para as amostras, tendo parte de sua área recoberta com filme de platina; (e) resistência de aquecimento em espiral em suporte de cerâmico, o que melhora a distribuição térmica; (f) terminal de conexão elétrica da resistência de aquecimento alongado para evitar que as altas temperaturas danifiquem as capas dos fios; (g) tijolos refratários com recortes para adequar os moldes do forno e diminuir a densidade deste material, e desse modo reduzir a carga e dissipação térmica por transferência; (h) isolamento térmico em lã de vidro utilizado para melhorar o isolamento térmico entre os tijolos e o ambiente; (i) isolamento térmico em manta refletiva metalizada para refletir o calor do sistema interno diminuindo a perda de calor com o ambiente e impedindo a elevação da

temperatura da carcaça do forno; (j) base de sustentação e fixação do forno; (k) acabamento e revestimento externo em chapa de alumínio; (l) parafuso passante roscado de fixação das peças do forno, atravessando verticalmente todo o forno entre tampa até a base, pressionando todos os elementos do forno; (m) ponto de posicionamento da amostra no forno; (n) tinta condutiva de platina para alta temperatura conectando eletricamente o eletrodo comum e as amostras; (o) disco em chapa de aço inox para fixação dos componentes, prendendo os isolantes térmicos e centralizando e fixando o tubo cerâmico. O desenho técnico do forno é apresentado no ANEXO A, com os detalhes construtivos, vista explodida e dimensões das peças.

Um segundo elemento foi desenvolvido para suportar os eletrodos superiores e atuar como fechamento da câmara aquecida. No desenvolvimento construtivo dessa tampa e seus eletrodos foi exigido um rigor maior, devido a necessidade de utilizar materiais que suportassem a temperatura interna do forno de até 500 °C, garantindo precisão no posicionamento e mantendo um excelente contato elétrico entre eletrodos e amostras. Desta forma, destaca-se a idealização da montagem na representação esquemática da tampa e o detalhamento de cada material na Figura 2.

Figura 2 - Detalhamento e representação esquemática da tampa e eletrodos em corte vertical total frontal e seus componentes interno (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até y) no texto.



Uma descrição sucinta para cada elemento construtivo da Figura 2 pode ser feita da seguinte maneira: (a) grade de proteção da ventoinha para evitar um acidente ao tocar na tampa com a mão ou objetos; (b) ventoinha e suporte de fixação sendo necessário sua utilização em temperaturas superiores a 200 °C, visto que mesmo utilizando de alguns isolamentos térmicos a temperatura da tampa aumenta consideravelmente, bem como o bocal do forno podendo ocasionar o desfazimento das soldas dos fios ou derretimento dos conectores BNC, e ainda queimaduras no operador; (c) radiador de calor em alumínio para aumentar a eficiência da refrigeração na parte superior da tampa, evitando-se uma ventilação forçada muito intensa; (d) tampa do compartimento de conexões fixada com pasta térmica em cima e em baixo para melhorar a transferência térmica; (e) pasta térmica a base de silicone; (f) blocos de ferro necessários para formar um contrapeso a fim de compensar a força da mola, visto que sem a utilização deles as molas levantariam a tampa; (g) conectores tipo BNC para conexão com equipamentos de medidas elétricas; (h) fios flexíveis (pedaços espiralados de fio rígido) de conexão entre eletrodos e conectores tipo BNC, usados para evitar o movimento do fio no ponto de soldagem; (i) travas superiores prisioneiras dos eletrodos, utilizadas para impedir que os eletrodos saiam do curso limite; (j) parafusos de fixação individuais dos tubos cerâmicos. Na posição de contato com os parafusos os tubos foram revestidos com uma fita Kapton diminuindo o risco de quebra após dilatação térmica; (k) isolamento térmico com silicone vermelho para alta temperatura, utilizado para selar os orifícios da tampa e impedir que pedaços da lã de vidro caiam no compartimento das amostras; (l) parafuso espaçador e ajuste da tampa de chapa inox, para ajustar o alinhamento da tampa com o bocal garantindo um bom fechamento; (m) isolamento térmico em lã de vidro, para diminuir o aquecimento dos conectores BNC; (n) pinos de cerâmica alumina (comprimento: 50 mm, diâmetro externo: 7 mm, orifício interno: 3,1 mm) usado como isolamento e guia do eletrodo; (o) arruela de apoio superior da mola; (p) molas tensoras dos eletrodos realizam pressão dos eletrodos sobre a amostra; (q) arruela inferior de apoio da mola; (r) pontas de eletrodo em platina feitas a partir de contatos de chaves magnéticas, usinadas e roscadas nos eletrodos feitos de vareta de solda em latão 3,2 mm; (s) trava inferior prisioneira do eletrodo; (t) posição da amostra no sistema; (u) tinta condutiva a base de platina para alta temperatura conectando eletricamente o eletrodo central comum e as amostras; (v) terminal roscado da amostra sendo composto dos contatos de chaves magnéticas adaptada; (x) base de cerâmica em alumina com superfície polida; (y) sensor de temperatura termopar tipo K (cromel/alumel) do controlador NOVUS. No ANEXO B é apresentado o desenho técnico da tampa do forno, com detalhes construtivos, vista explodida e dimensões das peças.

A etapa seguinte do trabalho envolveu o desenvolvimento de um sistema eletrônico de controle de temperatura do forno e seus elementos. Este sistema está representado de maneira frontal em perspectiva na Figura 3, e a perspectiva do painel traseiro mostrada na Figura 4, onde são representadas as conexões relacionadas ao suplemento de energia elétrica.

Figura 3 - Esquema frontal em perspectiva do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno (sem escala). (a) Controlador de temperatura NOVUS N1200 USB, (b) Indicador analógico de potência de saída, (c) Indicador luminoso de potência de saída, (d) Conexão da porta USB B.

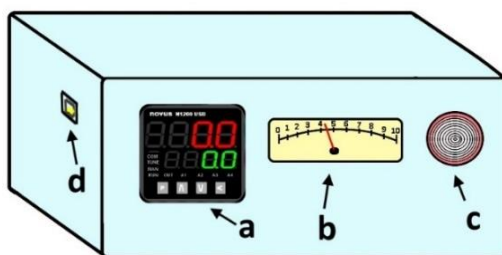
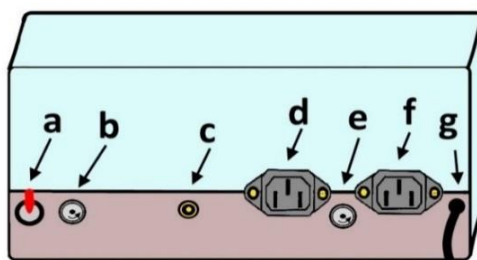


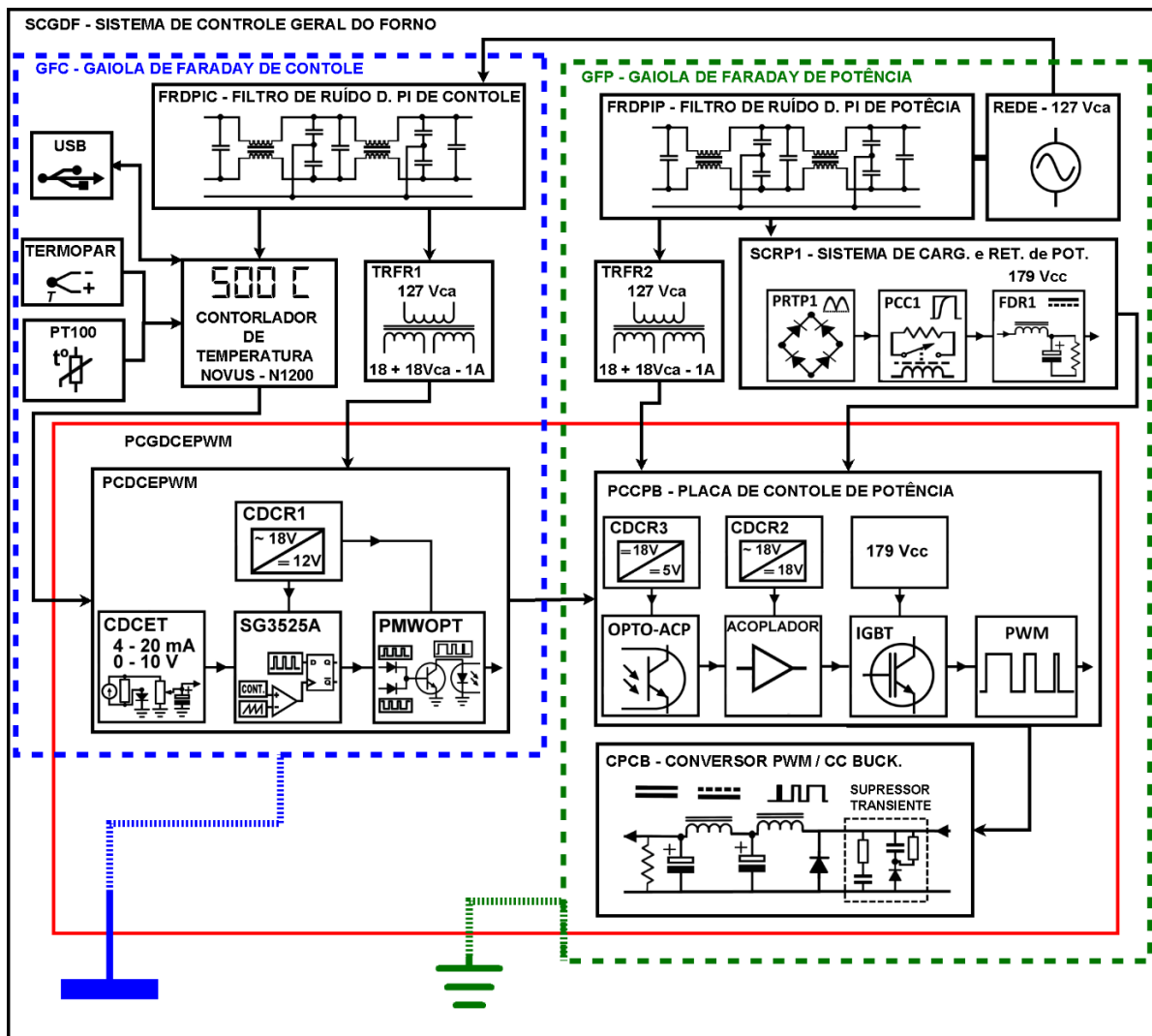
Figura 4 - Desenho traseiro em perspectiva do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno (sem escala). (a) Chave geral da rede elétrica (Liga/Desliga), (b) Fusível de proteção de saída PWM, (c) Saída de 12V contínuo para ventoinha, (d) Tomada de saída PWM para conexão do forno, (e) Fusível de proteção geral da rede elétrica, (f) Tomada de conexão geral da rede elétrica, (g) Entrada do cabo sensor termopar de temperatura do forno.



O sistema representado de forma esquemática nas Figuras 3 e 4 foi idealizado para que funcionasse tanto pelo monitoramento via computador ou de forma manual, e que seu funcionamento não fosse por meio de chaves magnéticas ou chaves de estado sólido operando em liga/desliga, tentando evitar as ondulações térmicas causadas pelo próprio controle. Também não era desejável utilizar controle de fase com circuito de estado sólido, visto que neste sistema o controle da potência não é linear, devido os recortes no sinal da rede elétrica que é senoidal. Assim a potência despreendida também não seria proporcional, influenciando na precisão e no ajuste do proporcional diferencial do controlador. Por isto optou-se em trabalhar com a modulação por largura de pulso (MLP), mais conhecida pela sigla em inglês PWM (*Pulse-Width Modulation*) [58]. Todas estas características influenciaram na escolha do controlador, para que tivesse uma leitura de temperatura com precisão de pelo menos 0,1 °C, e que seu controle permitisse saída analógica e comunicação serial com o computador. Dentro

das possibilidades de equipamentos no mercado nacional e suas funções, aliado aos recursos financeiros disponíveis, optou-se pelo controlador da marca NOVUS N1200 USB. Para que o operador do sistema tivesse consciência das potências utilizadas durante os processos de aquecimento/resfriamento executados pelo forno, foi inicialmente proposta a utilização de um indicador visual de potência consumida (Fig. 3, item c). No entanto, após as necessidades de calibração da potência de saída em relação a rede, optou-se por adicionar um medidor analógico de potência (Fig. 3, item b), afim de facilitar o acompanhamento do consumo do forno. O ponteiro do medidor indica a potência em porcentagem da potência despreendida sendo que sua escala deve ser multiplicada por 10, assim se o ponteiro indicar 5 ele corresponderá a 50 % da potência máxima de saída calibrada. Para maiores detalhes da calibração, verificar o tópico 4.4. As etapas estabelecidas para o funcionamento do sistema eletrônico de controle geral do forno são dadas na Figura 5 por meio de um diagrama de blocos funcional simplificado.

Figura 5 - Diagrama de blocos funcional simplificado do sistema eletrônico de controle geral do forno. Detalhes sobre cada bloco no texto.



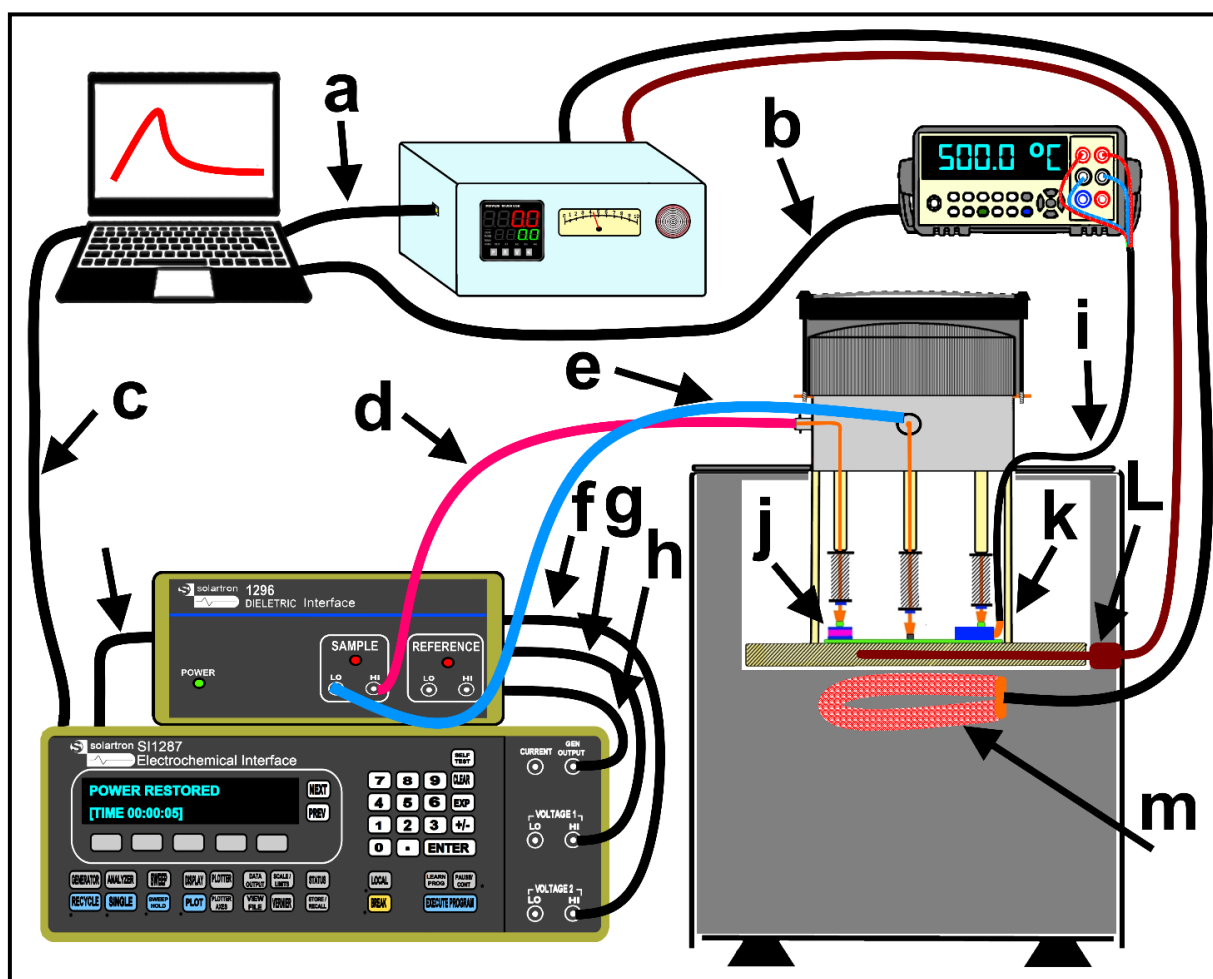
A seguir é dada uma descrição sucinta de cada bloco contido na Figura 5. [SCGDF]: Composição geral do Sistema de Controle Geral Do Forno; [USB]: Porta de Conexão USB tipo B ligado ao controlador; [TEMOPAR]: Conexão do sensor de temperatura termopar tipo K (cromel/alumel); [500 C]: Controlador de temperatura NOVUS N1200 USB e suas conexões; [GFC] Gaiola de Faraday de Controle, devido a sensibilidade a interferência do controlador a ruído juntamente com a porta USB recomenda-se utilizar blindagem eletrostática em todo o circuito de controle bem como o sistema de conexão em fio 2,5 mm² separado do terra de potência até o quadro de distribuição ou sistema de terra dos equipamentos de medida; [GFP] Gaiola de Faraday de Potência, devido ao auto nível de Interferência eletromagnética (EMI) produzido pelo circuito de potência é indispensável utilizar blindagem eletrostática em todo o circuito bem como o sistema de conexão em fio 4 mm² separado do terra de potência até o quadro de distribuição; [FRDPIC] Filtro de Ruído Duplo “PI” de Controle, para bloquear as Interferência eletromagnética e transientes do circuito de potência ou rede recomendado pelo fabricante do controlador NOVUS; [FRDPIP] Filtro de Ruído Duplo “PI” de Potência, para bloquear as Interferência eletromagnética produzida no controle de potência e deve ser dimensionado com folga de 50 % acima da Potência Máxima do circuito do PWM regulado, para evitar que a queima dos transístores IGBT não danifique o circuito; [CPCB] Conversor PWM em CC tipo Buck, converte o sinal PWM em corrente contínua proporcional ao controle do PWM, devendo conter filtragem capacitiva para eliminar qualquer vestígio do pulso PWM para não induzir EMI no forno, o circuito de Supressor de transiente deve ser dimensionado para amortecer o máximo possível os ruídos do PWM em sua frequência de trabalho; [TRFR1]: Transformador rebaixador 1 responsável em alimentar os sistemas de controle rebaixando a entrada de 127 V para 18 V + 18 V e isolando galvanicamente a parte de baixa e alta tensão; [REDE]: Distribuição da rede elétrica pelo diagrama; [PRTP1]: Ponte Retificadora de Potência 1, ponte com 4 diodos de alta corrente 50 A; [SCR1]: Sistema de Carga e Retificação de Potência 1, função de converter a corrente alternada da rede em corrente contínua; [PCC1]: Placa de Controle de Carga 1, no momento da energização do circuito um resistor de pré-carga de 270 Ω de 9 W realiza a carga do capacitor em aproximadamente 3 s, logo após o relé desliga o resistor e liga diretamente a rede para evitar surtos de corrente ao energizar; [FDR1]: Filtro do Retificador de Potência 1 composto por um capacitor de 1200 µF de 200 V e um indutor em série que filtra as altas frequências ou surto proveniente da rede além de um resistor de descarga lenta calculado pra 3 minutos; [PCGDCEPWM]: Placa de Controle Geral de Conversão de Corrente em PWM, responsável por toda conversão de 4-20 mA na modulação do PWM; [PCDEPWM]: Placa de Controle e Conversão de

Corrente em PWM, etapa de baixa tensão; [**CDCR1**]: Circuito Retificador e Estabilizador 12Vcc 1, responsável por alimentar o circuito de baixa tensão; [**CDCET**]: Circuito Conversor de Corrente em Tensão, recebe a corrente do controlador de 4-20 mA e converte em 0-10 Vcc, ajustando o sinal de referência para o circuito integrado SG3525A; [**SG3525A**]: Circuito integrado de controle do modulador de largura de pulso; [**PWMOPT**]: Circuito Somador PMW e Emissor Óptico, o circuito integrado SG2524A envia os sinais de PWM dividido em 50 % deste modo eles são agrupados por meio de dois diodos de sinal e chaveando em lógica reversa com transistor que aciona o LED do acoplador óptico; [**CDCR3**]: Circuito Retificador e Estabilizador 5Vcc 3, utilizado para alimentar o circuito de saída lógico do acoplador óptico de alta velocidade; [**CDCR2**]: Circuito Retificador e Estabilizador 18Vcc 2, alimenta o circuito acoplador dos IGBT origem inglesa (*Insulated Gate Bipolar Transistor*) ou Transistor Bipolar de Porta Isolada, que exigem tensão da ordem de 18Vcc de disparo; [**179Vcc**]: Tensão Contínua proveniente do SCR1; [**OPTO-ACP**]: Circuito Acoplador Óptico, que realiza o isolamento óptico entre a etapa de controle e a potência do circuito; [**ACOPLADOR**]: Circuito Acoplador e Reforçador de Sinal para IGBT, recebe o sinal de 5 Vcc do acoplador óptico e converte em 18 Vcc necessário ao IGBT; [**IGBT**]: Circuito de chaveamento de potência, da tensão de 179 Vcc; [**PWM**]: Sinal PWM enviado à resistência do forno [58].

Ao fim da elaboração de cada um dos elementos constituintes do Sistema de Aquecimento Controlado, tem-se uma visão global do funcionamento do mesmo. A composição do esquema de conexão entre todos os equipamentos/componentes é apresentada na Figura 6, tendo os seguintes descritivos: (a) Cabo USB para aquisição e controle de dados do controlador NOVUS N1200 USB, contudo a conexão se estabelece por meio de um driver do sistema operacional, que emula (converte) a porta USB em uma porta de comunicação serial padrão; (b) Cabo USB para aquisição e controle de dados do multímetro Agilent, realiza uma conexão USB convertida em uma porta GPIB e para utilização do sistema deve ser instalado um o programa “Agilent IO Libraries Suite 16.0.1418.0”, disponível no disco de instalação que acompanha o equipamento e ou no site do fabricante e ativar a porta GPIB, para o software de desenvolvimento do usuário deve-se incorporar o driver “Ivi.Visa.Interop.dll”; (c) Cabo USB para aquisição e controle de dados do Impedancímetro Solartron, deve ser instalado os programas que acompanha o disco de instalação e a utilização da chave de segurança em outra porta USB, bem como o reconhecimento da porta GPIB; (d) Cabo coaxial para conexão de um dos conectores (*low*) do Solartron 1296 ao comum das amostras; (e) Cabo coaxial de conexão ao outro conector (*high*) do Solartron 1296 com a amostra selecionada; (f) Cabo coaxial de conexão V2 (*high*) entre o Solartron SI1287 e o Solartron 1296; (g) Usar um cabo coaxial de

conexão ao conector V1 (*high*) entre o Solartron SI1287 e o Solartron 1296; (h) Cabo coaxial de conexão entre a saída do gerador de sinal do Solartron SI1287 e a entrada do Solartron 1296; (i) Cabo do sensor PT100 a quatro fios de leitura do multímetro Agilent, o objetivo de usar quatro fios é a melhora na precisão de leitura e redução de interferências e também o ponto de inserção do expansor Multiplex com 6 leituras de temperatura [58]; (j) Posicionamento da amostra analisada no sistema, (k) Posição do sensor PT100 no eletrodo não utilizado para aferição da temperatura, com o objetivo de manter o sensor o mais próximo das condições térmica da amostra; (l) Sensor de temperatura termopar tipo K (cromel/alumel) do controlador NOVUS; (m) Resistência de aquecimento.

Figura 6 - Conexão e funcionamento geral do Sistema de aquecimento controlado e dispositivos de medidas. Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até m) no texto.



3.2 Equipamentos e programas comerciais utilizados no trabalho

Vários instrumentos e softwares comerciais foram utilizados no desenvolvimento do trabalho. Uma descrição sucinta de cada um deles pode ser feita como se segue:

1. Regulador de voltagem, marca JNG, modelo TDGC2-1KVA 4 A, com entrada 220 V (60 Hz) e saída ajustável de 0 a 250 V.
2. Multímetro digital de alto desempenho de 6 (½) dígitos, marca Agilent, modelo 34410A, utilizado em conjunto com sensor PT100, precisão classe “A”, com faixa de temperatura (−200 °C a +600 °C). Usado para referência de leitura de temperatura na superfície da amostra.
3. Multímetros, marca Instrutherm, modelo MD-380, com escala 200Vca e precisão básica de $\pm 0,8$ % da leitura com ± 3 dígitos, ou escala AC 10 A e precisão de $\pm 1,0$ % da leitura com ± 3 dígitos.
4. Controlador de temperatura, marca NOVUS, modelo N1200 USB, para medir e controlar a temperatura.
5. Osciloscópio, marca Agilent, modelo DSO-X-2012A, para realizar leitura de tensão em raiz quadrática média (*rms*) e calibração do PWM.
6. Impedancímetro, marca Solartron, modelo SI 1260, acoplado a Interface Dielétrica 1296A, para realização de medidas de impedância.
7. Micrômetro Mitutoyo 0-25 mm, menor escala (0,01 mm), precisão $\pm 0,005$ mm. Utilizado nas medidas das dimensões das amostras.
8. Software para configurar o controlador NOVUS: “NConfig Versão 1.4.1.11 – NOVUS ©2003-2019”.
9. Código proprietário da empresa chinesa “Zhejiang Erge Technology Co., Ltd” ou “Copyright ©jshailin 2016”. Obtido no site da empresa: link “<http://www.zjerg.com>”, o qual disponibilizou o código de forma aberta, e distribuiu na plataforma de código livre através do endereço “https://github.com/jshailin/Modbus_RTU_test”. Foi usado para orientar a criação da comunicação de dados de comunicação Modbus.
10. Software SMaRT V3.3.1 Impedance Measurement Solartron Analytical ©2019 da empresa AMETEK.Inc. Realiza as leituras dos dados do Solartron 1287 e 1296, que por sua vez realiza a leitura de impedância.

11. Câmara de infravermelho termográfica modelo FLIR E50, resolução de IR 240×180 pixel, temperatura de operação escala 1 (-20°C até $+120^{\circ}\text{C}$) e escala 2 (0°C até $+650^{\circ}\text{C}$). Utilizado para medir a temperatura interna e externa do forno.
12. Software FLIR Tools Versão 5.13.18031.2002 @2015 - FLIR Systems e respectivos licenciadores. Usada para edição das imagens da Câmara de infravermelho termográfica.
13. Notebook DELL LATITUDE E6430 PREMIER LAPTOP, Sistema operacional Windows 10. Utilizado para todo sistema informatizado.
14. Paquímetro Digimess 0-150 mm, menor escala (0,01 mm), precisão $\pm 0,01$ mm. Utilizado nas medidas das dimensões das amostras e confecção de peças do sistema.
15. Multímetros digital, marca MINIPA, modelo ET-2082C, com escala 750V Vca e precisão básica de Precisão: $200\text{mV} \sim 200\text{V} \pm (0,8\%+5\text{D})$; $750\text{V} \pm (1,2\%+10\text{D})$ da leitura com $\pm 3 \frac{1}{2}$ dígitos, ou escala AC 20A $\pm (3,0\%+20\text{D})$. da leitura com $\pm 3 \frac{1}{2}$.
16. Controlador de Temperatura e de Processos, marca NOVUS, modelo N1200 Pid Rampas E Patamares, termopares J, K, N, R, T, S, B, E termorresistência Pt100, 0-20 mA, 4-20 mA, 50 mV, 0-5 Vcc e 0-10 Vcc, Resolução interna: 32.767 (15 bits), Resolução na medida: 12.000 níveis, Interface USB 2.0, classe CDC, protocolo Modbus RTU, Amostragem: 55 medidas por segundo, faixa em JK Faixa: -150°C a $+1370^{\circ}\text{C}$ (-238 a $+2498^{\circ}\text{F}$) e precisão (0,25 % do span $\pm 1^{\circ}\text{C}$), faixa em PT100: -200°C a $+850^{\circ}\text{C}$ (-328 a 1562°F) e precisão (0,2 % do span), PT100 leitura a 3 fios ($\alpha=0,00385$), corrente de excitação de 0,170 mA, leitura: Variável de Processo resolução 0,1 $^{\circ}\text{C}$ erro ($\pm 0,1^{\circ}\text{C}$).
17. Sensor Temperatura Thin Film Pt100, marca JUMO, modelo: PCA_1.2005.1S, encapsulado em substrato de cerâmica, Faixa de temperatura de -70°C a $+400^{\circ}\text{C}$, Terminais de fio liga Pt-Ni de 0,20 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento, Dimensões de $5 \times 2 \times 0,9$ mm, Coeficiente de temperatura: $T_c/T_k = 3850$ ppm/K, Resistência à 0°C : 100 Ohms, Corrente de medição: 1 mA, Classe de tolerância: Classe A de acordo com EN60751 (2009-05). Utilizado para medida de temperatura em PT100 no controlador NOVUS.
18. Sensor Temperatura Thin Film Pt100, marca: Innovative Sensor Technology IST AG, modelo: P1K0.232.3SK.B.015.M, , encapsulado em substrato de cerâmica, Faixa de temperatura de -200°C até $+300^{\circ}\text{C}$, Terminais de fio liga Pt-Ni de 0,20 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento, Dimensões de $2,3 \times 2 \times 0,65/1,3$ mm, Coeficiente de temperatura: $T_c/T_k = 3850$ ppm/K, Resistência à 0°C : 100 Ohms,

Corrente de medição: 1 mA, Classe de tolerância: Classe A de acordo com A = IEC 60751F0.15. Utilizado 6 sensores no Multiplex em conjunto ao Multímetro Agilent 34410A.

19. Sensor de Temperatura Termopar tipo K, Cabo blindagem externa trançado de aço inoxidável comprimento aproximadamente 0,5 a 1 m, material de sonda em aço inoxidável, sonda diâmetro aproximadamente 1 a 3 milímetros, sonda comprimento 50 a 80 milímetros, temperatura de funcionamento $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $\sim +1250\text{ }^{\circ}\text{C}$, aplicação em forno. Utilizado para medição de temperatura no controlador NOVUS N1200.
20. Módulo Multiplexador 16 Portas Cd74hc4067, Tensão de alimentação: 1.2 V a 6V, Resistência: 60 Ohms @ 6.0V, Delay 16ns @ 6.0 V, Faixa operação de temperatura: $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $+125\text{ }^{\circ}\text{C}$. Utilizado 4 módulos para multiplexar os 6 sensores de leitura do Multímetro Agilent 34410A.
21. Placa Baseada no Microcontrolador ATmega328, marca: Arduino, modelo Uno R3, Cabo USB 2.0 - A-B, Tensão de operação 5V, Tensão de alimentação (recomendada) 7-12 V, Tensão de alimentação (limite) 6-20 V, Entradas e saídas digitais 14 das quais 6 podem ser PWM, Entradas analógicas 6, Corrente contínua por pino de I/O 40 mA, Corrente contínua para o pino 3,3V/50mA, Memória Flash 32 KB (ATmega328) dos quais 0.5 KB são usados pelo bootloader, Memória SRAM 2 KB (ATmega328), EEPROM 1 KB (ATmega328), Velocidade do Clock 16 MHz, Dimensões 68,58×53,34 mm. Usado para comutar os canais do Multiplex, via software de aquisição de dados.
22. Módulo Isolador USB, modelo: ADUM3160, compatível com USB 2.0, Conector de entrada USB macho/saída USB fêmea, transferência de controle e em massa, Interrupção de transmissão e síncrona, velocidades de 1,5 Mbps / 12 Mbps, velocidade 480 Mbit/s não é suportado, Alimentação pela USB; Corrente máx. de saída: 200mA; Tensão de isolamento: 2500 V, isolamento módulo de potência: 1500 V; Velocidade: 1,5 Mbps / 12 Mbps, Temperatura de operação: $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $+85\text{ }^{\circ}\text{C}$, Dimensões (CLE): 58×23×12 mm. Usado para isolamento galvânico das 4 portas USB utilizadas.

CAPÍTULO 4

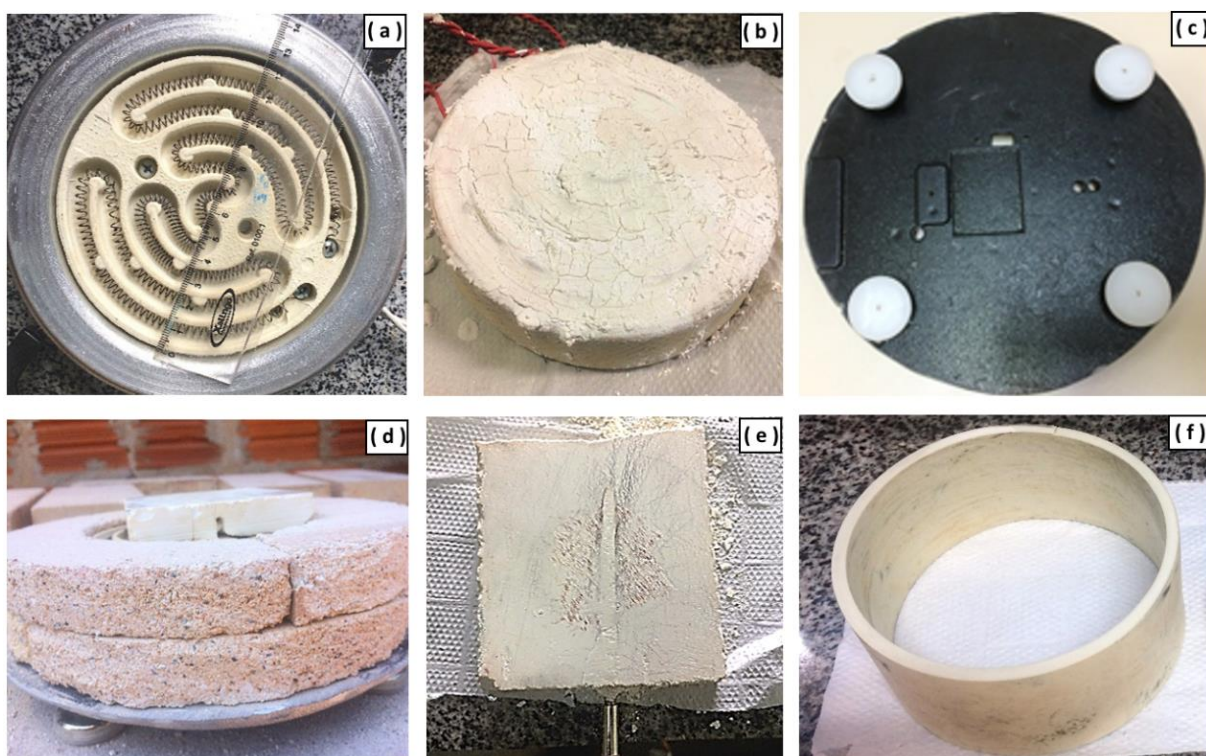
RESULTADOS E DISCUSSÕES

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Construção e montagem do forno

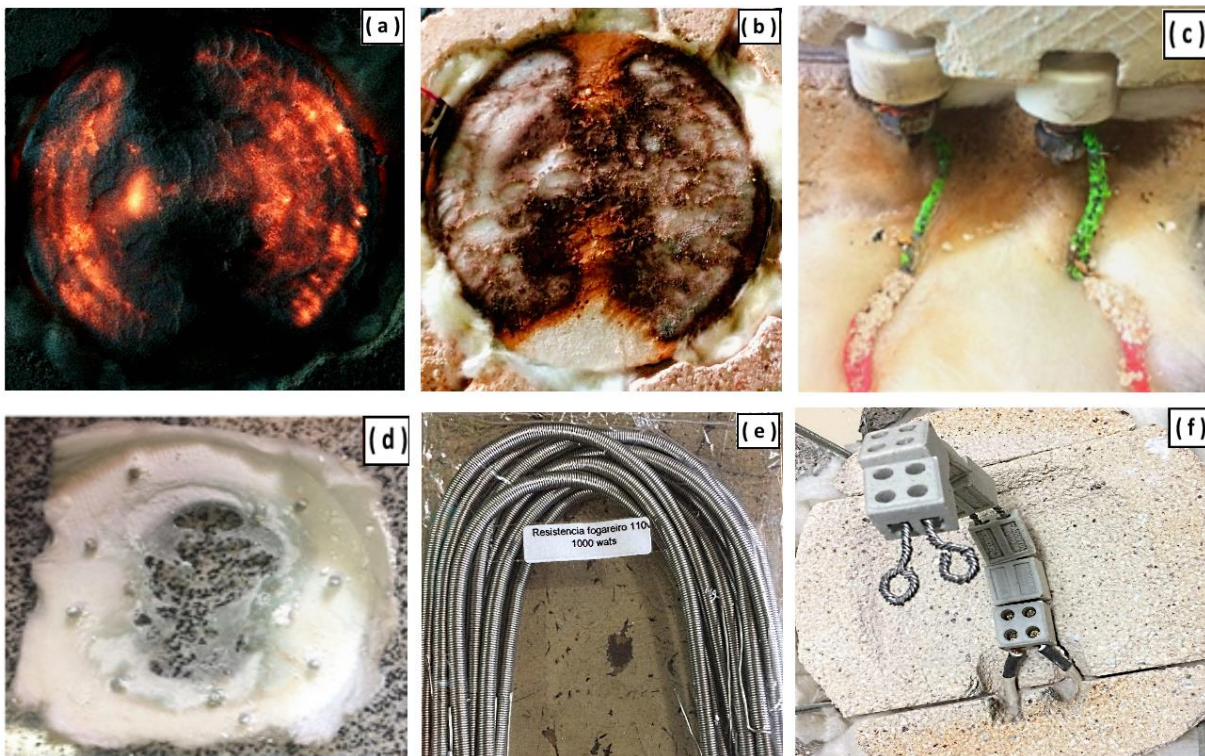
Na construção do forno, dentre algumas resistências disponíveis e testadas, a resistência extraída de uma marmitta térmica, foi a que melhor adequou-se ao projeto. O principal motivo da escolha deu-se pela potência disponibilizada e temperatura obtida nos ensaios. No processo construtivo podemos observar inicialmente os passos da montagem por meio da Figura 7 e seus seguintes itens: (a) resistência elétrica utilizada; (b) preenchimento das cavidades com o objetivo de diminuir a oxidação em pontos incandescentes da resistência e distribuir o calor de forma homogênea, para isso foi utilizada uma mistura contendo MGO (óxido de magnésio) e PVB (Poli Vinil Butiral) e diluído em acetona PA, sendo em seguida tratada termicamente para remoção dos compostos orgânicos; (c) montagem da base metálica do forno e seus suportes; (d) cortes iniciais dos tijolos refratários e adaptação para servir como sustentação dos componentes e revestimento térmico do forno; (e) base cerâmica de alumina com sulco para o posicionamento do sensor termopar, posteriormente preenchido também com mistura de MGO/PVB; (f) tubo cerâmico em alumina, obtido após a retirada do fundo de um cadinho, e usado como revestimento interno da câmara de aquecimento do forno.

Figura 7 - Imagens fotográfica da montagem inicial do forno (ver detalhes no texto).



Com o aumento da temperatura sobre os materiais em teste, alguns efeitos indesejados apareceram, o que pode ser ilustrado com as imagens fotográficas na Figura 8 (a, b, c, d).

Figura 8 - Imagens fotográfica da montagem inicial do forno. (a) resistência elétrica energizada; (b) detalhe da mistura de MGO/PVB depois da queima; (c) efeito da temperatura nos fios de alimentação da resistência, (d) fusão do isolamento térmico em lâ de vidro, (e) resistência adquirida, para forno 110V/1000W; (f) detalhe da montagem da conexão elétrica para alta temperatura.



As consequências dos efeitos da temperatura em diversos pontos do sistema acarretou em ajustes no processo construtivo. Algumas considerações sobre os testes iniciais de aquecimento podem ser resumidas da seguinte maneira:

(i) notou-se que a temperatura no suporte da resistência não era distribuída uniformemente e que havia pontos de torção na resistência os quais aqueciam muito intensamente, podendo levar a queima da resistência, além de ser necessário evitar qualquer falha na deposição da mistura contendo MGO, pois levaria ao aparecimento de pontos localizados de aquecimento muito intenso. Por este mesmo motivo não é interessante aumentar a temperatura do forno em potência máxima, a não ser por meio de um processo gradual em uma rampa de aquecimento, para aumentar a vida útil da resistência;

(ii) a temperatura foi tão baixa em alguns pontos que não foi suficiente para a eliminação do orgânico PVB;

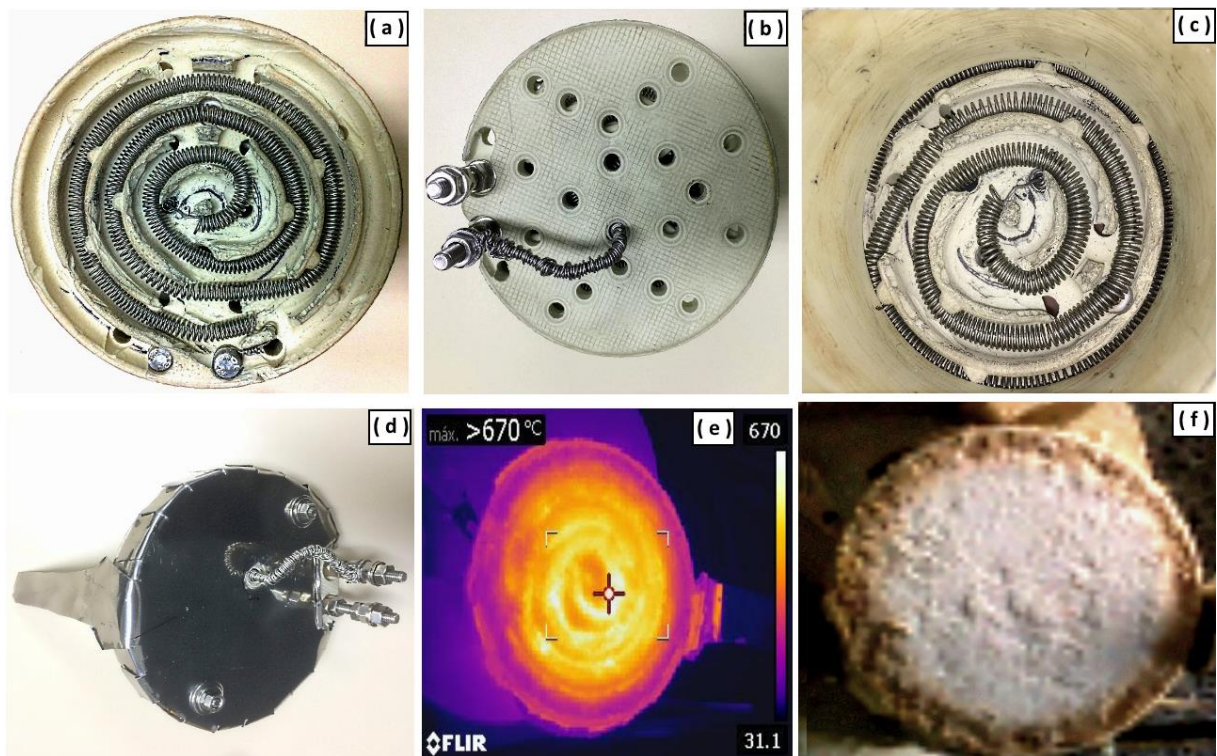
(iii) os fios de conexão da resistência não poderiam ser usados sem critérios em alta temperatura, pois se fossem dimensionados para a corrente aplicada sofreriam muito com o aquecimento e corrosão e os parafusos de conexão deveriam ser maiores e de aço inox;

(iv) o isolamento térmico em lã de vidro não poderia estar muito próximo da resistência, pois durante o teste inicial o mesmo sofreu o processo de fusão;

A Figura 8 (e, f) apresenta parte da solução encontrada aos problemas relatados acima. Utilizou-se os fios da resistência de tungstênio (usado em forno de 110V/1000W) em um feixe de 7 fios torcidos, pra reduzir a resistência elétrica e aumentar a resistência mecânica, embutida em bornes do tipo sindal de porcelana (para fio de 6 mm²) e conectado ao fio de alta temperatura (300 °C) de 4 mm² para realizar a conexão elétrica.

Além do mais, com os efeitos adversos da temperatura, outras adequações ao projeto foram necessárias. Tais alterações estão ilustradas na Figura 9 (a, b, c, d) e relatadas a seguir.

Figura 9 - Imagens fotográficas da montagem inicial do forno: (a) nova resistência elétrica de 110V/1000W instalada na base adaptada em espiral; (b) detalhe inferior da resistência e os novos parafusos de aço inox; (c) detalhe da distribuição da resistência no fundo do revestimento tubular cerâmico do forno, (d) revestimento em chapa de aço inox para segurar a mistura MGO e blindagem eletrostática da resistência, (e) distribuição da temperatura na nova resistência, avaliada por câmara térmica; (f) detalhe da queima da mistura de MGO/PVB ocorrida após o aquecimento da nova resistência.



Após os primeiros testes, considerando que a resistência inicialmente utilizada era de 110V/500W e apresentou pontos de aquecimento intenso, decidiu-se dobrar a capacidade de potência da resistência, contudo aplicando somente a potência necessária para o aquecimento, desta forma, a resistência passaria a trabalhar com uma folga e aumentaria a sua vida útil. Também foi modificada a base cerâmica de sustentação da resistência para um formato espiralado que fosse restrito à região de interesse de aquecimento, procurando a melhor distribuição térmica, dentro das limitações construtivas e evitando pontos de torção. Por fim, foi instalado um revestimento em chapa de aço inox para conter a mistura MGO e também para servir de blindagem eletrostática da resistência.

A Figura 9 (e) apresenta a distribuição de temperatura do elemento de aquecimento registrada por uma câmara de infravermelho. Por essa imagem é possível afirmar que os ajustes construtivos descritos acima possibilitaram uma melhor distribuição térmica na região de interesse com apenas alguns pontos localizados de sobreaquecimento que podem ser tolerados, mas que não puderam ser avaliados pois ultrapassaram o limite nominal da escala da câmara de 650 °C. A Figura 9 (f) mostra que a queima da mistura de MGO e PVB ocorreu de forma uniforme e na região de interesse, o que é mais uma constatação da boa distribuição térmica.

Após a etapa de montagem do elemento de aquecimento, foi realizado uma verificação do comportamento elétrico da resistência elétrica utilizada para a montagem do forno. Os valores de corrente e potência desprendida pelo sistema em função da voltagem aplicada estão representados na Figura 10, e foram obtidos pelo uso de um regulador de voltagem JNG-TDGC2 e dois multímetros Instrutherm-MD-380 e um MINIPA-ET-2082C. Tal verificação é importante para dimensionar os componentes eletroeletrônicos, bem como a energia necessária para o funcionamento sistema. Conforme observado na Figura 10, tem-se uma potência máxima de 942,55 W com a tensão em 127,2 Vca e a corrente de 7,41 A.

Ensaio iniciais para averiguar a temperatura da base cerâmica e de alguns tijolos refratários para acomodação da resistência foram realizados utilizando um variador de tensão (JNG), um controlador de temperatura (NOVUS N1200) e um multímetro (Instrutherm) para medição da tensão aplicada na resistência. Detalhes dessa montagem experimental são ilustrados na Figura 11. Note que para este processo não foi utilizado o controle automático de temperatura, mas apenas um controle manual da tensão aplicada, verificando-se a temperatura ponto a ponto.

Figura 10 - Valores de corrente e potência sobre a resistência utilizada em função da tensão aplicada.

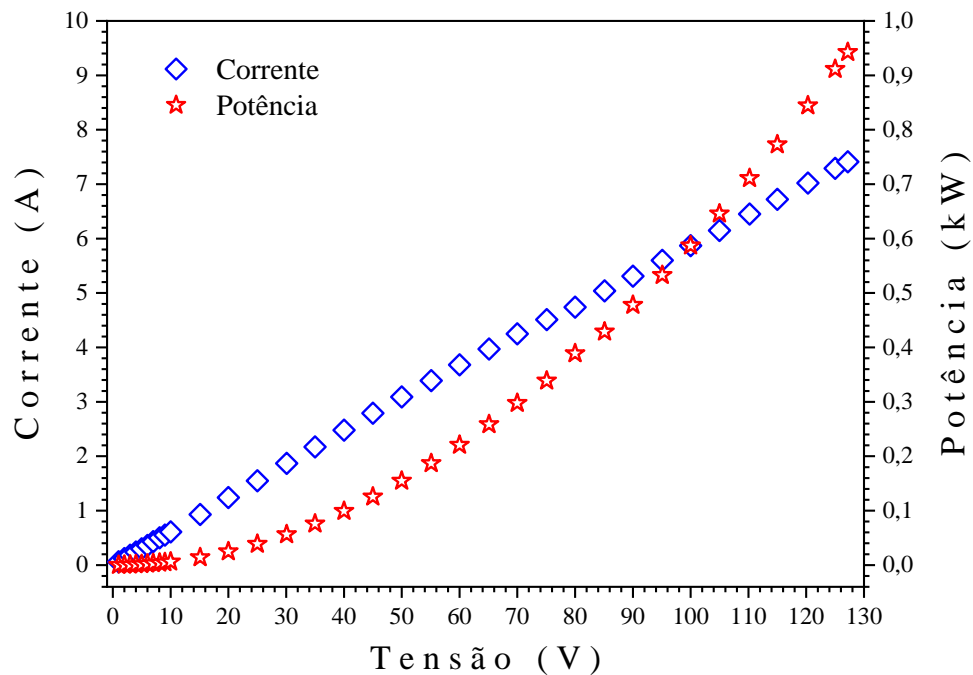
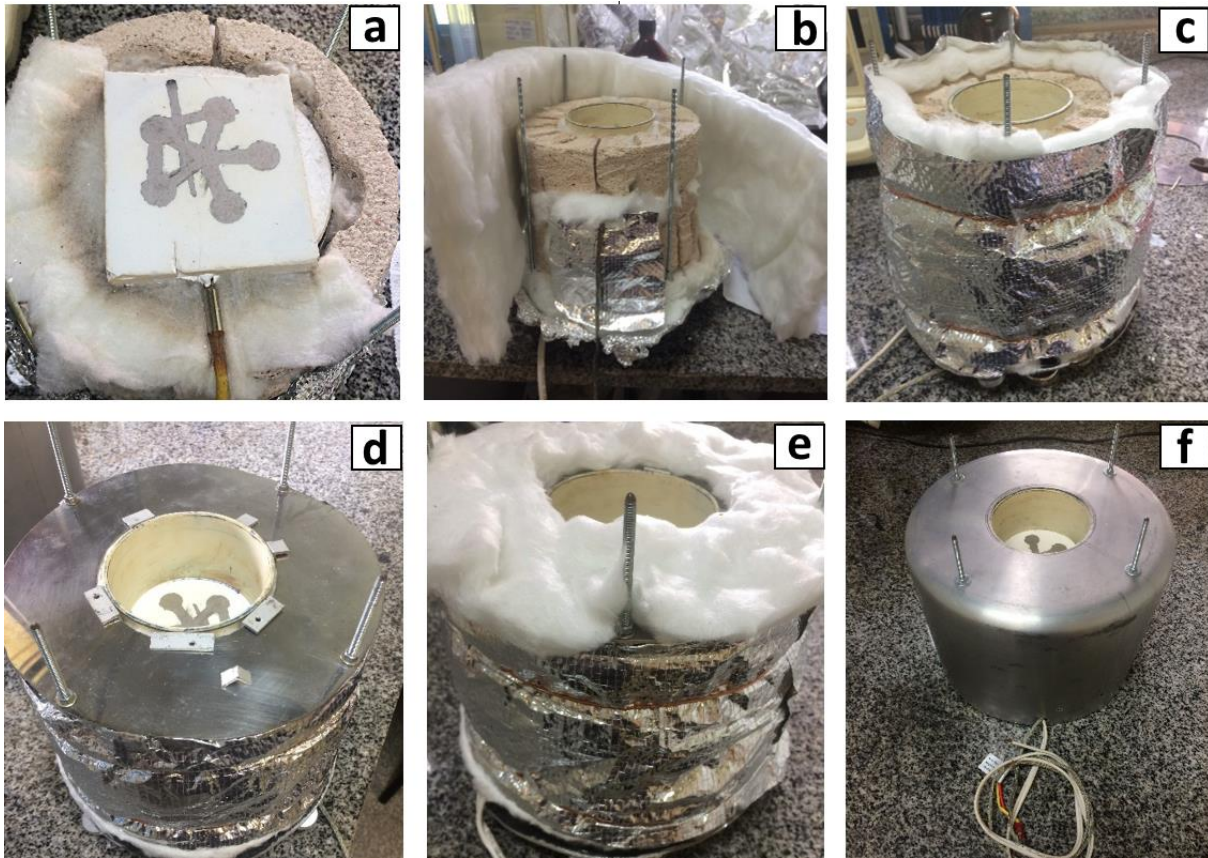


Figura 11 - Imagem fotográfica do ensaio inicial da resistência para verificação da temperatura.



Os passos subsequentes para a montagem do forno são ilustrados na Figura 12, onde os principais detalhes de construção podem ser observados, como, por exemplo: (a) detalhes da deposição da tinta platina sobre a base de alumina, (b) montagem do tubo cerâmico, tijolos refratários e isolamentos térmicos em lã de vidro, (c) revestimento em manta refletiva metalizada, (d) travamento mecânico do sistema com o disco de aço inox, (e) isolamento térmico superior de lã de vidro, e (f) finalização da montagem com a carcaça em alumínio.

Figura 12 - Imagens fotográfica dos passos de montagem do forno (ver detalhes no texto).



Com a finalização da montagem do forno, verificou-se novamente o comportamento térmico do sistema. Neste ensaio o comportamento da temperatura e tensão do forno em função do tempo foi registrado e está mostrado na Figura 13. Neste passo foi aplicado manualmente a tensão elétrica sobre a resistência e esperado o tempo de 1,6 h, buscando o tempo de estabilização da temperatura em função de cada voltagem aplicada, resultando nos valores apresentados na Figura 14. Vale salientar que todo o controle de temperatura foi manual em ponto fixo. Ainda como objetivo desta etapa, buscou-se encontrar o valor de tensão aplicada para que a região específica usada no posicionamento das amostras atingisse uma temperatura ligeiramente acima de 500 °C, definindo-a então como tensão de potência máxima do sistema. Para este ensaio foram utilizados novamente o controlador NOVUS N1200 (valor de temperatura no interior da cerâmica de base) e o multímetro Agilent 34410A usando um sensor PT100, para medir a temperatura na superfície superior da base. Também foi usado um multímetro Instrutherm MD-380 (medição tensão alternada), e para a avaliação da tensão alternada eficaz foi utilizado um osciloscópio Agilent DSO-X-2012A. Ao final do experimento, a temperatura medida pelo controlador NOVUS N1200 foi de 535,8 °C e, na região de posicionamento de amostra, o multímetro Agilent indicou a temperatura de 503,5 °C.

Nesta condição de temperatura foram registradas as seguintes voltagens: 60,1 Vca e 62,08 Vrms, pelo uso do multímetro e do osciloscópio, respectivamente. Ademais, com este mesmo experimento, foi possível estimar em aproximadamente 6,0 h o tempo de rampa para que seja atingida a temperatura de aproximadamente 500 °C. Já o tempo de resfriamento natural do sistema, de 503,5 °C a 24,7 °C, foi de aproximadamente 15,7 h.

Figura 13 - Comportamento da temperatura e tensão do forno em função do tempo.

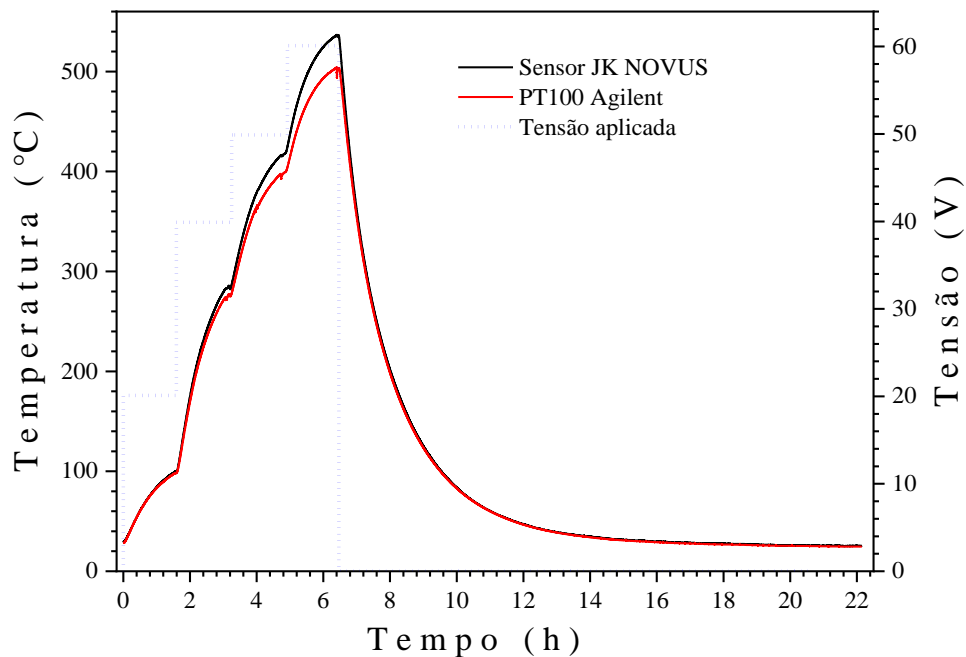
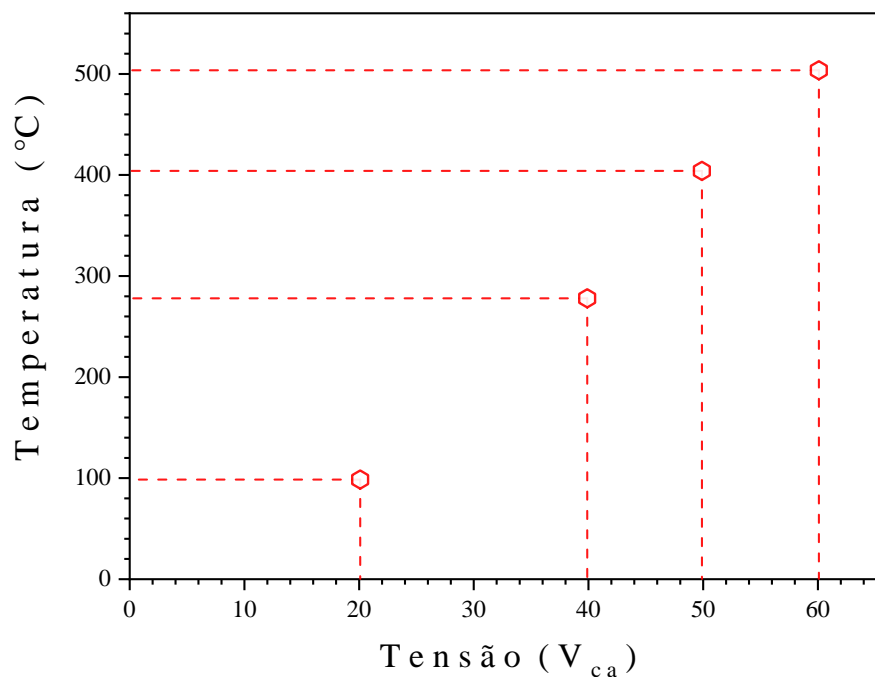
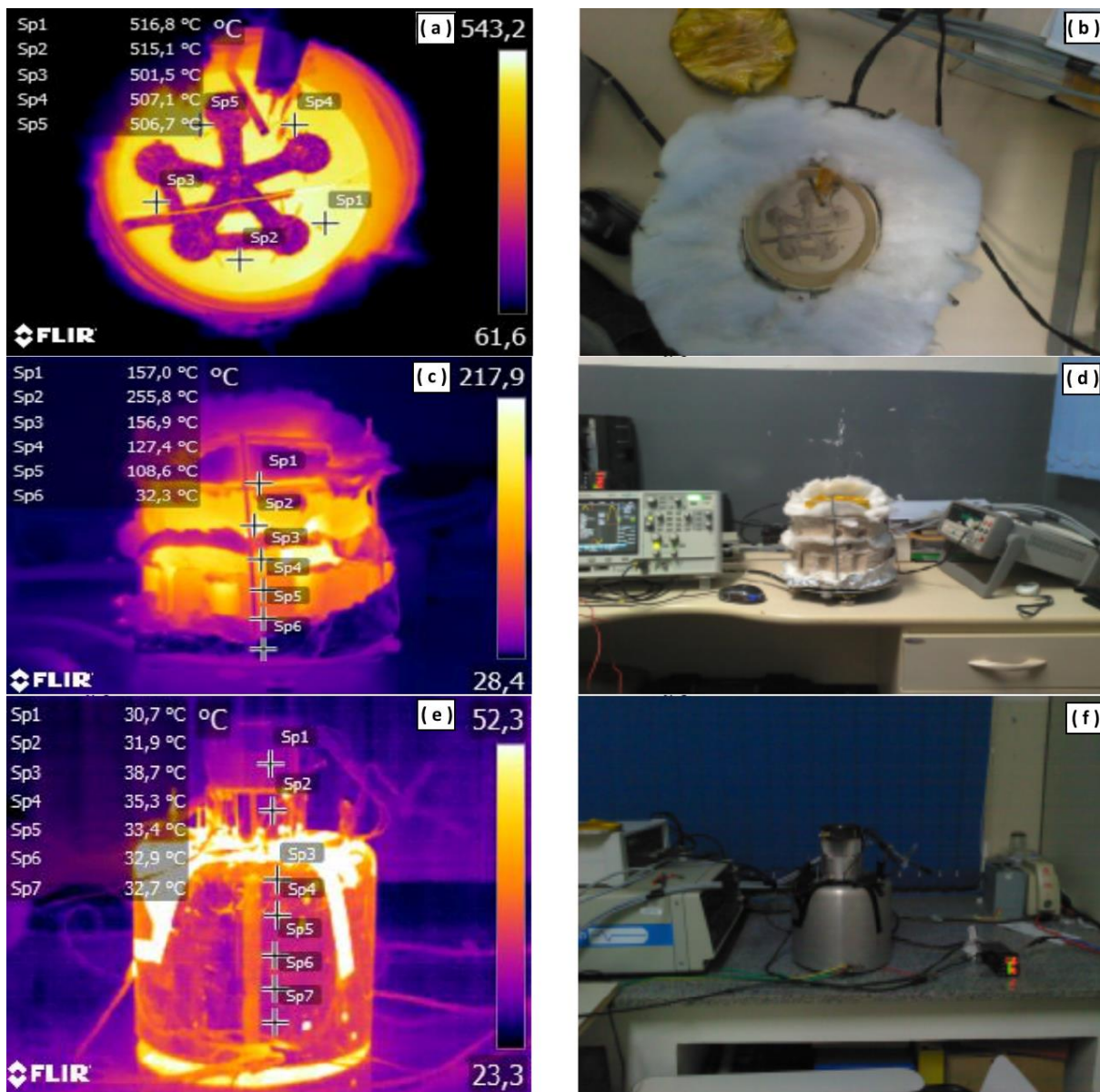


Figura 14 - Medidas da temperatura (NOVUS) do forno em função da tensão aplicada.



Para uma melhor avaliação do desempenho do sistema foram feitas verificações internas e externas das características térmicas do forno utilizando uma câmera termográfica de infravermelho FLIR E50 (ver Figura 15). Deve-se ressaltar que ao realizar medidas com a câmara térmica diversos fatores devem ser tomados em consideração, a saber: as reflexões térmicas e a emissividade dos materiais, pois pontos de emissão térmica (que são as temperaturas de reflexão) próximos a medida interferem na leitura. Por isto, a avaliação de diversos materiais em uma diversidade de pontos quentes próximos ao ponto de leitura requer cuidados para a obtenção de uma leitura condizente com a realidade.

Figura 15 - Imagens termográfica do forno à 500 °C e as respectivas regiões em fotografias convencionais no espectro visível (ver detalhes no texto).



A Figura 15 (a) traz a imagem termográfica do porta-amostras do forno e os 6 pontos escolhidos (próximos às regiões do posicionamento das amostras) para as futuras avaliações da temperatura, sempre considerando o melhor posicionamento perpendicular da câmera e as amostras com relação às medidas realizadas. Considerando os parâmetros aproximados obtidos diretamente do manual da câmera para o material cerâmico de alumina temos os seguintes valores: emissividade: 0,92; temperatura de reflexão: 543,2 °C; distância: 0,5 m; temperatura atmosférica: 25°C; temperatura da óptica externa: 25 °C; umidade relativa: 30 %. A partir dos parâmetros indicados, foram obtidas as seguintes temperaturas: Sp1 = 516,8 °C; Sp2 = 515,1 °C; Sp3 = 501,5 °C; Sp4 = 507,1 °C; Sp5 = 506,7 °C. Percebe-se que há uma diferença considerável de temperatura entre os diferentes pontos, chegando a alcançar 15,3 °C entre os pontos 1 e 3. Estas diferenças tendem a crescer com o aumento da temperatura e precisam ser levadas em consideração no processo de controle do forno pela temperatura interna, bem como para as medidas de impedância. Para fins de comparação a Figura 15 (b) traz o visual do porta-amostras avaliado em imagem fotográfica convencional.

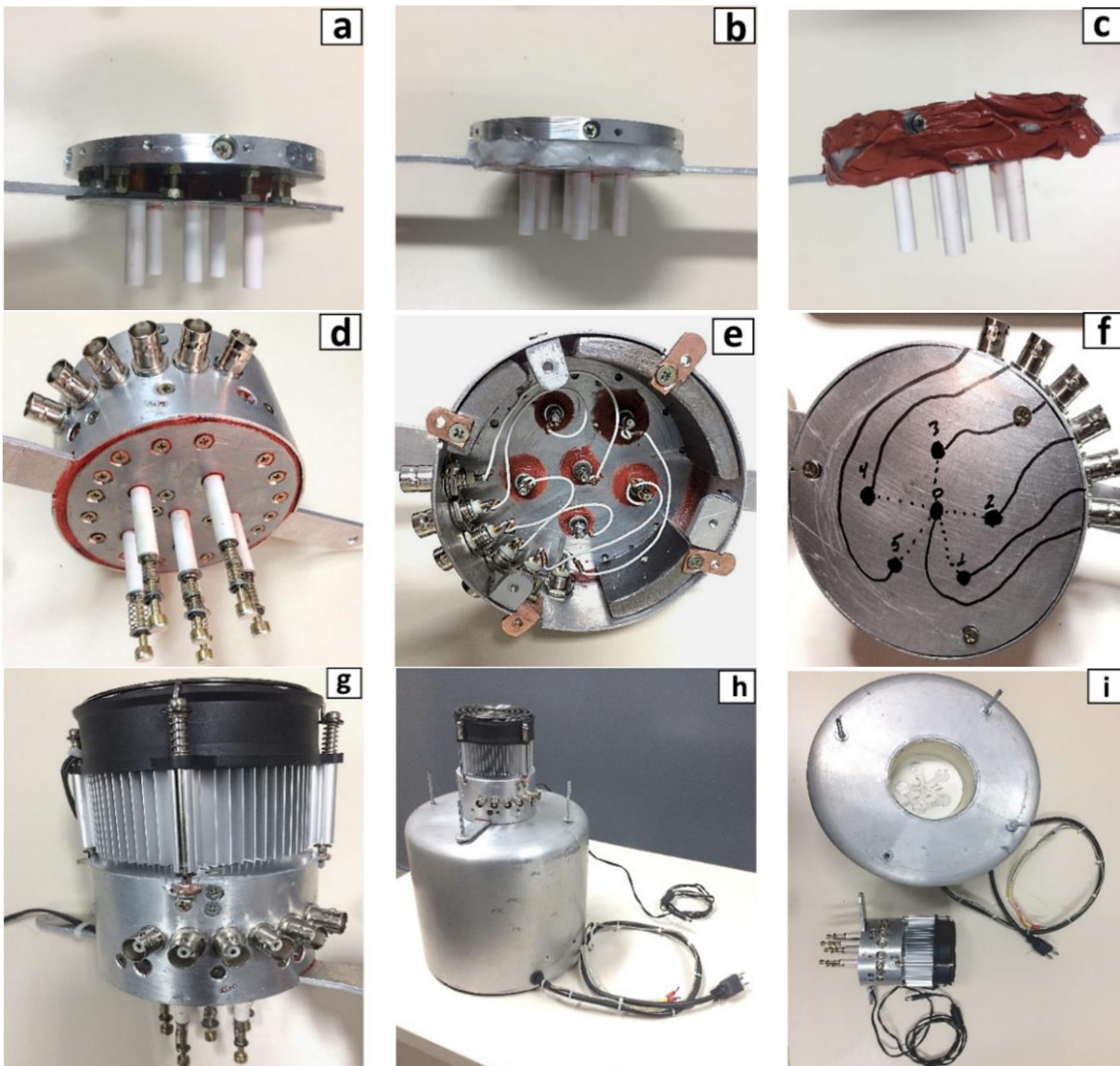
Foi verificado também a temperatura nos tijolos refratários internos do forno sem a proteção da manta térmica, e as imagens estão mostradas na Figura 15 (c e d). Como mencionado acima, foram considerados os seguintes parâmetros para o material tijolo refratário: emissividade: 0,92; temperatura de reflexão: 28,4 °C; distância: 1 m; temperatura atmosférica: 25°C; temperatura da óptica externa: 25 °C; umidade relativa: 30 %. Para esta condição experimental as temperaturas medidas foram as seguintes: Sp1 = 157,0 °C; Sp2 = 255,8 °C; Sp3 = 156,9 °C; Sp4 = 127,4 °C; Sp5 = 108,6 °C; Sp6 = 32,3 °C. Como alguns pontos externos ao tijolo refratário atingiram temperaturas ligeiramente superiores à 250 °C, indicando temperaturas muito mais elevadas nas regiões internas e adjacentes à resistência, modificações nas conexões elétricas foram realizadas para evitar danos às mesmas (*cf.* Fig. 9).

A Figura 15 (e) mostra a distribuição térmica externa ao forno em operação à 500 °C. Para esta condição foram considerados os parâmetros para o alumínio em chapa lavada, assim temos: emissividade: 0,4; temperatura de reflexão: 23,3 °C; distância: 1 m; temperatura atmosférica: 25°C; temperatura da óptica externa: 25 °C; umidade relativa: 30 %. As temperaturas encontradas foram: Sp1 = 30,7 °C; Sp2 = 31,9 °C; Sp3 = 38,7 °C; Sp4 = 35,3 °C; Sp5 = 33,4 °C; Sp6 = 32,9 °C; Sp7 = 32,7 °C. Note que na imagem da Fig. 15 (e) os pontos com indicação de maiores temperaturas na parte superior do forno não são significativos, visto que fitas isolantes usadas para a fixação de alguns elementos possuem um índice de emissividade muito diferente do alumínio, ou seja, foram avaliados somente pontos na carcaça em alumínio. Por fim, a Figura 15 (f) traz o visual do sistema completo em operação.

4.2 Montagem da tampa, dos eletrodos e da blindagem eletrostática

Esta subseção relata o processo construtivo da tampa do forno, que também funciona como suporte dos eletrodos para a medida elétrica, sendo uma etapa bastante delicada, requerendo muito cuidado e precisão. Os principais passos de montagem deste elemento são ilustrados na Figura 16.

Figura 16 - Imagens fotográfica dos passos de montagem da tampa do forno. Ver detalhes no texto.

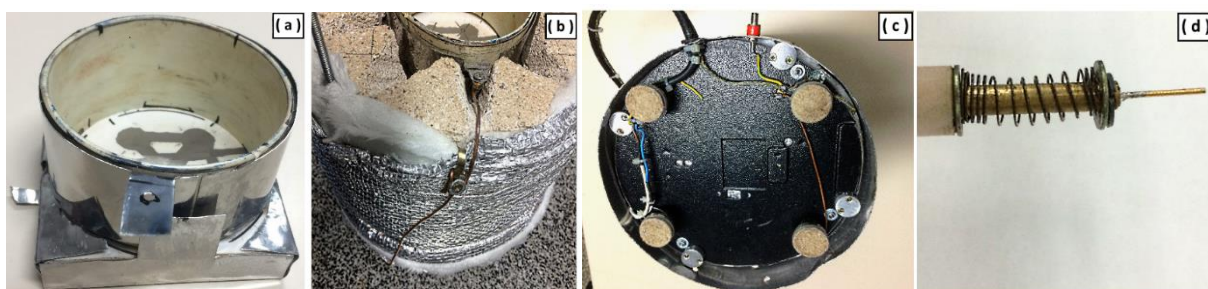


Inicialmente, foi preparado um disco de alumínio com diâmetro de 93 mm e 8 mm de espessura para a fixação de todos os outros elementos da montagem, entre eles sete tubos cerâmicos (50 mm de comprimento, 7 mm de diâmetro externo e orifício interno de 3,1 mm) usados para o isolamento elétrico dos eletrodos.

Na Figura 16 é possível observar alguns detalhes imprescindíveis para o bom funcionamento da tampa do forno também como suporte dos dispositivos de medição elétrica, aqui chamados simplesmente de eletrodos. Os principais itens podem ser elencados da seguinte maneira: (a) uma chapa de aço inox comportando duas abas de alumínio que servem de alinhamento da tampa e também suporte dos parafusos de ajustes e guias dos tubos cerâmicos, estes parafusos foram fixados no disco base de alumínio que também fixam os tubos cerâmicos; (b) isolamento térmico em lã de vidro; (c) aplicação do silicone vermelho de alta temperatura; (d) montagem dos eletrodos nos tubos cerâmicos e conector BNC; (e) detalhe da montagem dos fios de conexão eletrodo/BNC e pesos compensadores da mola; (f) tampa do compartimento de conexões; (g) montagem do dissipador de calor e ventoinha; (h) tampa posicionada no forno; (i) aspecto visual final da montagem do forno e respectiva tampa.

Durante os testes iniciais do forno, já em conjunto com a realização de medidas de EI, constatou-se uma interferência eletromagnética, principalmente nas leituras de valores altos de impedância. A Figura 17 (a) ilustra a blindagem em chapa de aço inox em volta da base cerâmica e do tubo cerâmico adotada para a resolução deste problema. Note que foi importante garantir uma boa conexão entre todas as peças metálicas e a blindagem com o sistema de aterramento geral de dados, como mostra a Figura 17 (b,c). Recomenda-se aqui fiação de 4 mm^2 ou superior para ligação do ponto de aterramento do forno ao barramento de terra de dados. Esta medida é necessária para mitigar choques elétricos ou danos em equipamentos caso ocorra uma fuga da resistência elétrica para a carcaça. Também muito importante, observou-se uma não conformidade nas leituras de permissividade causada pelas dimensões dos eletrodos de conexão com a amostra. O eletrodo original de 6,0 mm diâmetro por 3,5 mm de comprimento, causava um gradiente térmico sobre a amostra e, como solução, foi desenvolvido um novo eletrodo banhado a ouro com 0,65 mm de diâmetro e 8,87 mm de comprimento, como ilustra a Figura 17 (d). Devido a reduzida área de contato com a amostra foi necessário modificar as molas que pressionam o eletrodo para obter o contato elétrico desejado.

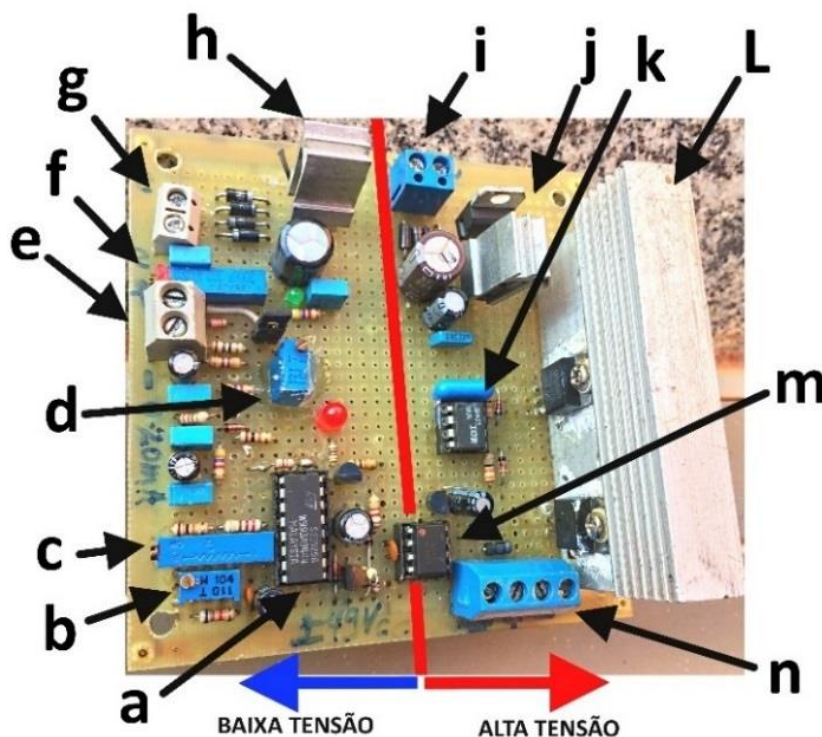
Figura 17 - Imagens fotográfica dos passos para resolução de interferências elétricas e térmicas e da blindagem eletrostática (a, b, c) e mudanças no eletrodo (d). Ver detalhes no texto.



4.3 Montagem do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno

Esta subseção versa sobre os circuitos do módulo de potência e controle de temperatura, trazendo uma visão geral das etapas de construção. Inicialmente, o detalhamento da montagem da placa de controle geral de conversão de corrente em PWM (PCGDCEPWM) é apresentado na Figura 18 com as suas indicações técnicas (letras de a até n) descritas a seguir: (a) circuito integrado responsável pelo controle da modulação da largura de pulso, o SG3525A; (b) potenciômetro de ajuste do tempo desligado do PWM; (c) potenciômetro de ajuste da frequência do PWM com faixa de ajuste entre 2 kHz a 20 kHz, estando calibrado em 7,1428 kHz; (d) potenciômetro de ajuste fino para calibração da corrente de referência em 20 mA; (e) borne de conexão para o controlador NOVUS N1200 na entrada de 4-20 mA da placa de controle; (f) ajuste fino da tensão convertida de 4-20 mA em 0-10 V de conversão; (g) borne de conexão de entrada da corrente alternada 18 Vca; (h) regulador/estabilizador monolítico 12 Vcc; (i) borne de conexão de entrada da corrente alternada 18 Vca da alta tensão; (j) reguladores/estabilizadores monolítico 18 Vcc e 5 Vcc; (k) circuito acoplador e reforçador de sinal para IGBT, modelo IR4427; (l) dissipador de calor e fixação dos IGBT, modelo 10B60KD; (m) acoplador óptico de alta velocidade, modelo 6N137; (n) borne de conexão dos 179 Vcc e saída PWM para resistência elétrica do forno.

Figura 18 - Detalhamento da montagem da placa de controle geral de conversão de corrente em PWM (PCGDCEPWM). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até n) no texto.



Outro circuito desenvolvido foi a Placa eletrônica de Controle de Carga 1 (PCC1), mostrada na Figura 19A. O detalhamento construtivo tem as seguintes indicações de funções: (a) relé de desligamento do PWM de saída, usado pra impedir o envio da carga do capacitor em uma falha do IGBT e ativar a saída depois do capacitor carregado; (b) resistor de pré-carga do capacitor de potência; (c) temporizador LM555 do relé do PWM; (d) entrada 18 Vca e regulagem em 12 Vcc; (e) temporizador LM555 do relé de pré-carga; (f) relé de ponteamento do resistor de pré-carga.

Para a ventoinha da tampa foi utilizado um sistema de proteção contra curto circuito. Este circuito é composto por um limitador de corrente de 1,24 A, impedindo que a placa de controle do sistema seja desligada por um curto circuito externo. A Figura 19B apresenta a placa eletrônica de alimentação do cooler com as seguintes indicações: (a) regulador monolítico de 12 Vcc; (b) fonte de corrente constante de com o LM317 de 1,24 A; (c) retificação e filtragem dos 18 Vac. Por fim, a Figura 20 apresenta o indicador analógico de potência de saída em sua visão anterior e posterior, onde o potenciômetro em miniatura ajustável de máxima escala foi indicado pela letra “a”. Note que na Seção 4.4 está detalhado o procedimento de regulagem da máxima escala deste indicador analógico.

Figura 19 - A: Detalhamento construtivo placa eletrônica de controle de Carga 1 - PCC1. B: Detalhamento construtivo placa eletrônica de alimentação do cooler. Detalhes sobre cada elemento no texto.

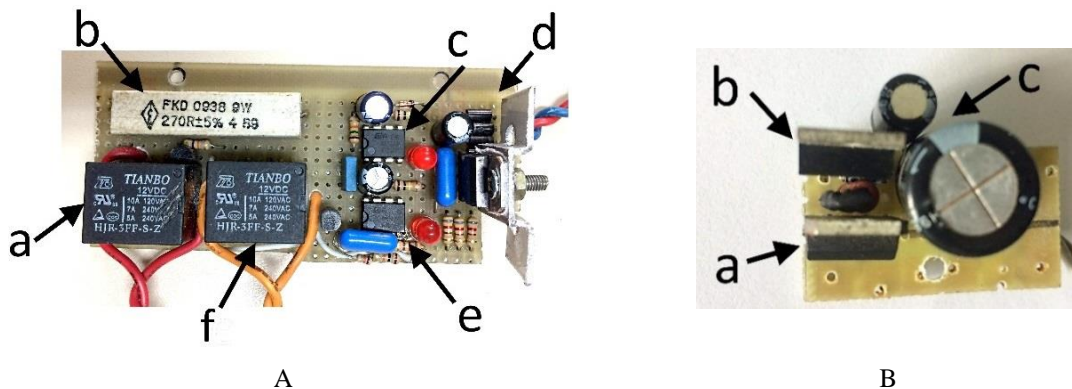
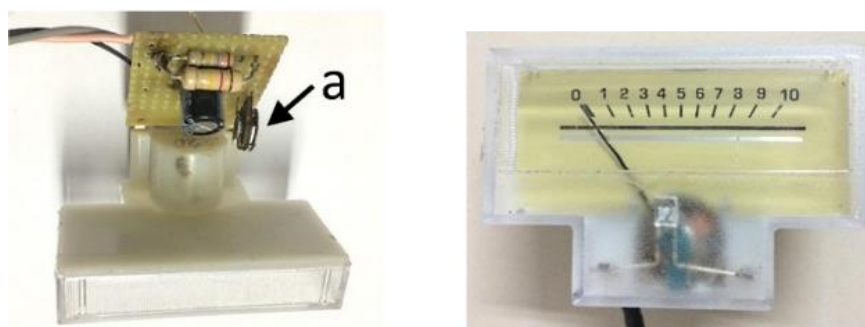


Figura 20 - Detalhes construtivos do indicador analógico de potência de saída anterior e posterior do medidor. (a) potenciômetro miniatura ajustável de máxima escala.

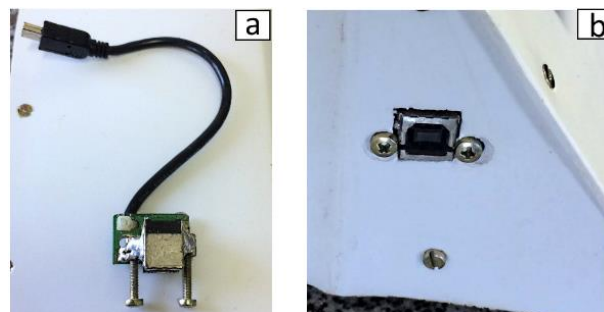


Alguns itens periféricos do sistema de controle são ilustrados na Figuras 21 e 22. A Figura 21 ilustra os passos construtivos de um indicador luminoso de potência, com os seguintes detalhes: (a) três dispositivos LED de alto brilho ligados em série e resinados em linha, (b) resistores associados para suportar o PWM de 179 Vcc, (c) indicador visual em operação. Já a Figura 22 traz o detalhamento da montagem do conector USB tipo B ao controlador NOVUS, com o detalhe dos parafusos de fixação e do cabo de conexão (a) e o detalhe do conector USB já fixado na caixa (b).

Figura 21 - Detalhamento construtivo do indicador luminoso. (a) Três super LED ligado em série e resinado, (b) Resistores associado para suportar o PWM de 179Vcc, (c) Indicador visual finalizado em funcionamento.

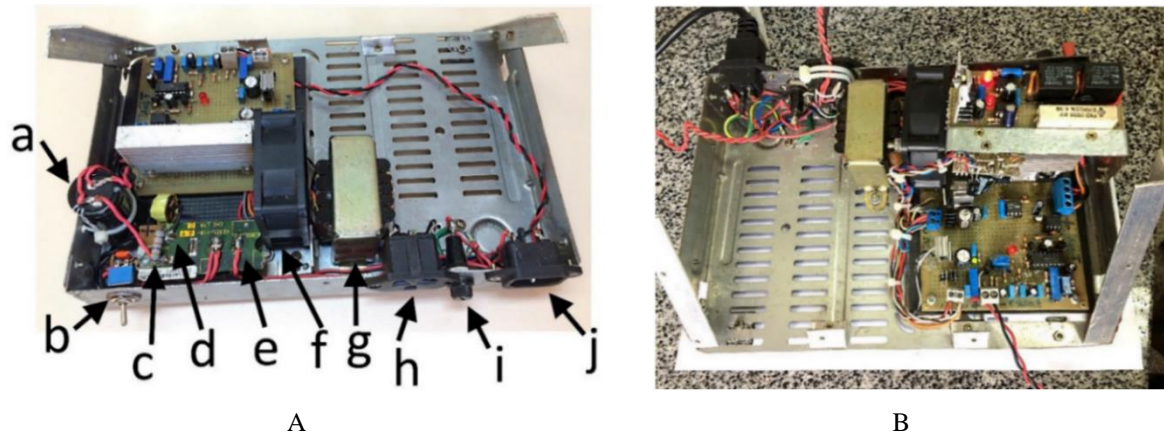


Figura 22 - Detalhamento construtivo do conector USB tipo B ao controlador NOVUS. (a) Parafusos de fixação e cabo de conexão e, (b) conector USB fixado na estrutura.



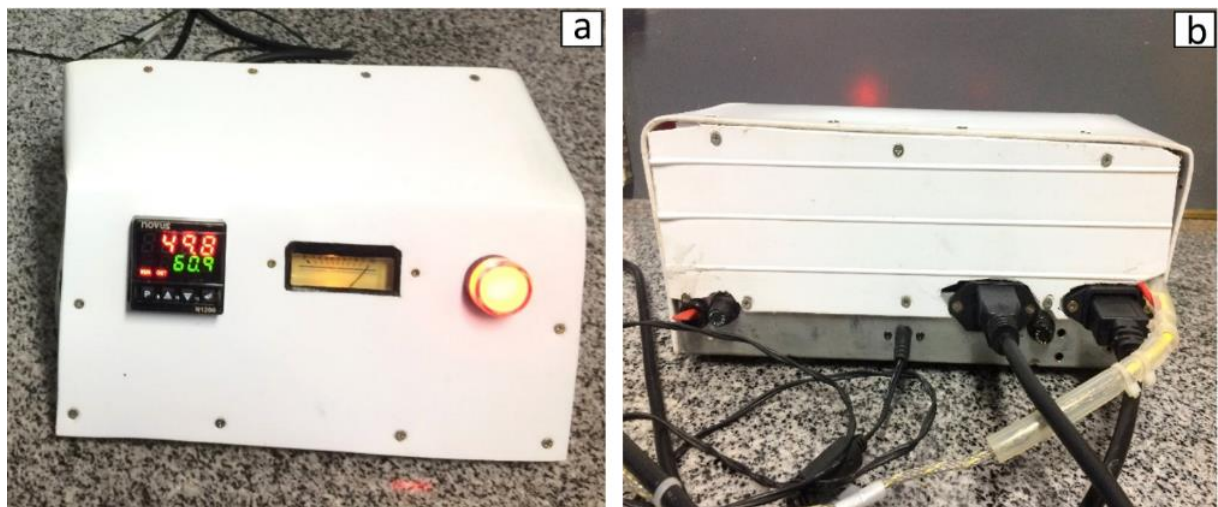
A fixação das placas dos circuitos eletrônicos foi feita sobre chassi de montagem reaproveitado de um aparelho de som antigo, após as adequações das dimensões e instalação de pés de apoio de borracha. A Figura 23 (A, B) traz duas imagens distintas onde é possível ver detalhes da montagem do sistema eletrônico de controle de temperatura. A Figura 23A mostra o chassi sem a placa de controle e da ventoinha pra destacar os itens que estão na parte inferior e tem as seguintes especificações: (a) capacitor de potência 1200 μ F - 200 V; (b) chave geral da rede; (c) resistor de descarga do capacitor; (d) indutor de filtragem de alta frequência do capacitor de potência; (e) ponte retificadora de potência; (f) ventoinha interna de refrigeração; (g) transformador abaixador de 18 Vca + 18 Vca; (h) tomada de saída do PWM para a resistência, (i) fusível geral da rede, (j) tomada de entrada da alimentação da rede.

Figura 23 - Detalhe construtivo do sistema eletrônico de controle de temperatura montagem do chassi sem a placa eletrônica de pré-carga e com placa de pré-carga. Detalhes sobre cada elemento no texto.



Por fim, a Figura 24 (a, b) ilustra, respectivamente, as visões frontal e posterior da montagem final do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno.

Figura 24 - Imagens fotográficas da montagem final do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno. (a) Visualização frontal do sistema controlador, (b) Visualização traseira do sistema controlador.



4.3.1 Aspectos de segurança, aterramento e isolamento galvânico

No desenvolvimento eletrônico procura-se estabelecer os limites das características eletrônicas do sistema, bem como a segurança do operador e componentes, alinhado com a precisão de calibração e controle. No sistema construído a corrente elétrica do forno pode atingir valores próximos de 7,41 A com uma tensão de 127,2 Vca, sendo necessário tomar medidas de segurança para proteger o usuário e também outros equipamentos conectados a ele. Os transistores de potência, aqui chamados de IGBT's, modelo 10B60KD, foram utilizados em paralelo, e em série com duas resistências de 0,08 Ω , para equalizar as diferenças de correntes.

Dessa forma cada IGBT tolera uma corrente de 12 A e, em termos práticos, os dois em paralelo permitem uma corrente chaveada próxima de 24 A. É importante alertar que a tensão aplicada aos IGBT's está próxima a 179 V_{cc}, e que uma resistência baixa aplicada ao circuito chaveado provocará uma intensa corrente e levará a destruição dos IGBT's, sendo que, em alguns casos, os IGBT's poderão queimar antes mesmo do fusível de proteção de saída. Salienta-se também que este sistema utiliza a rede elétrica retificada, assim não existe isolamento entre os terminais de saída PWM e a rede elétrica. Por questão de segurança, foi inserido um resistor interno que descarrega o capacitor de potência em 3 minutos, mas não é recomendado ao usuário comum ter acesso à placa eletrônica sem ter conhecimento técnico para isto. A placa eletrônica possui uma divisão, entre o lado de baixa e de alta tensão, as quais possuem isolamento galvânico, óptico e eletrostáticos. Mesmo que existam estes isolamentos é altamente recomendado a utilização de um adaptador com isolamento galvânico na porta USB, visto que o próprio fabricante do controlador NOVUS N1200 alerta que este isolamento não está presente.

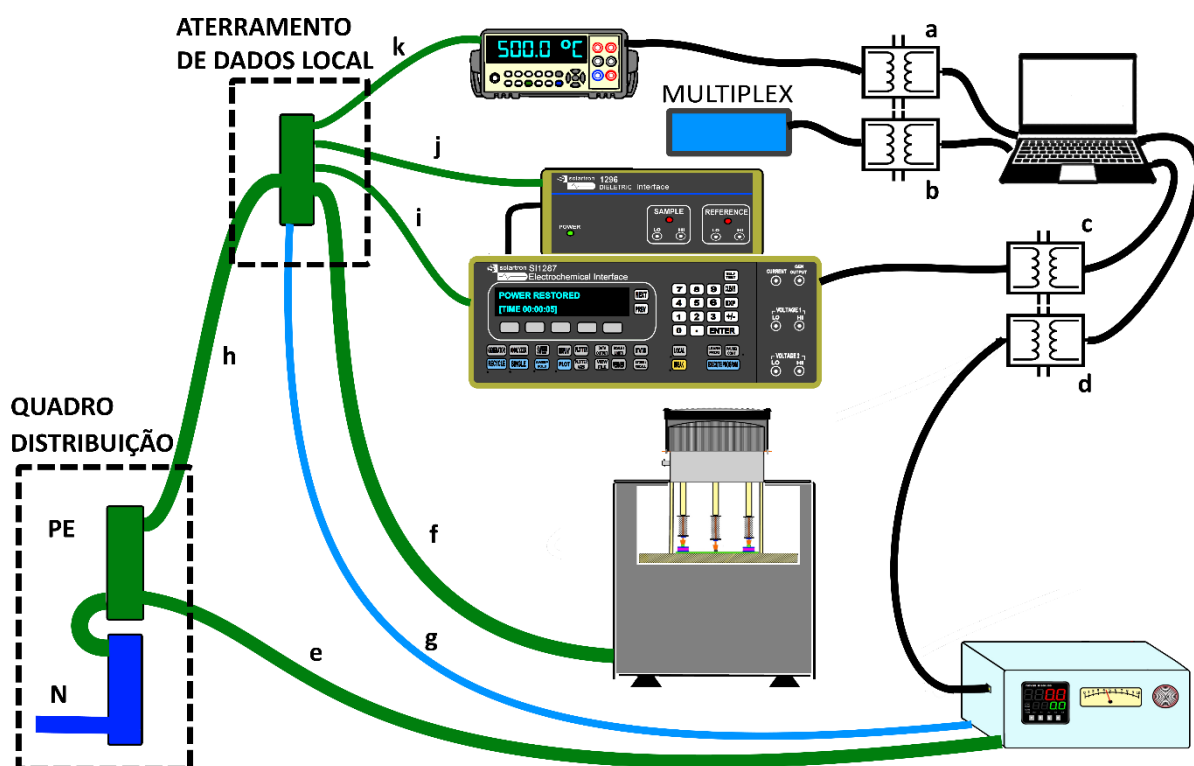
De fato, o sistema de potência trabalha com pulsos de PWM em alta frequência, que geram Interferência Eletromagnética, (EMI, do inglês: *Electromagnetic Interference*) e transientes, e estes todos conduzidos pelos diversos tipos de filtragem e blindagem eletrostática diretamente ao fio de aterramento. Assim podemos dizer que o aterramento do módulo de potência é carregado de diversos sinais espúrios os quais não podem ser conectados com os demais aterramentos, como os de sinais de interesse, que são extremamente sensíveis a ruído. Os demais equipamentos também geram estes ruídos em pequena escala, desta forma, cada aterramento possui correntes de sinais espúrios que vão se somando nos pontos de conexão. A soma destes sinais espúrios pode gerar perturbações nos equipamentos sensíveis, por isto, não se deve usar um único condutor realizando a conexão de terra, mas buscar a topologia estrela por qual as correntes de cada equipamento irão em um condutor distinto e de preferência dos de maiores potência em barramentos de centralização de aterramento distinto. Se cada equipamento gera um sinal de terra, ao ligar a carcaça de um equipamento ao outro por meio de um outro condutor, como por exemplo a porta USB, as correntes de aterramento irão se dividir e encontrar um (*loop* de terra) que provocará correntes na porta USB e, por consequência, interferência nos equipamentos. Desta maneira, é importante usar um isolador galvânico para impedir que a corrente de *loop* de terra ocorra [58]. Contudo, na ocorrência de uma falha elétrica, mesmo que exista um aterramento, descargas elétricas podem danificar o computador ou equipamentos, e até mesmo causar choques elétricos, caso não seja instalado um disjuntor diferencial residual. Neste trabalho foi utilizado o adaptador comercial "Isolador Adum 4160 USB", o qual está representado na Figura 25.

Figura 25 - Imagens fotográfica de um módulo Isolador Adum 4160 USB.



Para uma melhor compreensão, a Figura 26 ilustra de forma esquematizada o sistema de aterramento elétrico utilizado neste trabalho. As indicações (a, b, c, d) na Figura 26 são os pontos de instalação do módulo Isolador Adum 4160 USB, que desempenham a função de proteção das portas USB e de bloqueio das correntes de *loop* entre os aterramentos dos equipamentos. O quadro de distribuição possui regras definidas pela norma da ABNT 5410, dizendo que o barramento de proteção (PE) é derivado do barramento de neutro (N), no qual os aterramentos são derivados. Recomenda usar um fio mínimo de 4 mm² entre o barramento local de dados, como indicado pela letra (h), e um outro fio isolado que vai até a Placa de Potência, indicado por (e). O fio de aterramento que vai para o forno, indicado por (f), também deve ser de no mínimo 4 mm². Os demais aterramentos de dados, indicações (g, i, j, k) podem ser feitos com fio 1,5 mm² - 2,5mm² dependendo do especificado pelo fabricante e é importante ressaltar que a topologia estrela do aterramento neste sistema deve ser mantida o máximo possível, sem interconectar carcaças e cabos de guarda elétricos [58,59].

Figura 26 - Detalhamento e representação esquemática do sistema de aterramento e isolamento galvânico (sem escala). Detalhes sobre cada elemento (indicados pelas letras de a até h) no texto.

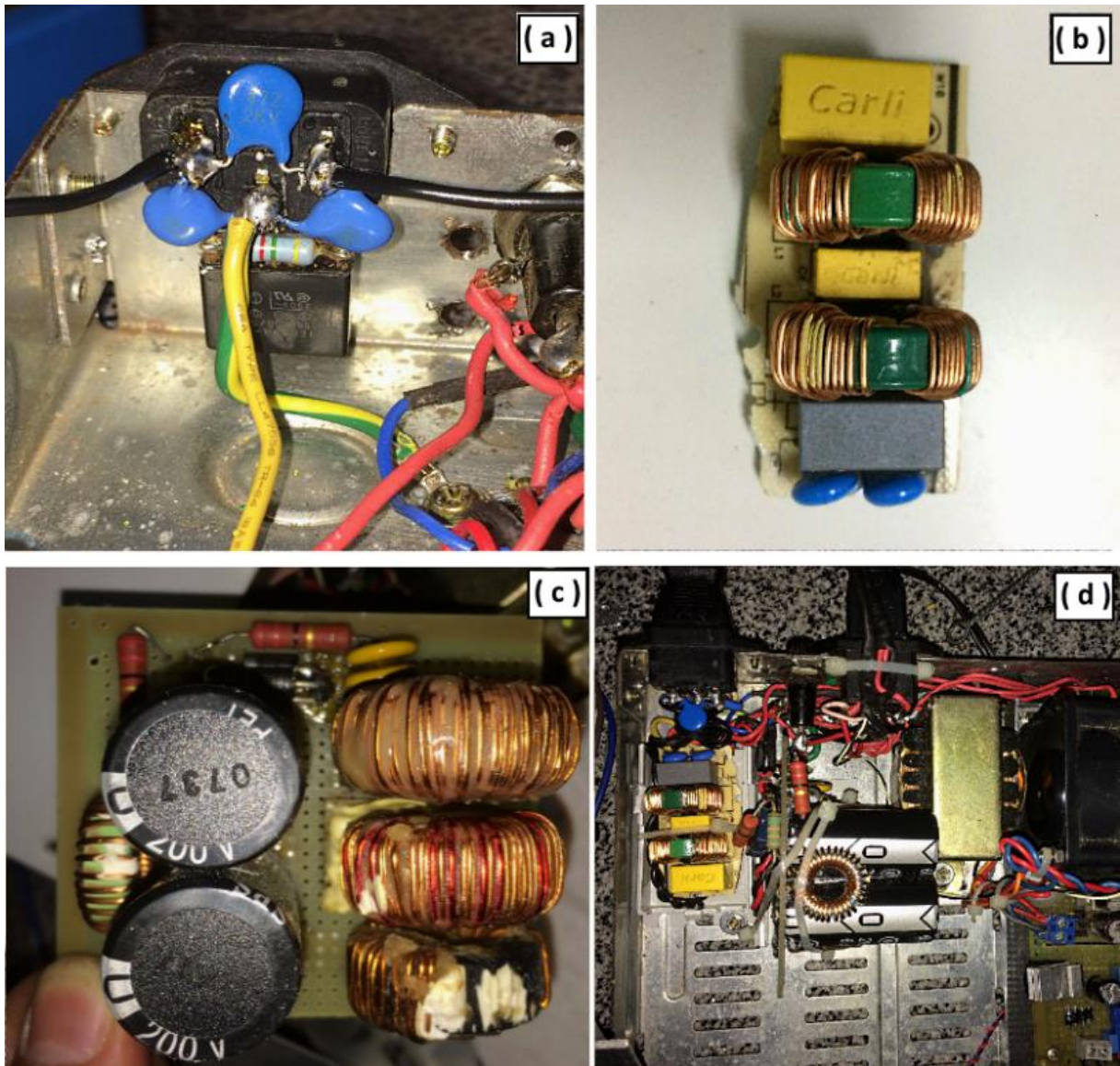


Durante os testes do circuito com a resistência de 1000 W, os ruídos transientes elevaram-se de forma considerável, ao ponto de reiniciar o controlador e paralisar algumas comunicações de USB, aumentando falhas nas leituras de dados. A EMI conseguia passar os isolamentos galvânicos, por ondas de rádio e na insistência avariou o módulo de isolamento galvânico USB do controlador NOVUS e a memória flash do controlador, o qual sofreu a perda de parâmetros da memória interna. O módulo galvânico USB teve de ser trocado e a memória flash do controlador teve de ser reprogramada. Por este motivo, foi necessário tomar várias medidas de segurança e de controle de ruídos e de inerências apresentadas no início deste tópico.

Em termos de hardware do sistema eletrônico de controle de temperatura do forno, a primeira medida tomada foi a inclusão de um módulo Filtro duplo PI composto por capacitores e indutores toroidais, como ilustra a Figura 27 (a, b). Nesse tipo de filtro os capacitores são ligados de forma a gerarem baixa impedância em altas frequências e redirecionarem estas frequências ao aterramento. Já os indutores tem a função inversa, ou seja, gerar alta impedância na passagem da alta frequência. Todo este processo é duplicado para formar um circuito total de filtragem para alta frequência em duplo PI. Este filtro é aplicado na entrada da rede e tem a função de impedir que as inerências passem do circuito para rede e vice-versa.

Como uma segunda medida, na saída do sistema eletrônico de controle de temperatura que alimenta a resistência, foram adicionados dois circuitos: o Circuito Supressor de Transiente e o Conversor Buck, ambos montados na mesma placa, como ilustra a Figura 27 (c). O Circuito Supressor de Transiente é importante pois na adição do circuito Buck, os efeitos da força contra eletromotriz (f.e.c.m) dos indutores de filtragem do Buck podem ser preocupantes. Os pulsos do PWM nos indutores, produzirão f.e.c.m que serão somados proporcionalmente, duplicando a tensão do PWM, tanto no acionamento quanto no desligamento, agravando significativamente a EMI e, inclusive, podendo acarretar a destruição dos IGBT's. Capacitores, resistores e diodos (RCD) são montados a fim de produzir circuitos de amortecimento (Snubber). Com a adição de circuitos Snubber muito bem projetados e sintonizados foi possível diminuir os transientes a um nível quase imperceptível. O circuito Buck, composto basicamente por diodos de alta frequência e alta corrente 9 A, em conjunto com bobinas dimensionadas para filtragem, juntamente com o maior valor possível de capacitores no circuito, formam uma filtragem que é exclusiva para a carga específica dimensionada, e atua de forma tão eficiente que o PWM é convertido em uma tensão contínua com ondulações quase imperceptíveis. Ao final, mais um filtro PI é adicionado para reduzir ainda mais a ondulação [58]. A montagem final dos circuitos de filtragem é apresentada na Figura 27 (d).

Figura 27 - Imagens fotográficas da montagem dos módulos adicionais eletrônicos de potência do forno. (a) Instalação dos capacitores de filtragem parte do filtro PI, (b) Filtro duplo PI. (c) Circuito Supressor de Transiente e Conversor Buck. (d) Montagem das placas adicionais no sistema controlador.



É importante lembrar que os equipamentos utilizados na caracterização elétrica e controle de potência são de alta precisão e trabalham com sinais muito baixos, sendo sensíveis a qualquer ruído elétrico. Sendo assim, como exemplo, enquanto todas estas medidas de aterramento e isolamento galvânico não foram tomadas, foi possível perceber perturbações no multiplex no exato momento de ligação da resistência perturbando a medida em todos os canais. Em um outro exemplo, a falta do filtro duplo PI na entrada na etapa de potência e na entrada do controlador NOVUS N1200 ocasionou por diversas vezes o *reset* do controlador, e novamente, após todas as mudanças no aterramento e proteções contra a EMI mais nenhuma perturbação foi percebida.

4.4 Calibração do circuito de potência em função da tensão rede

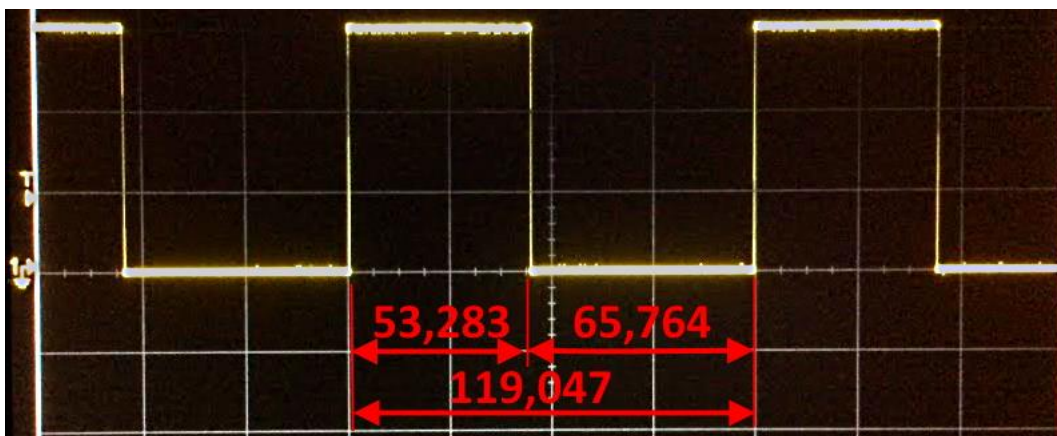
Considerando as características das variações de tensão da rede elétrica definidas nas normas da ABNT, entre elas a ABNT-5410 [59], que estabelecem as quedas de tensão entre o transformador até o ponto consumidor, verifica-se que a entrada de alimentação em alta tensão do transformador deveria flutuar a menos que 7 %, ou seja, desta forma temos em média $\pm 3,5$ % de variação da tensão na saída do transformador. A norma ABNT-5410 estabelece que do transformador até o quadro de distribuição, a queda não ultrapasse 4 % e até o ponto de consumo não ultrapasse 7 % no intervalo. Se houver um motor elétrico ligado à rede será permitida uma queda de tensão de até 10 % do valor nominal. Desta forma podemos definir que, em geral, a tensão se encontrará normalmente próxima aos 4 % de queda e que em alguns períodos de sobrecarga a queda atingirá 7 %. Contudo a alta tensão pode flutuar mais 3,5 %, deste modo poderá descer a 10,5 % e, se um motor for ligado à rede, poderá apresentar uma queda de 13,5 %. Considerando as instalações locais da UFGD, por exemplo, se o sistema for utilizado em um final de semana em que as cargas sejam reduzidas, pode haver uma queda da corrente e elevação da tensão sobre a rede e, por consequência, a alta tensão poderá subir os 3,5 %. Ademais, em alguns casos excepcionais, pode atingir valores próximos de 5 % de sobretensão. Com base nestas informações foram estabelecidos os parâmetros de calibração apresentados na Tabela 1. Para a definição dos parâmetros foi também foi levado em consideração a informação apresentada na Seção 4.1, onde está reportado que o forno atingiu 503,5 °C quando o multímetro Instrutherm registrou a tensão de 60,1 Vca e o osciloscópio Agilent registrou uma voltagem de 62,08 Vrms.

Tabela 1 - Parâmetros de calibração em função da tensão de rede.

Variação da Tensão Nominal da Rede (%)	Tensão da Rede (Vca)	Tensão do Retificador sem Carga (Vcc)	Tensão do Retificador com 100 % de carga (Vcc)	PWM+ (%)	PWM+ (μ s)	PWM- (μ s)	Período e Frequência do PWM (μ s)/(KHz)	Tensão 100 % do PWM (Vrms)
5	133	186,1	166,0	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	74,30
0	127	177,8	160,6	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	71,88
-4,72	121	169,4	153,9	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	68,88
-6,92	119	166,3	151,0	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	67,58
-7,5	117	163,7	148,5	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	66,47
-10	114	159,5	144,2	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	64,54
-13,4	110	153,5	138,7	44,758	53,283	65,764	119,047 / 8,4	62,08

Por meio das informações acima, foi possível definir parâmetros para que, mesmo no pior cenário e com uma queda de tensão de 13,4 %, o forno pudesse atingir 500 °C. Também foi estabelecido que o ponteiro do registrador de 100 % da potência, fosse em uma rede com queda de 4,72 % ou 121 Vca, visto que em média a tensão permanece praticamente próxima deste intervalo. Os dados da Tabela 1 foram obtidos em experimentos utilizando a instrumentação já descrita na Seção 3.2, a saber: variador de tensão JNG; multímetro Instrutherm [Tensão da Rede, Tensão do Retificador Sem Carga, Tensão do Retificador Com 100 % de Carga]; e osciloscópio Agilent [PWM+ (%), PWM+(μ s), PWM-(μ s), Período e Frequência do PWM, Tensão 100 % do PWM]. Desta forma a calibração do PWM é dependente da tensão contínua em carga que corresponde 153,5 Vcc. Se utilizarmos 44,758 % do tempo ativo do PWM teremos uma tensão rms de 62,08 V aplicada sobre a resistência. O ajuste se faz por meio do osciloscópio, em uma frequência fixa do PWM com 8,4 kHz e aplicando na entrada analógica a corrente fixa de 20 mA. Em seguida, ajusta-se os potenciômetros calibrando os períodos do PWM conforme a Figura 28.

Figura 28 - Formato de onda e período em microssegundos do PWM em 100 % de carga.

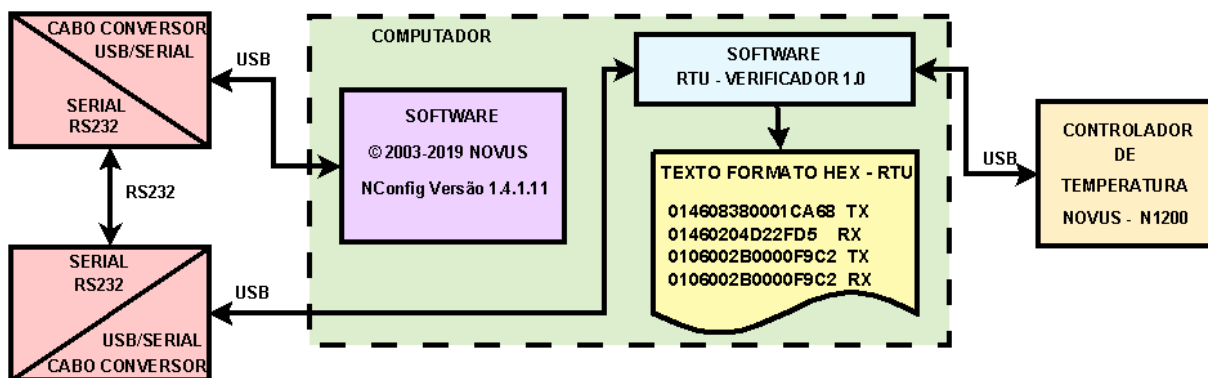


4.5 Desenvolvimento do software de aquisição de dados

Inicialmente foi necessário o desenvolvimento de um software para verificar os pacotes de comunicação hexadecimal do controlador NOVUS N1200, pois a comunicação do controlador se realiza via o protocolo de dados “Modbus”, o qual é utilizado em sistemas de automação industrial. Note que o modo de transmissão do Modbus NOVUS N1200 é por RTU, do inglês (*Remote Terminal Unit*), o qual refere-se ao modo de transmissão onde endereços e valores são representados em formato binário. Deste modo para cada byte transmitido são codificados dois caracteres hexadecimal. Números inteiros neste sistema variam entre

–32768 e +32767 e podem ser representados por 2 bytes. O mesmo número precisaria de quatro caracteres ASCII para ser representado (em hexadecimal). O tamanho da palavra no modo RTU é de pelo menos 7 bits. E os dois últimos bytes são alocados para o método de detecção de erros conhecido como verificação cíclica de redundância, do inglês CRC (*Cyclic Redundancy Check*). A fim de compreender a ideia geral da interceptação da comunicação via protocolo Modbus-RTU do controlador, temos o diagrama de blocos apresentado na Figura 29.

Figura 29 - Diagrama de blocos de funcionamento geral do Software RTU Verificador.

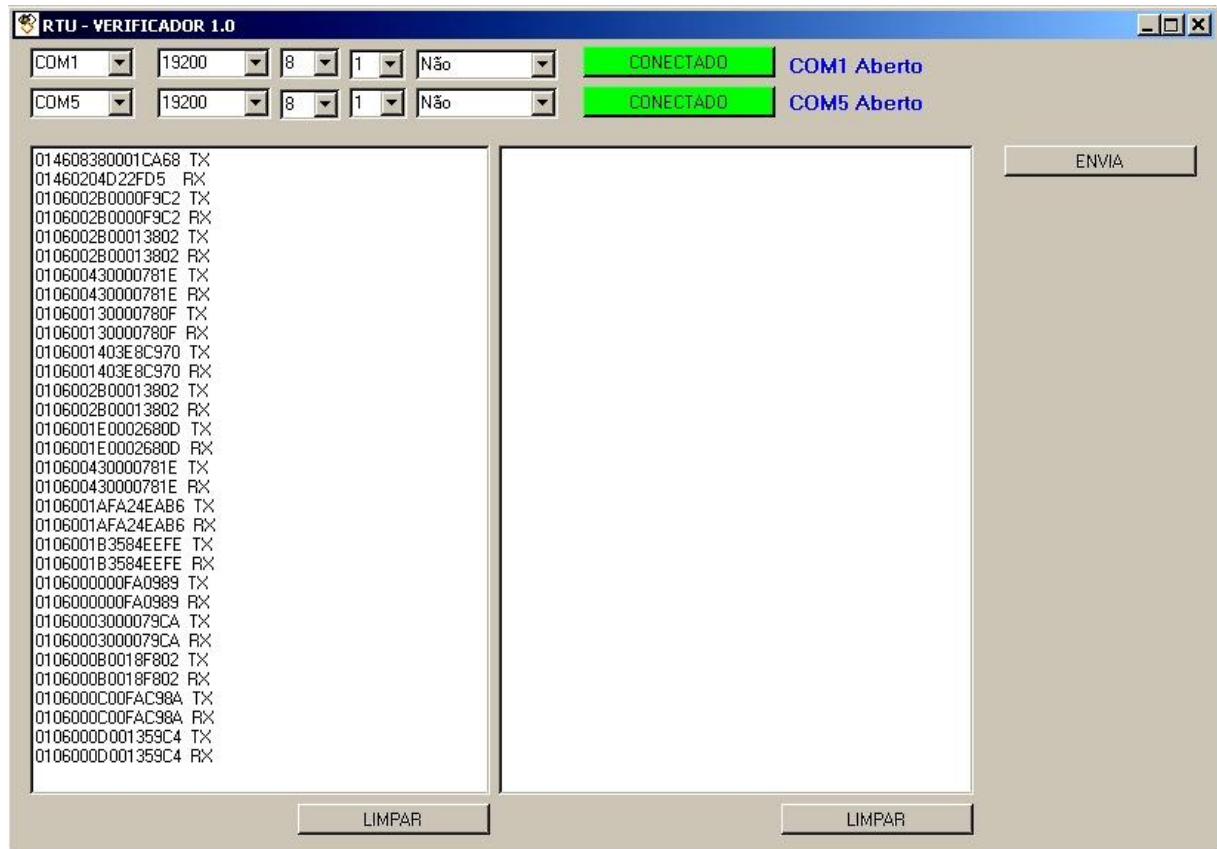


No processo convencional de configuração do controlador, utiliza-se o software “NConfig Versão 1.4.1.11 – NOVUS ©2003-2019” que se comunica diretamente com o controlador de temperatura NOVUS N1200, por meio da porta USB em serial emulado via sistema operacional. Deste modo, inserimos no meio desta comunicação dois cabos adaptadores USB/Serial, que fazem uma ponte ao software “NConfig Versão 1.4.1.11” com o “Software RTU Verificador 1.0”, criando então uma interceptação na comunicação serial. Do outro lado, o “Software RTU Verificador 1.0” faz a ponte por meio de outra porta serial e o controlador NOVUS N1200. Assim, o “Software RTU Verificador 1.0” realiza uma ponte na comunicação, lendo os dados trafegados entre o software “NConfig Versão 1.4.1.11” e o controlador NOVUS N1200.

O “Software RTU Verificador 1.0” foi inspirado no código proprietário da empresa chinesa “Zhejiang Erge Technology Co., Ltd” ou “Copyright ©jshailin 2016”, com o sítio no endereço “<http://www.zjerg.com>”. No entanto, a empresa disponibilizou o código de forma aberta, e foi distribuído em uma das maiores plataformas de código livre, no endereço “https://github.com/jshailin/Modbus_RTU_test”. Alguns outros detalhes do funcionamento deste software são apresentados no ANEXO C. Na Figura 30 temos a impressão da tela do Software RTU Verificador 1.0. Observe que existe duas portas seriais para conectar, uma para

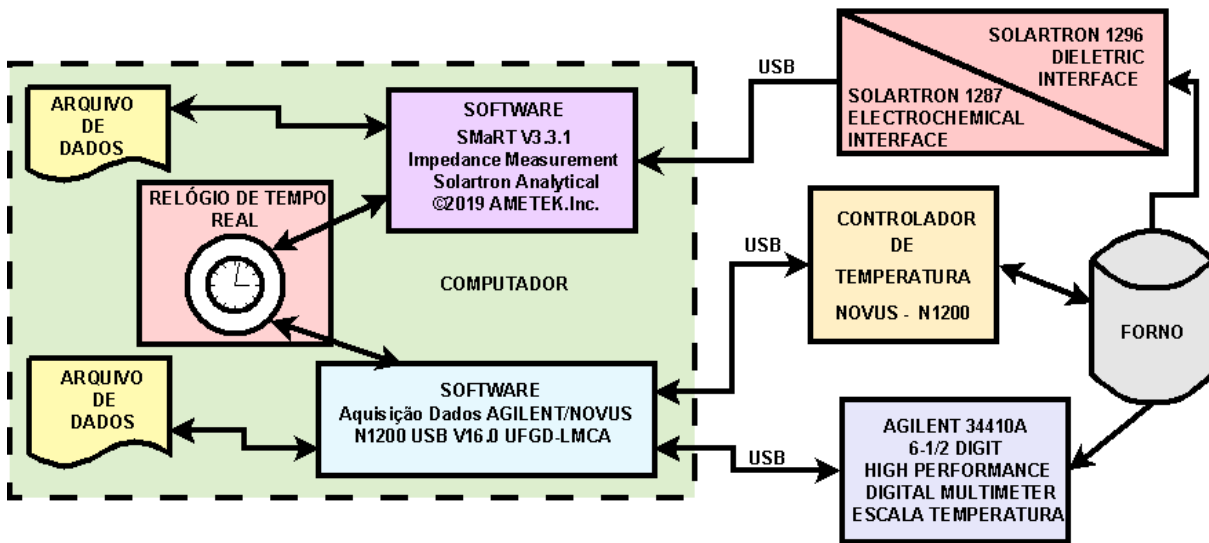
o software “NConfig” e a outra para o controlador NOVUS. Inicialmente, a programação separava os comandos de recepção e transmissão, contudo nos últimos ensaios o software foi convertido para exibir os dados em uma única tela. O botão “ENVIAR” envia um comando simples, no intuito de testar o controlador NOVUS sem o software “NConfig”. Os dois botões “LIMPAR” simplesmente apagam os dados das respectivas telas sobre os mesmos.

Figura 30 - Impressão da tela Software RTU Verificador 1.0.



Feita a análise do protocolo de comunicação, foi desenvolvido o programa “Software Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA”. A ideia global do funcionamento é apresentada no fluxograma da Figura 31. O programa SMaRT V3.3.1 realiza as leituras dos dados do Solartron 1287 e 1296, que por sua vez realiza a leitura de impedância. Estes dados são sincronizados com o relógio de tempo real do computador e arquivados em modo “.dat” e ou convertidos para modo texto. De forma simultânea o “Software Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA” realiza a leitura e ou controle dos dados do controlador NOVUS N1200 e/ou do Multímetro Agilent, sincronizando a leitura com o relógio de tempo real do computador. Um esquema detalhado do funcionamento do software é apresentado no ANEXO D.

Figura 31 - Diagrama de blocos de funcionamento geral do Software Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA.



Uma impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA na aba “CONEXÃO/DADOS” é apresentada na Figura 32. Nessa referida aba é possível realizar a conexão com o controlador NOVUS e o Multímetro Agilent de forma simultânea ou independente. Existem duas telas de texto, a primeira recebe os dados coletados e a segunda é utilizada para visualizar erros de comunicação e/ou dados, bem como para verificar os pacotes de comunicação Modbus do controlador.

Outra funcionalidade do programa refere-se ao gerenciamento da gravação dos dados. O programa foi configurado para que os arquivos de dados sejam salvos automaticamente no início da leitura dos dados, com nomes sincronizados ao relógio de tempo real. Pelo programa também é possível salvar outros arquivos e realizar diversas funções de controle dos dados como resetar contagem, resetar gráfico, interromper leitura, paralisar leitura, entre outras. Também importante, o programa tem mecanismos para tratar erros de comunicação sem finalizar o sistema como um todo, permitindo continuar a leitura quando a comunicação é reestabelecida. No entanto, os driver do multímetro Agilent são menos tolerantes a falhas de comunicação, podendo abortar o programa em algumas ocasiões bem específicas.

Na Figura 33 é apresentada uma impressão de tela da aba “AGILENT 34410A”. Esta aba foi criada inicialmente para testar o multímetro Agilent, realizando aquisição de dados, e foi mantida no programa, podendo ser usada para o controle do multímetro de forma independente.

4 Resultados e discussões

Figura 32 - Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA, apresentando a aba “CONEXÃO/DADOS”.

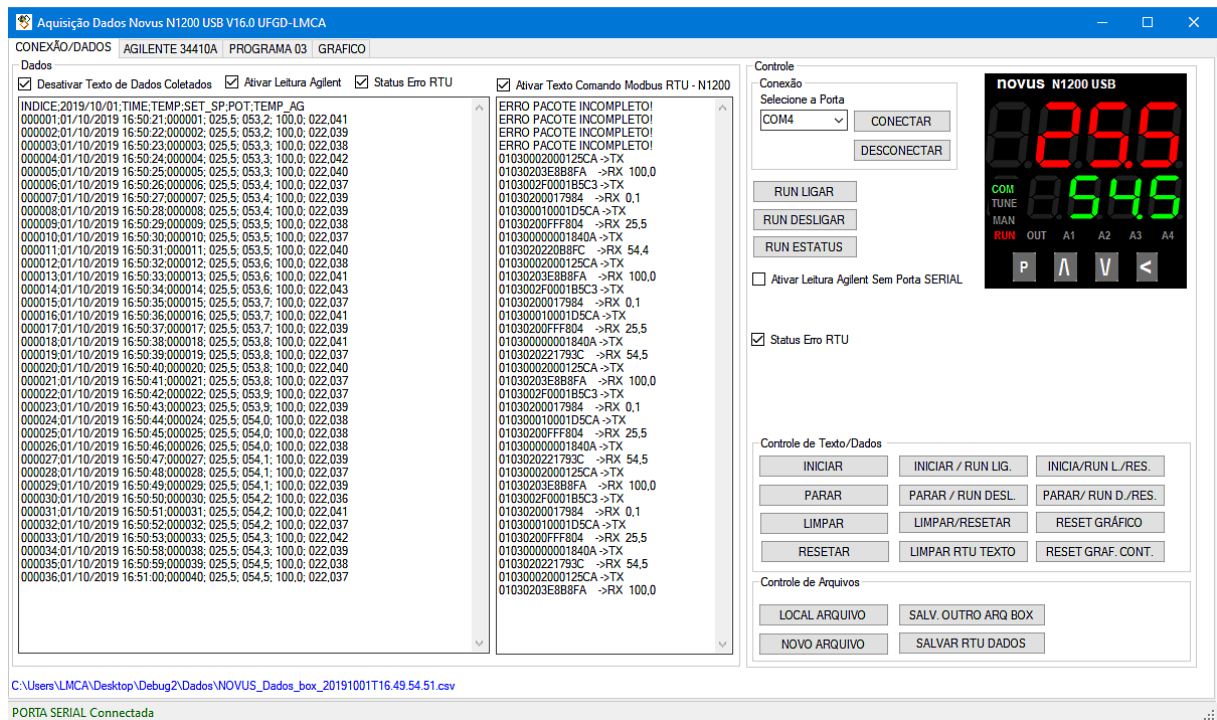
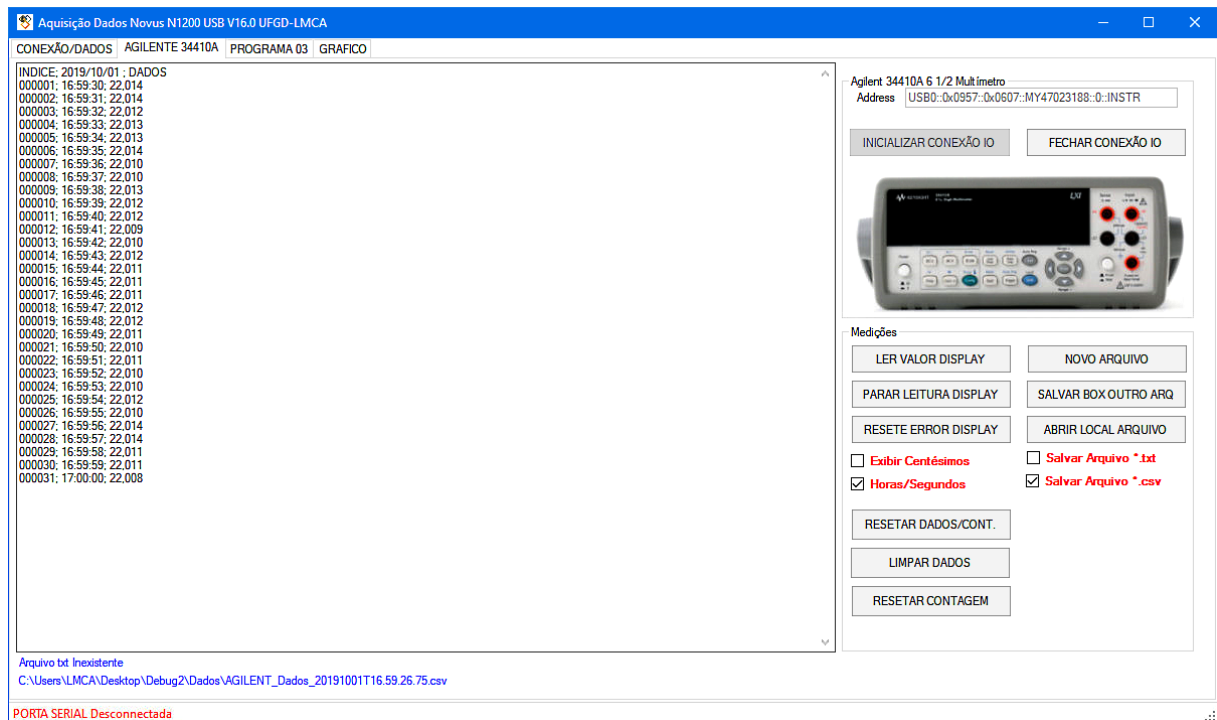


Figura 33 - Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA, apresentando a aba “AGILENT 34410A”.



A aba “PROGRAMA”, responsável pela programação do controlador NOVUS N1200, é ilustrada na Figura 34.

4.6 Módulo multiplexador de sensores de temperatura

Na Seção 4.1 foi discutida a problemática da distribuição de temperatura sobre a base cerâmica, por esta não ser uniforme em toda a superfície que será usada para o posicionamento das amostras. De fato, pelas observações feitas com a câmara térmica, do forno a aproximadamente 500 °C, as diferenças de temperatura são consideráveis, e poderiam chegar até 30 °C entre vários pontos da base, como ilustrou a Fig. 15. Note também que, para conseguir uma melhor performance do sistema nas aplicações de caracterização elétrica de materiais, não basta obter um baixo desvio no controle da rampa e de patamar isotérmico, é necessário saber se a temperatura da amostra está acompanhando a rampa de temperatura. Também é necessário saber o quanto os eletrodos de contato superior estão interferindo na temperatura das amostras, visto que a fonte de aquecimento no sistema em questão vem somente da face inferior, a qual está em contato com o elemento resistivo. Gradientes térmicos no interior de uma amostra podem mascarar a resposta elétrica da mesma, como por exemplo, os resultados característicos da constante dielétrica em função da temperatura em materiais ferroelétricos.

Considerando o exposto acima, fez-se necessário obter a leitura de temperatura em vários pontos, com a maior precisão e exatidão possível. Neste caso, para obter respostas para as diversas dúvidas que apareceram durante a aquisição dos dados, inclusive a diferença real de temperatura entre vários pontos da base, foi necessário construir de um sistema multiponto de medição de temperatura, usando vários sensores. O equipamento deveria ser rápido o suficiente para fazer a aquisição das temperaturas com diversos sensores por meio de um Módulo Multiplexador de Sensores, ou simplesmente, Multiplexador. Assim, todos os sensores foram interconectados por um equipamento comum com características unificadas. Uma vantagem dessa solução empregada foi a redução do custo, pois não foi necessário adquirir novos equipamentos de medida de precisão. Na verdade, o Multímetro Agilent 34410, mediante o “Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA”, já tinha conseguido atingir uma taxa de coleta de 18 dados por segundo usando a integração $NPLC = 1$ (do inglês, *Number of Power Line Cycles*), porém sem o multiplexador. Contudo não é possível resgatar todos os dados do Multímetro Agilent em conjunto com o controlador NOVUS N1200, visto que para isso foi usado o protocolo Modbus em porta serial, no qual existem limitações que estão compreendidas em um laço de 90 ms, sendo assim, dentro de 1 s seria possível obter até 9 aquisições, já levando em consideração o intervalo de 10 ms para impressão dos valores neste período, além de uma folga de 100 ms para o laço de dados recuperar de possíveis atrasos do sistema operacional.

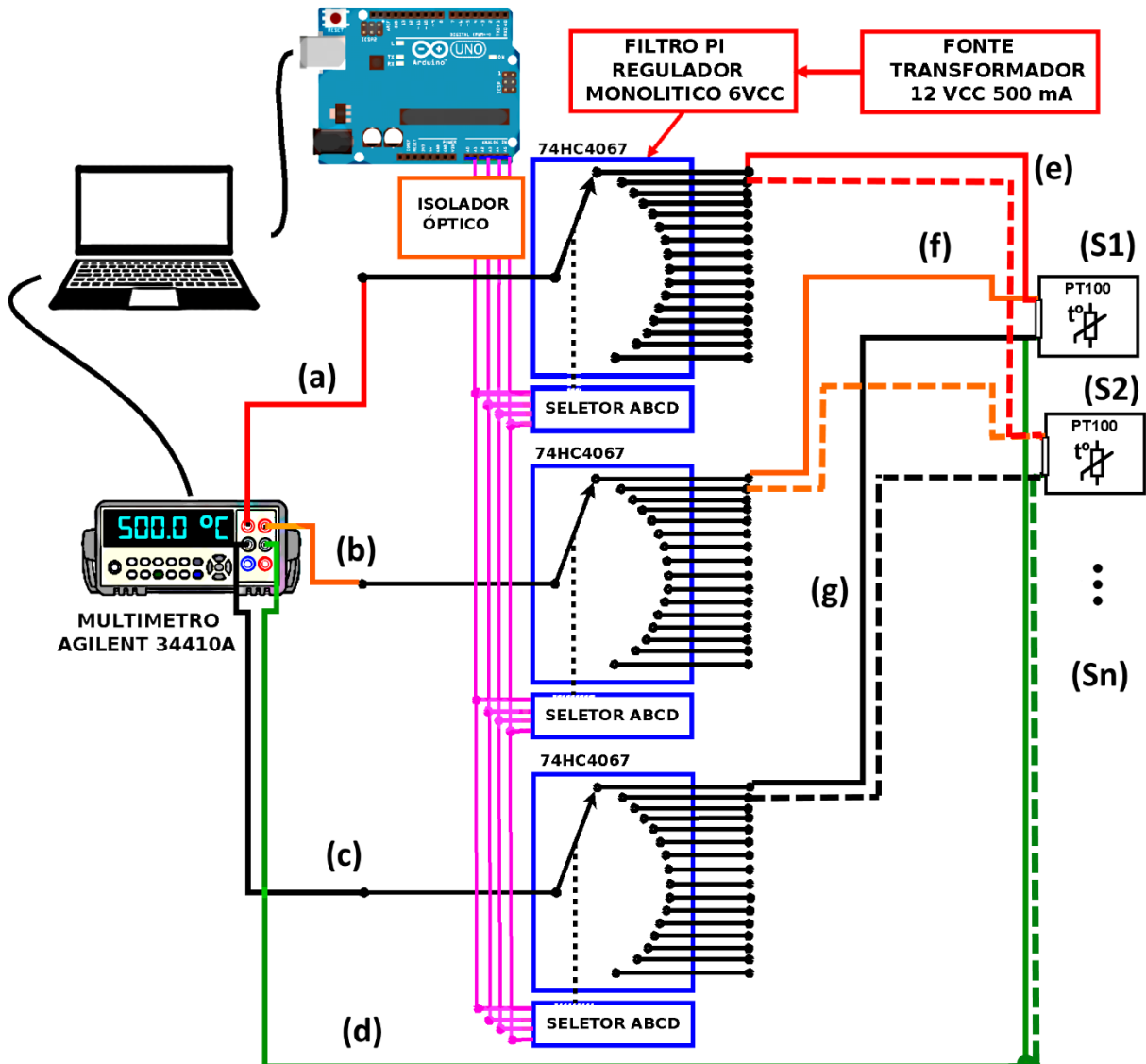
4.6.1 Projeto e montagem do hardware do Multiplexador

Esta subseção trata dos aspectos relacionados a construção dos circuitos eletrônicos para atingir a solução de multiplexação dos sensores. Um dos maiores problemas na montagem e utilização do multiplexador foi sua sincronização com a leitura do multímetro Agilent. A sincronização poderia ser feita por meio de *trigger*, mas este procedimento também exigiria um hardware especial e configurações especiais no multímetro, dificultando bastante a programação. Para contornar esta situação, e não demandar do operador conhecimento de funções específicas do multímetro, optou-se em usar um microcontrolador Arduino UNO para gerenciar a comutação de três elementos multiplex, os quais são compostos por módulos denominados 74HC4067. Desta forma, o “Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA” foi adequado para conectar a porta USB do Arduino UNO e, assim, o software obteve todo o controle de tempo e sincronização dos dados junto ao relógio de tempo real do computador.

A Figura 36 apresenta o esquema do funcionamento geral do hardware Multiplex. O software de controle do multiplex primeiramente envia o comando ao Arduino UNO, que por sua vez envia um sinal isolado eletricamente do aterramento geral do multiplex por meio do acoplador óptico e faz a seleção dos canais. Os multiplex estão com as ativações de porta em paralelo e, desta maneira, caso a porta 1 seja ativada em um deles todos estarão ativos na porta 1 e, assim, sucessivamente. O multímetro Agilent aplica uma corrente de aproximadamente 1 mA no condutor identificado (b) que envia a corrente pela porta selecionada (f) vai até o sensor e retorna pelo condutor (d) comum a todos os sensores. O condutor (a) faz a leitura da tensão positiva (+) que é encaminhada pela porta do multiplex selecionada no condutor (e), o condutor (c) faz a leitura da tensão negativa (-) que é recebida pelo multiplex na porta selecionada conectada ao condutor (g). Este procedimento de leitura de resistência a quatro fios (*four wire, 4W*) é necessário pois compensa toda a resistência adicional dos fios e do multiplex que é de aproximadamente 60 Ω em 6 V de alimentação. Esta leitura de tensão e corrente é convertida em leitura de resistência pelo software e quando selecionado a leitura em modo PT100 – RTD ele converte o valor de resistência em temperatura [58].

Após todos estes passos o software de aquisição coleta a temperatura do canal selecionado, assim nos próximos 90 ms o ciclo se repete, mas em outro canal e sensor selecionado. Ao terminar a leitura do último sensor habilitado o software comanda a volta ao primeiro sensor, repetindo o ciclo dentro do próximo 1 s de leitura.

Figura 36 - Esquema simplificado do multiplex (ver detalhes no texto).



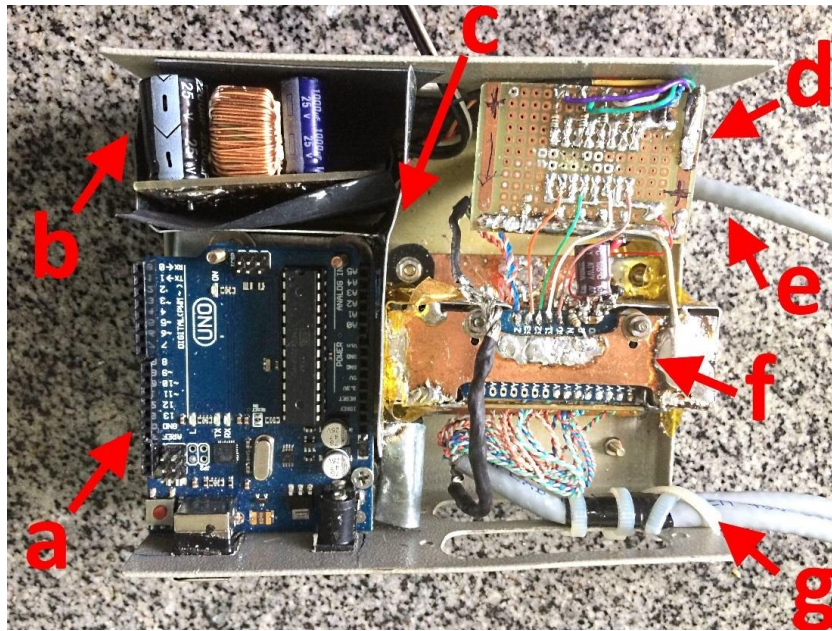
Importante observar que, caso sensor não esteja conectado a corrente circulante entre os fios “b” e “d” cessará, e a tensão irá se aproximar dos 7,8 V gerados pelo multímetro. Desta forma, não é permitido utilizar o circuito sem promover o curto-circuito de todos os canais não utilizados ao circuito da malha ou o condutor indicado pela letra “d”. Se isto não for feito haverá interferência nos dados adquiridos, e esta limitação faz com que este dispositivo seja indicado somente para utilização de multiplexação usando PT100-RTD e resistências entre 60 e 2000 Ω . Para atender outros casos seria recomendado utilizar o circuito integrado apropriado, como, por exemplo, o CD4051 que trabalha em fonte simétrica entre ± 15 V de 8 canais.

Note também que o módulo 74HC4067 é alimentado por 6 V e em suas entradas/saídas existem diodos de proteção que suportam 1 mA sem ocorrência de danos. Já o multímetro Agilent 34410A possui uma fonte de corrente constante limitada em 1 mA e, se o seu circuito

estiver aberto apresentará tensão de 7,8 V, a qual é superior a tensão de operação do multiplex. Verifica-se que, por ser uma fonte de corrente, a tensão irá se limitar até que a corrente se estabilize em 1 mA e, desta forma, os diodos ligados ao +6 V vão limitar a tensão da fonte de corrente do multímetro um pouco mais acima de 6 V por causa da tensão de junção do diodo. Esse processo ocorre sem provocar danos ao circuito, contudo irá perturbar a polarização dos MOS-FET's internos do 74HC4067. Portanto, não é recomendável operar com nenhum canal em aberto, pois estas fugas de correntes pelos diodos vão interferir nas medidas realizadas, bem como as tensões estáticas nos canais que não estão aterrados ou com sensores [58].

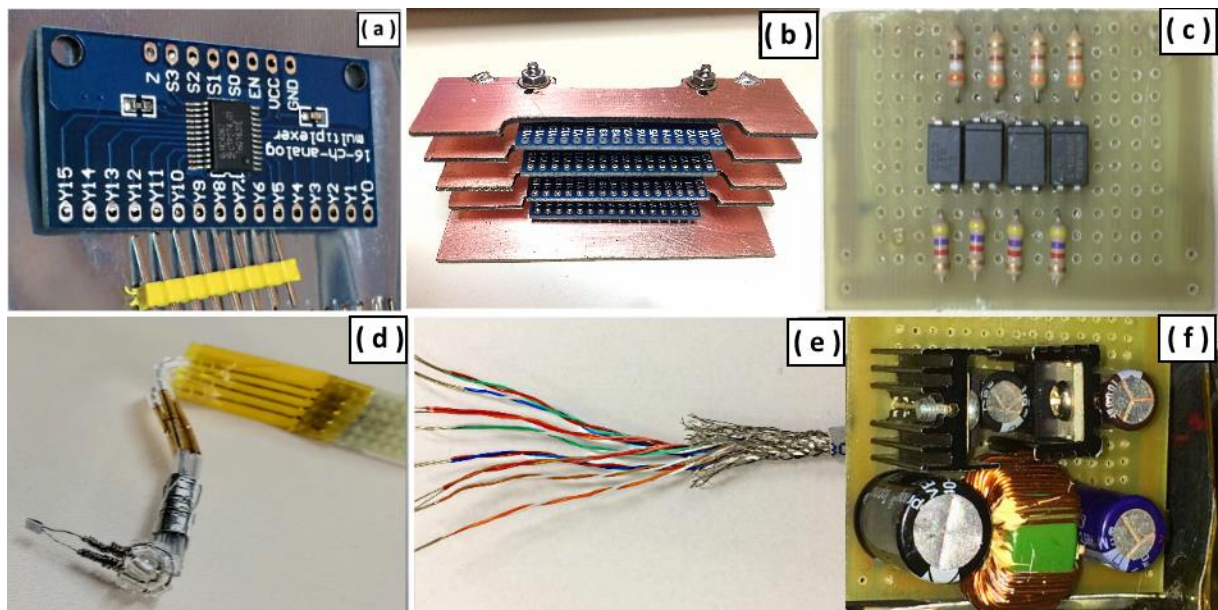
A montagem do sistema dos componentes do multiplex é apresentada na Figura 37. Podemos descrever as partes do circuito da seguinte forma: (a) Arduino UNO: responsável por comunicar com o software e controlar os acionamentos dos canais Multiplex. O Arduino deve estar blindado eletrostaticamente da carcaça de proteção, mais não pode estar ligado a nenhum aterramento, deve estar “flutuando”, em alta impedância a qualquer aterramento do circuito; (b) Filtro PI e regulador monolítico: Recebe os 12 Vcc, passa por filtragem em PI e por dois reguladores monolíticos de 9 Vcc e depois passa para 6 Vcc para alimentar os módulos Multiplex e o acoplador óptico. Este circuito deve estar blindado eletrostaticamente, mais isolado de qualquer aterramento e a fonte utilizada de 12 Vcc tem de ser por transformador isolador, não devendo ser chaveada, para não induzir interferências no multiplex; (c) Blindagem eletrostática do sistema; (d) Acoplador Óptico: vista inferior da placa, composta por quatro acopladores modelo 4N25 e alguns resistores, tem a função de isolar os sinais do Arduino e o módulo multiplex por meio de luz; (e) Cabo em par trançado e blindado: parte que vai para o multímetro Agilent 34410A, é um cabo especial utilizado para trafegar dados informatizado entre servidores, com as especificações - ERICSSON NETWORK TECHNOLOGIES 0901 ENAFLXB 08x2x0,4 TEN 480 3402/008 (UL) LISTED CMR 08 PR 26 AWG MAX 75 °C”; (f) Conjunto blindado Multiplex: composto por 4 módulos 74HC4067, responsável pela multiplexação. Deve estar isolado galvanicamente de qualquer parte do circuito, o módulo possui uma segunda blindagem eletrostática, que está conectada a malha do cabo que vem e sai do multiplex e esta deve ser o ponto comum dos sensores e ligadas ao comum dos pares trançado de corrente do (4W-RTD), e este deve ser ligado ao terra indicado nos bornes de conexão (4W) do multímetro Agilent e não ao terra de carcaça do multímetro, que corresponde ao borne de corrente negativa. Este passo é indispensável para uma leitura correta dos sensores. (g) Cabos de conexão dos sensores: o cabo trançado comporta oito pares, permitindo a ligação de quatro sensores por cabo. Como foram instalados seis sensores foi necessário utilizar dois cabos [58].

Figura 37 - Montagem do sistema multiplex (ver detalhes no texto).



A Figura 38 mostra detalhes construtivos de partes do sistema multiplex que não são observados na Figura 37, sendo assim descritos: (a) detalhe do módulo 74HC4067 adquirido; (b) módulo multiplex sem a blindagem eletrostática; (c) vista superior do acoplador óptico; (d) detalhe construtivo do sensor PT100-RTD. Utilizou-se vidrilhos de diversos tamanhos para isolar os fios condutores, amarrados com arame de aço inox. Na parte superior de contato com a tampa utilizou-se fita kapton de 400 °C para o isolamento dos fios; (e) detalhe interno do cabo em par trançado e blindado; (f) montagem do filtro e regulador 6V do módulo Multiplex.

Figura 38 - Detalhes construtivos de alguns componentes do sistema multiplex (ver detalhes no texto).



4.6.2 Projeto e implementação do software do Multiplexador

Quanto ao desenvolvimento do software de controle do Multiplexador, foi aproveitado parte do “Software Aquisição de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA” e feita a complementação das funcionalidades específicas do multiplex. No sistema também foram removidos todos os itens que não estivessem ligados a funcionalidade desejada, aumentando o desempenho do sistema, que já se apresentava sobrecarregado.

Desta maneira, o software de controle do Multiplexador dispõe de duas telas/abas somente. Na primeira delas, chamada de “CONEXÃO/DADOS” e ilustrada na Figura 39, foram adicionadas as conexões do Agilent 34410A e a conexão com o Arduino. Em virtude de tantas conexões presentes, o usuário deve ficar atento para não iniciar o programa sem as devidas conexões ativas, pois, nesta etapa não foi possível gerar um tratamento rigoroso de falhas de conexão, o que pode levar a reinício do programa, não permitindo a continuidade na sequência de dados após o reinício. Contudo, a cada segundo de aquisição o dado é armazenado, não correndo-se o risco de perder valores armazenados até o instante da falha. O tratamento de erros de conexões exige muito do sistema operacional e, para manter agilidade do software sem desprender muitos meses de trabalho, manteve-se o sistema sem tratamentos deste tipo de erro. Mesmo assim, vale salientar que nenhum erro ocorreu nos ensaios que duraram até uma semana de aquisição, desde que não houvesse uma intervenção como mal contato nos cabos, interferências de EMI ou de usuário deliberadamente desconectando algum cabo de conexão. O sistema também não prevê o funcionamento sem a conexão de todos os instrumentos (a saber, Multiplex habilitado via software, Controlador NOVUS N1200, Agilent 34410A, e Arduino UNO), resultando em dados coletados/apresentados não condizentes.

O sistema prevê o uso de até 9 sensores conectados para leitura em intervalo de 1 s de aquisição. Contudo, os ensaios deste trabalho foram realizados utilizando-se somente 6 sensores e os demais 10 canais possíveis em hardware foram unidos e ligados a malha do cabo. Usando os sensores conectados ao cabo é possível deligar ou ligar via *software* o canal individual ou de forma alternada. Caso seja utilizado o *CheckBox* “Bloquear Serial” todos os canais irão receber o valor de um único canal, que pode ser selecionado individualizado, função esta utilizada para verificar a calibração entre canais. Ao fazer isto cada canal irá se distanciar em função do valor calibrado, visto que todos recebem o mesmo sensor. Importante salientar que o tempo de integração do multímetro Agilent 34410A não deve ser maior que 1 (NPLC $\approx 16,67$ ms), pois não haverá tempo suficiente para todas as aquisições de dados do controlador NOVUS e do multímetro Agilent pelo sistema de aquisição no período de 1 s.

Na aba “GRÁFICO”, ilustrada na Figura 40, foram acrescentadas as 9 seleções de canais do Multiplex, permitindo visualizar simultaneamente as seleções escolhidas. As demais funções do software já foram apresentadas na Seção 4.5.

Figura 39 - Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA/MULTIPLEX, aba “CONEXÃO/DADOS”.

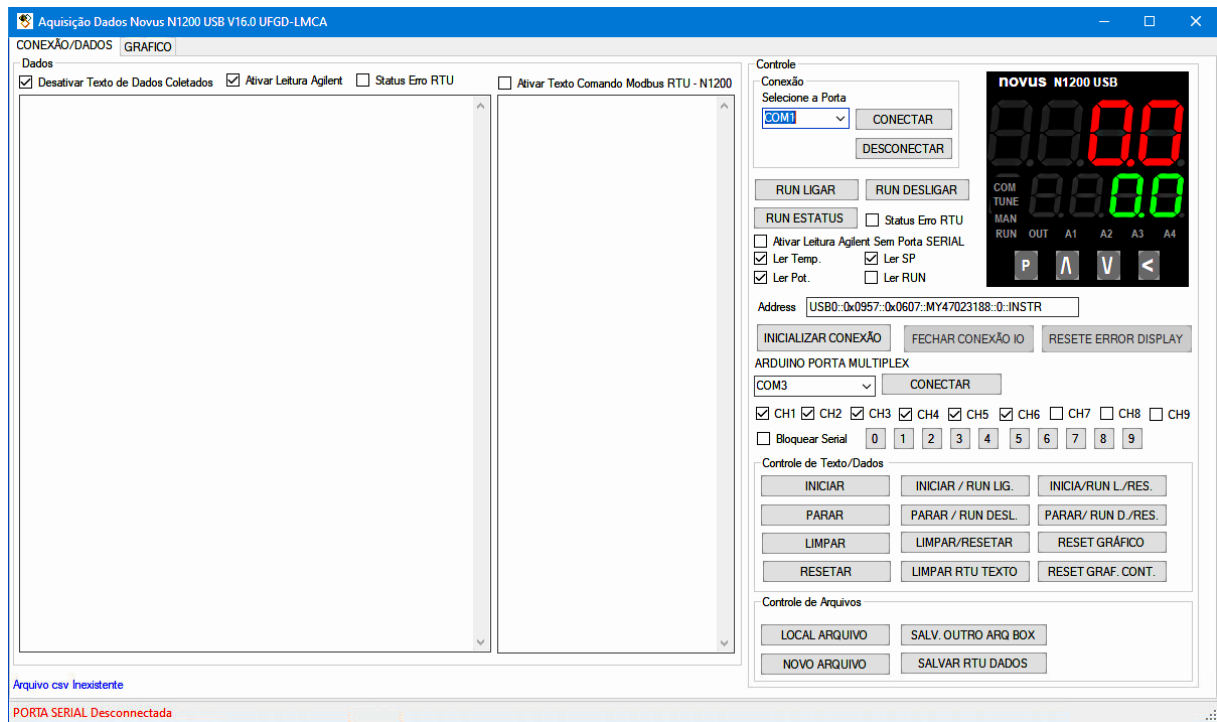
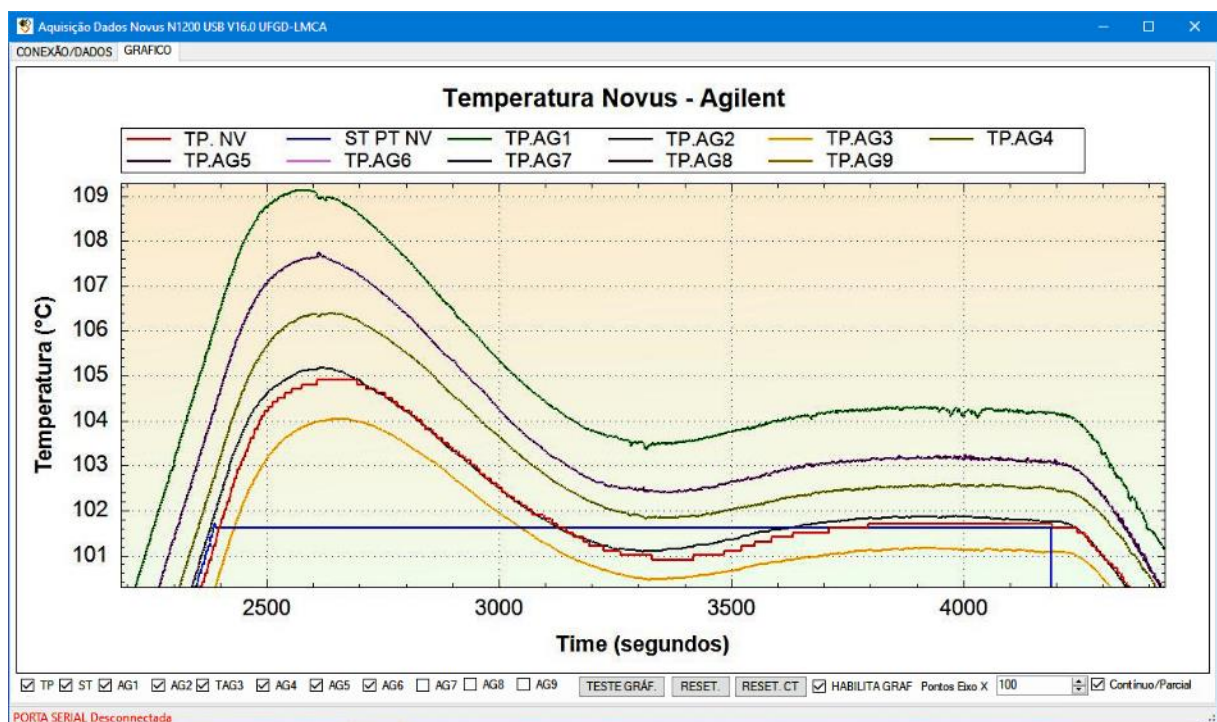


Figura 40 - Impressão da tela do Software de Aquisição Dados AGILENT/NOVUS N1200 USB V16.0 UFGD-LMCA/MUTIPLEX, aba “GRÁFICO”.



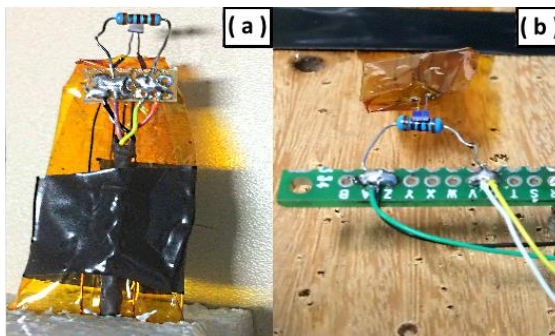
4.6.3 *Calibração, validação e utilização do Multiplexador*

Com o multiplexador em funcionamento foi necessário verificar a precisão e exatidão do sistema, principalmente dos sensores PT100 a ele conectados. No entanto, para fazer uma avaliação de um sensor PT100 são necessários vários equipamentos e metodologias específicas, além do mais, é bastante difícil manter um dispositivo a temperatura padrão extremamente estável, complicando a avaliação.

Como os processos de medida de resistência e de temperatura são diferenciados somente por equações internas ao multímetro Agilent 34410A, buscou-se um método mais simplificado para verificação das leituras, ou seja, fazer a leitura de resistência elétrica de um resistor ao invés de ler valores de temperatura. Porém, para uma calibração ideal, seria necessário utilizar um resistor de ultra alta precisão de folha metalizada, como o resistor da série MZH da empresa MEGATRON Elektronik GmbH & Co. KG, o qual tem características específicas ideais para esse propósito. Os resistores da série MHZ, possuem ultra precisão de tolerância de $\pm 0,005\%$, possuem caixa hermeticamente fechada com um coeficiente de temperatura de ± 0 ppm em $25\text{ }^\circ\text{C}$ e ± 15 ppm entre $0\text{ }^\circ\text{C}$ e $50\text{ }^\circ\text{C}$ [60]. Contudo estes resistores são caros e de difícil acesso, desviando dos propósitos do trabalho, ou seja, a obtenção de um sistema de baixo custo. Note, porém, que os resistores de fácil acesso têm tolerância de $\pm 1\%$, com um coeficiente temperatura não especificado maiores que ± 100 ppm, mas foram suficientes para este trabalho.

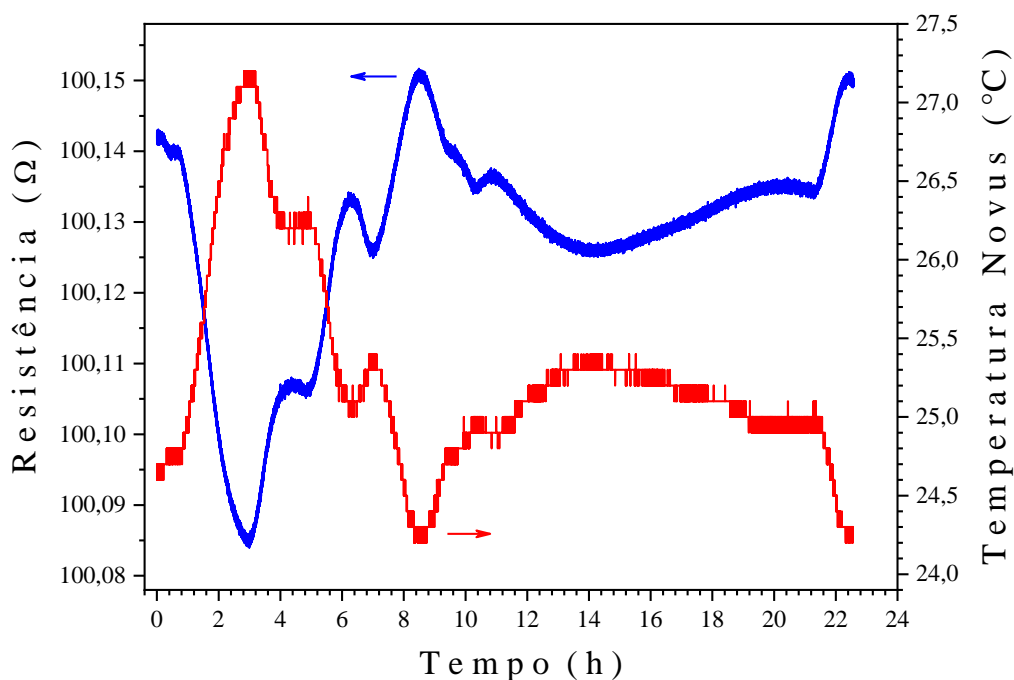
Para conseguir uma medida de um sensor PT100 em resolução inferior à segunda casa após a vírgula, faz-se necessário uma leitura na terceira casa de resistência. As flutuações da leitura de resistência em função da variação da temperatura exigem uma leitura vinculada, pois esta relação é linear e varia significativamente com um coeficiente temperatura elevado. Em termos práticos, antes mesmo de usar o sistema Multiplex, fez-se primeiramente a leitura de um resistor ligado em 4W, no qual foi acoplado um sensor PT100 utilizando pasta térmica de prata com uma condução térmica de $1,6\text{ W/mK}$ para temperatura até $300\text{ }^\circ\text{C}$ [58]. A Figura 41 ilustra a disposição do resistor e do PTC100 montados para (a) inserção em um vaso de Dewar e (b) para aplicação dentro de uma caixa em isopor. O sensor PT100 ligado ao controlador (NOVUS N1200) registra a temperatura do resistor em equilíbrio térmico, por isto este processo tem que acontecer lentamente dentro de um caixa ou recipiente com boa isolamento térmica. O resistor ligado em 4W é conectado ao multímetro Agilent 34410A, sem a utilização do multiplex, medida esta que é a convencional, conforme indicação do próprio manual de instruções fornecido pela Agilent [61].

Figura 41 - Montagem do sensor PT100 sobre o resistor de referência para o multiplex (a) para inserção em vaso de Dewar e, (b) para inserção em caixa térmica de isopor e espumas.



A Figura 42 ilustra o comportamento do resistor de referência utilizado, sendo o seu comportamento de variação negativa da resistência em função do crescimento positivo da temperatura de forma vinculada. Importante salientar que as variações da temperatura deveriam ser mínimas e muito lentas, para isto o dispositivo permaneceu em sala com ar condicionado tipo *inverter*. O tempo total do experimento foi de aproximadamente 22 horas.

Figura 42 - Variação da resistência de referência e a da temperatura ao longo do tempo.

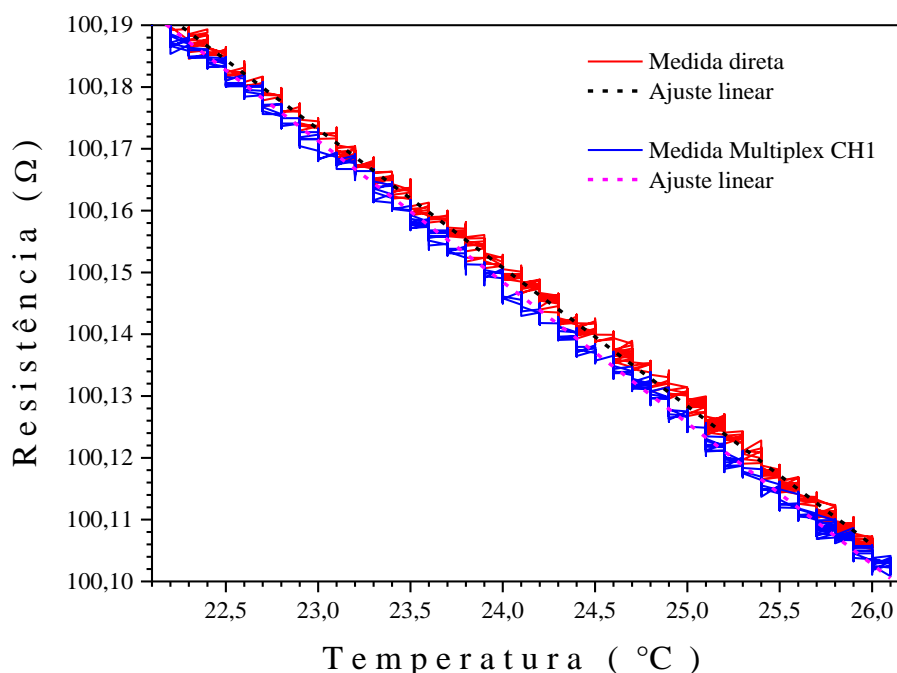


Vale ainda observar que, a partir da medida de calibração resistência/temperatura não se deve mais alterar o ponto de contato entre resistor e PT100 e, muito menos ainda, alterar os pontos de soldagem dos fios, visto que o multímetro compensa as resistências dos cabos, inclusive até o ponto dentro da própria solda e, em termos práticos, cada milímetro do terminal do resistor que é alterado pode significar perdas da terceira ou segunda casa de precisão após a

vírgula. Note que até mesmo a forma como a soldagem é realizada também influencia no valor total da leitura. Sendo assim, qualquer intervenção deverá ser realizada antes do ponto de encontro do 4W. Ainda deve-se observar que o multímetro não compensa as perdas ocasionadas pela tensão gerada entre dois condutores diferentes (Efeito Seebeck), como por exemplo, contatos cobre/chumbo [58]. Assim, se um dos terminais de soldagem do resistor e o 4W estiverem em temperaturas diferentes irá aparecer um diferencial de tensão entre os pontos que, no grau de precisão aqui considerado, será passível de ser observado nas medidas de resistência.

O próximo passo tomado foi a inclusão do Multiplexador na leitura da resistência de referência nas mesmas condições, e dentro do mesmo intervalo de temperatura em que o resistor havia sido medido anteriormente. A Figura 43 apresenta a relação do resistor de referência sem e com o multiplex no Canal 1. Como o sensor de temperatura trabalha com uma resolução de 0,1 °C, é possível observar os degraus entre as mudanças de cada passo de 0,1 °C gerado pelo Controlador NOVUS N1200, não havia um outro medidor de temperatura disponível para aumentar a resolução. Deste modo, realizou-se comparação dos desvios entre as medias por ajuste linear (*linear fit*). O multiplex apresentou o seguinte desvio negativo: na temperatura de 22,23 °C, o desvio foi de aproximadamente $-0,002 \Omega$ e, no outro extremo da medida, em 26,04 °C, o desvio foi de aproximadamente $-0,03 \Omega$. Assim, para manter a terceira casa de precisão a temperatura externa deverá estar abaixo de 22,7 °C. Os valores dos demais canais (2 a 6) não estão apresentados na Figura 43 pois não houve desvio perceptível entre eles.

Figura 43 - Comparação da resistência de referência versos a temperatura, sem e com multiplex.



Para um trabalho futuro recomenda-se avaliar os canais separadamente e fazer análises individuais por canal, pois, ao separar os fios pode haver correntes de *loop* de aterramento, interferência entre canais e também o efeito Seebeck, que influenciariam nas medidas. Neste sentido, foram adotadas neste trabalho medidas para minimizarem as diferenças de medição no processo de multiplexação de valores.

Em várias tentativas iniciais de multiplexação, como por exemplo, a adoção de relés, foram observadas correntes de *loop*, interferência entre canais e também o efeito Seebeck. Como nota, no caso dos relés, pode-se afirmar que são excelentes para eliminar problemas de *loop* de aterramento, mas apresentaram o maior efeito Seebeck em todos os experimentos, isto sendo causado pelos metais dos contatos e o aquecimento das bobinas. Também foram observados problemas característicos de alguns modelos de relés, como a interferência de campos magnéticos da bobina, desgastes mecânicos, velocidade de acionamento e ruído de operação.

A solução adotada neste trabalho foi o uso do multiplex 74HC4067, contudo, este componente é propenso a *loop* de aterramento, requisitando uma análise completa das interligações dos condutores. Este componente também é bastante sujeito a interferência entre canais com campo eletrostáticos, por isto não é possível operar os canais em alta impedância, pois campos externos que induzem tensão pelos cabos abertos dos sensores, vão interferir na medida dos demais canais, já que ele é composto internamente por transistores de efeito de campo, que perturbam todo o sistema [58]. Ou seja, trabalhar com multiplex em equipamentos de precisão sempre será um desafio, pois qualquer interferência não poderá passar despercebida. Um bom teste para verificar *loop* de aterramento é feito utilizando um potenciômetro (resistor variável) enquanto se faz a leitura de uma resistência fixa e em câmara termicamente isolada. Ao variar a resistência do potenciômetro em valores muito baixos e altos, os demais canais não devem apresentar nenhuma perturbação no canal fixado.

Outro desvio que deve ser avaliado é o tempo de comutação entre canais, por exemplo, usando relés este tempo é cerca de 6 a 60 ms de comutação em aberto. O início da leitura de cada canal faz com que o multímetro Agilent 34410A tenha um tempo de recuperação para estabilização da corrente de leitura, e, em um processo de trocas de canais, é gerada uma linha mediana de estabilização da corrente e, por consequência, um pequeno desvio no valor de leitura. Para o 74HC4067 o tempo de comutação é da ordem de 16 ns, tempo tão curto que o multímetro Agilent dificilmente levantará o potencial da fonte de corrente. O comprimento dos terminais dos sensores também vai influenciar no valor da calibração, e dificilmente será mantido um comprimento exato entre todos os sensores, e isto deverá ser compensado [58].

O efeito de Seebeck é muito significativo para as medidas com o multiplex, por isto foi necessário minimizar soldas, emendas, conectores e outros elementos que possam causar alguma interferência. Note que estes efeitos também estão presentes nas medidas sem o multiplex, mas como o multiplex possui muitos pontos de solda, as interferências ficam mais acentuadas. Mesmo ações simples, como a instalação de espumas no conector do multímetro, foram úteis para minimizar as interferências. Neste caso, notou-se que o conector que estava sem a capa, ao ser colocado no multímetro Agilent 34410A e exposto a correntes de ar frio provenientes do ar condicionado, provocava uma alteração considerável nas medidas [58].

A fim de contornar os diversos problemas apresentados, sem necessitar de equipamentos caros e técnicas que demoram muito pra calibração, tomou-se o controlador NOVUS N12000 como referência de leitura para marcar a exatidão inicial, que é de $\pm 0,1$ °C. Note que, o multímetro Agilent possui uma precisão muito maior, porém não se buscou neste projeto obter uma exatidão maior que a dada pelo NOVUS N1200, pois esta já atendeu o propósito do projeto. Ademais, mesmo com a verificação de desvio de linearidade, o próprio sensor PT100 classe “A” já possui erro de ± 1 °C em 400 °C, o que torna difícil esta análise, visto que os desvios do Agilent, com ou sem o Multiplex, são muito inferiores que os oriundos do próprio sensor [62].

Finda a etapa do uso de um resistor como padrão de calibração do sistema de medição incluindo o Multiplex, foi necessário estabelecer uma rotina de validação de temperatura entre os vários sensores PT100. Primeiramente, utilizou-se os sensores em pares, presos por isolante termo retrátil e com aplicação de pasta térmica de prata entre os mesmos. Todos foram inseridos dentro de uma câmara termicamente isolada, envolta por espumas, e dentro de caixa de isopor. Alguns detalhes desta configuração estão ilustrados na Figura 44 (a, b). O sensor do controlador NOVUS N12000 também foi adicionado como forma de referência. Depois foi feita a troca de pares pra verificar possíveis desvios e gerar parâmetros de calibração entre os sensores.

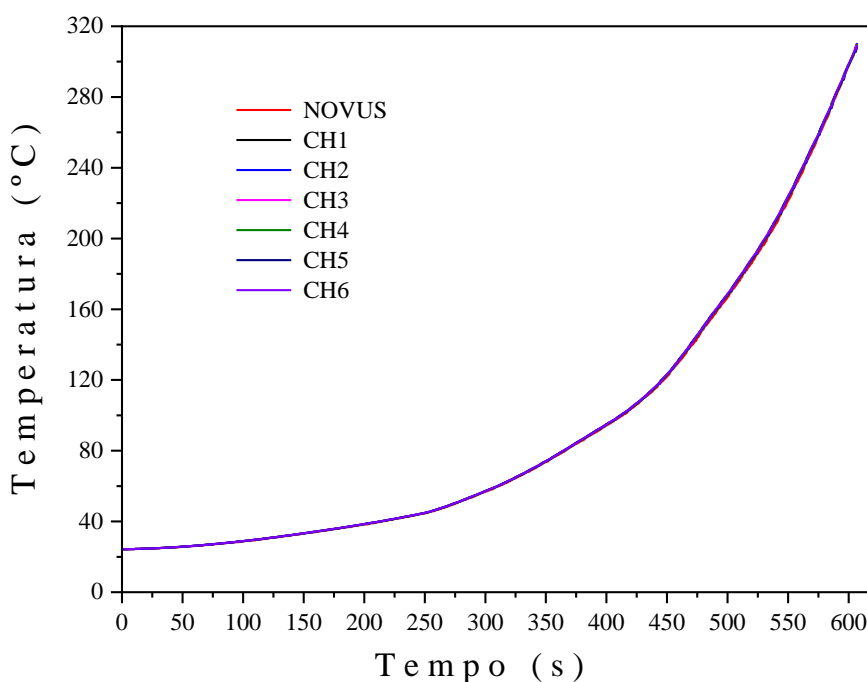
Figura 44 - Detalhe dos processos de calibração entres os sensores: (a) exemplo da junção do par PT100; (b) todos os pares agrupados, prontos para serem inseridos na caixa térmica; (c) sensores presos em bloco de cobre para o processo de calibração de referência.



A última etapa de validação do sistema Multiplex teve o intuito de averiguar se o mesmo funcionaria em temperaturas mais altas. Para proporcionar o aquecimento foi inserida uma lâmpada de 127V/650W, controlada por um regulador de voltagem (JNG), abaixo do bloco de cobre. Assim, foi possível aumentar a temperatura do bloco/sensores até aproximadamente 325 °C, limite no qual a arruela de silicone começou a ser danificada pelo aquecimento. Note que, para garantir a máxima fixação dos sensores pelo tempo total dos experimentos, foi feita a opção por altas taxas de aquecimento (superior a 30 °C/min). Ainda assim, foi um processo de difícil repetição, devido justamente à fixação dos sensores, que podem ser danificados por tanta manipulação mecânica. Apesar do processo ter sido executado em triplicata, houve maiores dificuldades de fixação dos sensores depois do primeiro aquecimento da arruela de silicone.

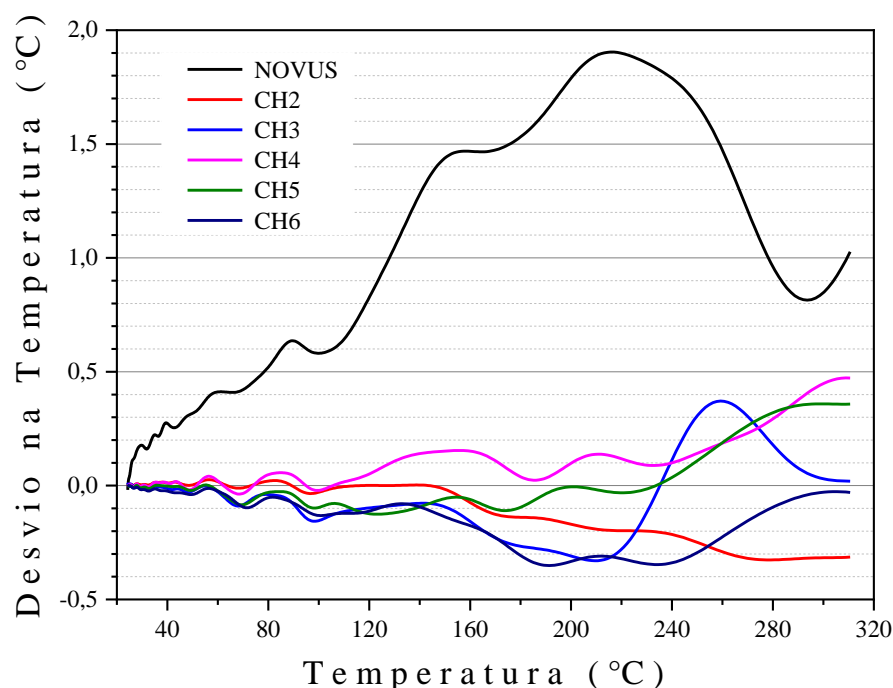
Para que a comparação entre os valores de temperatura dos vários sensores fosse melhor avaliada o experimento deveria ter sido realizado com uma taxa de aquecimento menor. Isto se mostrou importante pois, com a taxa utilizada, a temperatura deslocava mais do que 0,5 °C/s e, como a aquisição do multiplex é realizada na proporção de seis leituras por segundo, a temperatura de cada sensor não foi exatamente a mesma no mesmo segundo, com deslocamentos de até 0,5 °C em virtude da taxa adotada [58]. Ainda assim, apesar das observações acima, o sistema comportou-se perfeitamente bem, como ilustrado na Figura 46, onde dados de aquisição do Multiplex e do NOVUS N1200 estão praticamente sobrepostos.

Figura 46 - Registro de temperatura no ensaio de funcionamento do Multiplex e do controlador NOVUS entre 25 °C e 325 °C, com sensores unidos por um bloco de cobre.



Devido a taxa de crescimento da temperatura ser muito elevada em relação à taxa de aquisição do multiplex, quando verificado em uma escala ampliada para verificação de desvio entre canais os dados se apresentam ruidosos. Pela aplicação de alisamento (*smoothing*) por filtro de transformada de Fourier, com frequência de corte de $\sim 0,0333$, foi possível comparar os dados de temperatura entre os sensores, tomando como referência os valores do Canal 1 [58]. Os resultados desse processamento são apresentados na Figura 47 e podem corresponder a um erro um pouco maior ou mesmo inferior ao real, pois cada valor pode ser acrescido ou reduzido pelo erro do Canal 1. Contudo, é possível perceber que o erro aparentado está dentro dos limites do sensor PT100 classe 'A' em temperaturas próximas de 300 °C, que é próximo de $\pm 0,8$ °C. Note que, mesmo se o desvio aqui encontrado fosse o dobro, o valor ainda estaria próximo ao limite do erro sugerido para o sensor. Percebeu-se ainda que o erro do Controlador NOVUS N1200 foi muito maior, se aproximando de +2 °C em alguns pontos. Neste caso, especula-se que os valores obtidos para o controlador são maiores pelo fato de ser um sistema de compensação por três fios (*three wire, 3W*). Após vários experimentos, percebeu na utilização de outros cabos de maior seção e na efetiva troca do sensor uma diminuição do desvio. De fato, o maior ganho em precisão se deu após a substituição do sensor conectado ao controlador por um sensor PT100 classe 'A' 400 °C, fazendo com que os valores obtidos pelo NOVUS N1200 ficassem muito próximos aos obtidos por todos os canais do Sistema Multiplexador [58,62].

Figura 47 - Desvio de temperatura entre sensores do multiplex e NOVUS em função da temperatura. Como referência foram tomados os valores do Canal 1.



Com todos os parâmetros do multiplex dentro dos limites do controlador NOVUS, realizou efetivamente a instalação do sistema multiplex no forno, apresentado na Figura 48. Observa-se também nesta mesma figura a aplicação da espuma nos contatos do multímetro Agilent 34410A, bem como as diversas fitas isolantes utilizadas para a fixação dos sensores.

A Figura 49 ilustra os detalhes da instalação dos sensores no porta-amostras, os quais se identificam por: (Sn) posição do Sensor n, ligado ao Canal n, com $n = 1, 2, 3, 4$ e 5 e (SR) posição do sensor de referência do controlador NOVUS, ponto onde efetivamente o controlador executou o controle da temperatura do forno. Note que o sensor S6, conectado ao canal 6, foi posicionado externamente ao forno para medição da temperatura ambiente.

Figura 48 - Sistema Multiplex instalado entre o multímetro Agilent e o forno.

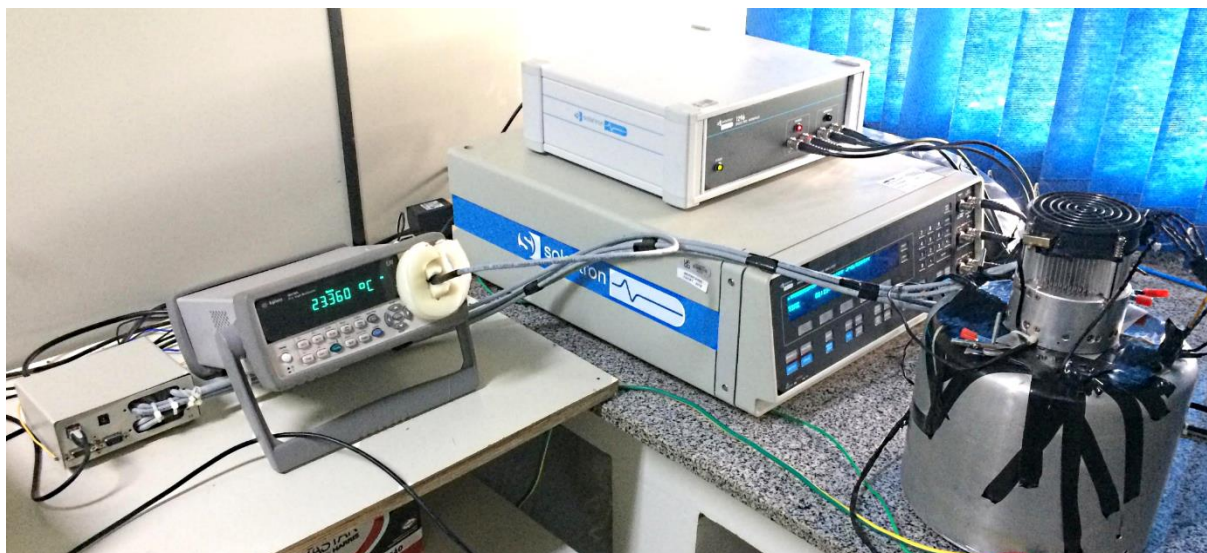
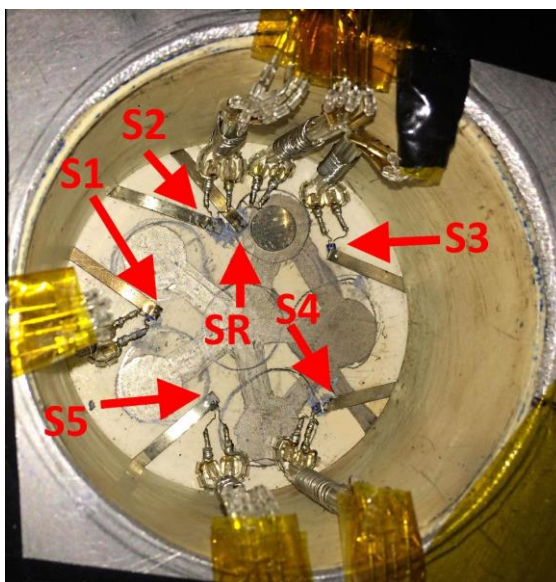
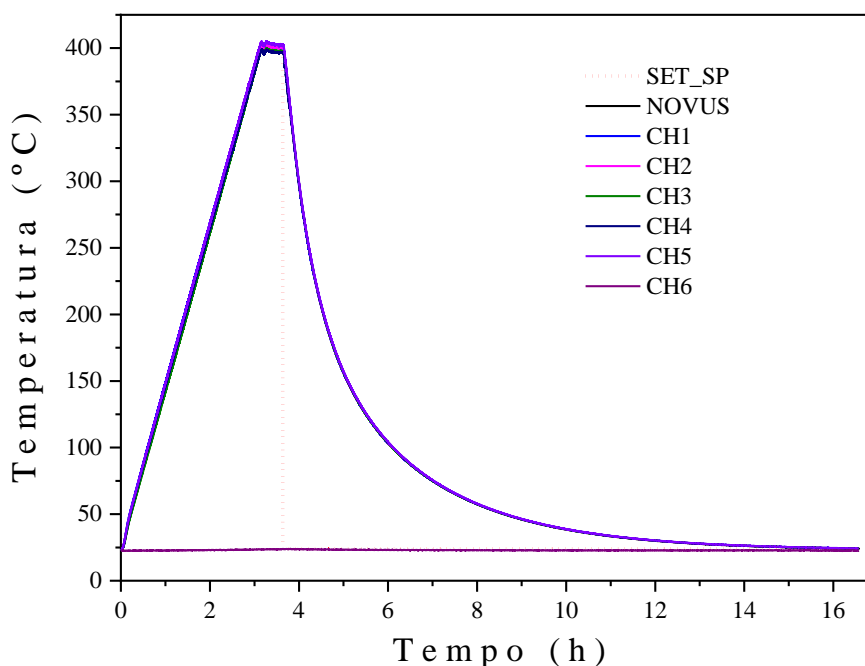


Figura 49 - Detalhes da instalação dos sensores no porta-amostras. (Sn) Sensor n no canal n, com $n = 1, 2, 3, 4$ e 5 , e (SR) Sensor do controlador NOVUS.



Como exemplo do resultado final da utilização do Módulo multiplexador de sensores de temperatura, a Figura 50 apresenta a rampa de execução de 400 °C com taxa de 2 °C/min utilizando os posicionamentos dos sensores indicados na Figura 49.

Figura 50 - Rampa de 400 °C com taxa de 2 °C/min controlada pelo NOVUS em conjunto com a aquisição de temperatura por Multiplex e Multímetro Agilent.



Para melhor avaliar a distribuição de temperatura sobre a superfície da cerâmica do porta-amostras, e comparar com valores obtidos por imagens termográficas, como foi ilustrado na Fig. 15, foram tomados os valores dos sensores instalados junto a base. Ou seja, foram consideradas medidas de maior e menor temperatura como sendo uma estimativa de valores médios das temperaturas na base, ou, pelo menos, na região circundante média usada no posicionamento das amostras. Nesta análise foram utilizados os valores de patamares isotérmicos curtos (aproximadamente 30 min) que foram atingidos após a execução de rampas de 1 e 2 °C/min. A Tabela 2 apresenta medidas de temperatura em três isotermas (100,1 °C, 225,0 °C e 400,0 °C) com suas respectivas taxas de operação inicial. Importante salientar que os valores apresentados para uma dada temperatura, e respectiva rampa, foram coletados nos canais de 1 a 5 e no controlador NOVUS dentro de um intervalo de 1 s. A dispersão de temperatura da base ficou próxima a 3, 9 e 11 °C, para as respectivas faixas de temperatura, 100 °C, 225 °C e 400 °C, considerando a diferença entre os valores dos canais 1 e 3, os quais apresentaram os valores máximos e mínimos.

Tabela 2 - Dispersão da temperatura entre os pontos dos sensores de temperatura sobre o porta-amostras.

SetPoint (30 min)	Taxa (°C/min)	NOVUS (°C)	CH1 (°C)	CH2 (°C)	CH3 (°C)	CH4 (°C)	CH5 (°C)	CH1 – CH3 (°C)
100,1	2	100,1	102,24	100,18	99,35	100,74	100,22	2,89
100,1	1	100,1	102,22	100,17	99,40	100,77	99,86	2,82
225,0	2	225,0	231,45	226,15	221,88	226,98	231,22	9,57
225,0	1	225,0	231,14	225,87	222,19	227,19	230,97	8,95
400,0	2	400,2	402,24	400,42	390,88	397,67	400,94	11,36
400,0	1	400,2	404,96	399,91	393,86	395,57	402,84	11,10

Com os valores apresentados acima pode-se fazer uma extrapolação da dispersão em temperaturas próximas de 500 °C, estimando-se valores não superiores a 15 °C, o que concorda razoavelmente bem com as diferenças encontradas por imagens termográficas (*cf.* Fig. 15a). Note que tais valores de dispersão são bastante grandes quando se considera a finalidade do sistema, ou seja, a avaliação das propriedades elétricas de várias amostras sujeitas à mesma temperatura. No entanto, a variação pontual de temperatura (em um único sensor) foi bastante pequena, com reprodutibilidade obtida em todos os experimentos.

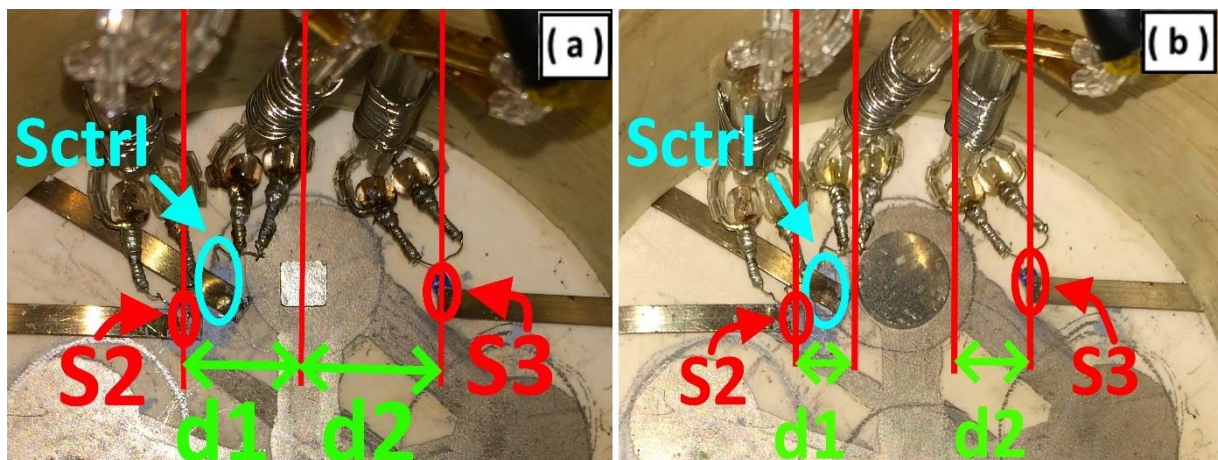
Por fim, alguns comentários adicionais sobre a uniformidade de temperatura na base do porta-amostras podem ser listados. Inicialmente, é importante mencionar que foram realizados poucos experimentos a 400 °C ou temperaturas superiores, já que a precisão dos sensores do multiplex acima de 300 °C fica comprometida. Neste trabalho, somente o controlador NOVUS operou com um sensor PT100 para 400 °C. Em alguns experimentos foi perceptível a instabilidade da temperatura quando os sensores de 300 °C passaram a operar acima de 360 °C. Também deve-se levar em consideração que a avaliação da distribuição térmica não é uma tarefa de fácil execução, costumando apresentar desvios das tendências e comportamentos esperados. Tais desvios podem ser causados pelo limite de temperatura da pasta térmica, pressão das presilhas fixadoras dos sensores, entre outros; o mesmo ocorrendo em avaliações com uma câmara térmica, que pode trazer resultados mascarados devidos a reflexões internas do forno, ângulo que captura, distância da câmera, calibração, entres outras variáveis.

Devido as diferenças existentes sobre a base do porta-amostras, a temperatura em uma amostra avaliada pode não corresponder exatamente aos valores obtidos com os sensores, mesmo que estes estejam posicionados bastante próximos a amostra. Na análise que se segue serão tomados dois pontos/sensores de referência apenas, e desta maneira, pode-se verificar que quanto maior a temperatura maior é a diferença da temperatura entre eles. No entanto, caso a distância entre os dois sensores seja pequena, esta diferença geralmente acontece na forma de

um gradiente de temperatura entre os pontos. Assim, caso a amostra sob análise seja pequena podemos considerar que temperatura tende a ter um valor pontual e pode-se fazer uma interpolação de valores de temperatura tomando-se como referência a distância entre dois sensores e amostra posicionada entre eles.

A Figura 51(a) ilustra o posicionamento real de uma amostra em relação aos sensores de medida (S2 e S3) e também ao sensor de controle (Sctrl). Pelas distâncias aferidas na imagem (d1 e d2) é possível interpolar os valores de temperatura nos pontos S2 e S3 e encontrar um valor estimado da temperatura real na amostra. Nos casos onde a amostra tem maiores dimensões, é possível supor que exista um gradiente de temperatura entre os extremos da própria amostra, assim, a interpolação pode ser realizada levando-se em consideração a distância entre os sensores e entre as bordas da amostra, como ilustra a Figura 51(b). Este procedimento de interpolação pode não ser tomado como regra, mas, em termos práticos mostrou-se como um meio eficiente para encontrar valores de temperatura muito próximos ao valor real/ideal sobre a amostra.

Figura 51 - Imagem de posicionamento de amostras para referência na interpolação de valores de temperatura.



Neste trabalho, considerando a posição das amostras e sensores no momento da medida, de acordo com a ilustração dada na Fig. 51(a), com amostras de dimensões reduzidas, a equação usada para a determinação da temperatura média ponderada, T_p , pode ser escrita como

$$T_p = \frac{T_{S2} * d1 + T_{S3} * d2}{d1 + d2} \quad (21)$$

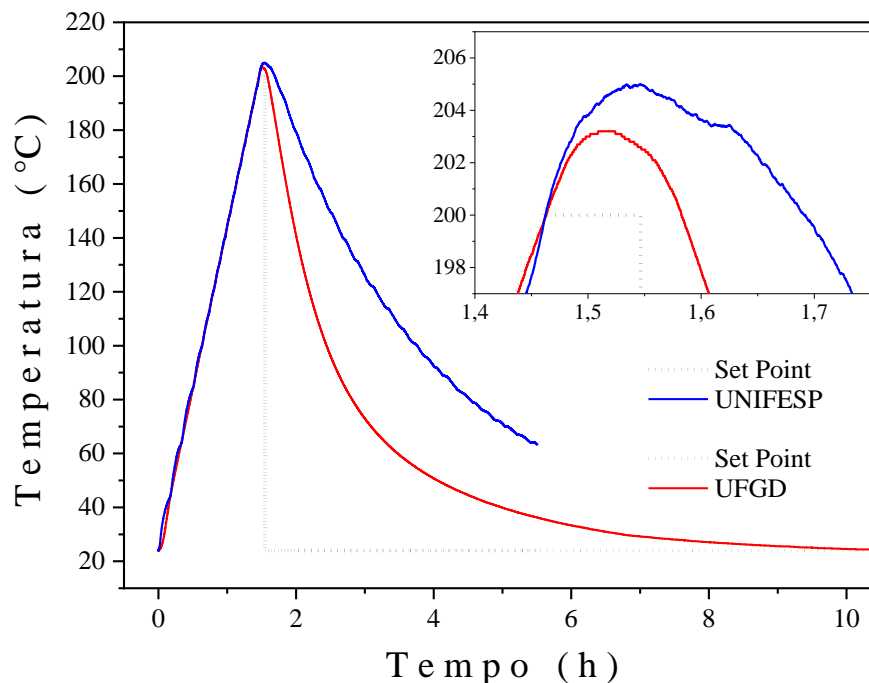
Note que, considerando amostras de dimensões maiores, como mostra a Figura 51(b), também é possível, com os devidos ajustes, fazer uso da mesma Equação 21.

4.7 Avaliação da temperatura usando uma amostra de BaTiO₃

Para a avaliação da temperatura no compartimento do forno, especificamente no ponto onde serão dispostas as amostras a serem estudadas, fez-se necessário um processo de aferição/calibração a partir de amostras padrão. Para este fim, foi utilizada uma amostra cerâmica de titanato de bário (BaTiO₃), de formato cilíndrico de área circular de $(0,8750 \pm 0,0008)$ cm² e espessura de $(1,77 \pm 0,01)$ mm, produzida e pré-avaliada na Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) – Campus São José dos Campos.

A amostra de BaTiO₃ foi posicionada no forno e passou por uma rampa de aquecimento de 87,96 min (com uma taxa de aproximadamente 2 °C/min). A rampa adotada visou a melhor aproximação possível das condições experimentais de temperatura da avaliação feita nos laboratórios da UNIFESP. A Figura 52 mostra o comportamento da temperatura em função do tempo e, para efeito comparativo, mostra também valores de temperatura obtidos na análise realizada na UNIFESP, com rampa de 87,96 min e taxa de 2 °C/min.

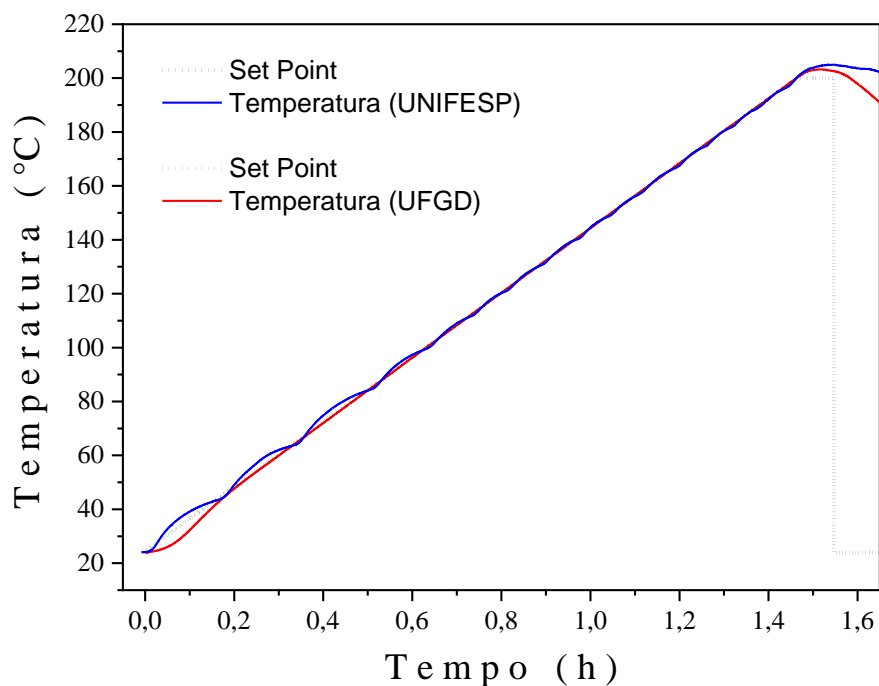
Figura 52 - Comparativo das medições de temperatura em função do tempo, durante rampa com taxa de 2 °C/min e posterior resfriamento natural.



Com este experimento verificou-se que o sistema construído neste trabalho conseguiu executar a variação de *SetPoint* de forma igual, ou seja, tecnicamente sem diferenças significativas nas temperaturas durante todo o intervalo de tempo. Com relação às temperaturas medidas, foi possível notar que o controle proporcional de diferença (PID) do controlador

NOVUS estava bastante sintonizado. Assim, ao definir o *SetPoint* em 200,0 °C, foi observada a temperatura máxima de 203,2 °C, enquanto na medida de referência (UNIFESP) a temperatura atingiu 205 °C. Após o tempo de finalização do patamar de 5 min o forno foi posto no modo de resfriamento natural, realizado simplesmente pela troca de calor com o ambiente, sem atuação do controlador, sendo observada uma maior taxa de resfriamento comparativa. Na Figura 53 são realçados os detalhes do gráfico anterior, ampliando a região inicial sob controle para um comparativo do comportamento específico de rampa.

Figura 53 - Detalhe do comportamento da rampa de temperatura em função do tempo.



Outras três rampas (1, 2 e 4 °C/min) foram utilizadas, definindo um patamar em 225 °C com duração de 30 min. A espera de 30 min em patamar isotérmico foi necessária para verificar como o controlador atuaria na estabilização de uma temperatura fixa no topo da rampa após diferentes taxas de aquecimento. O comparativo do comportamento da temperatura em função do tempo entre as três rampas pode ser observado na Figura 54.

Para avaliar a estabilidade da temperatura e a capacidade de controle do sistema, os valores medidos de temperatura durante rampa foram subtraídos pelos valores de temperatura de *SetPoint* definidos pelo controlador durante esta rampa. Os resultados das diferenças entre valores são apresentados na Figura 55, para a curva obtida na UNIFESP e também para as medidas com taxas de 1, 2 e 4 °C/min.

Figura 54 - Comportamento da temperatura em função do tempo para taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min, estabelecendo-se ao final patamar em 225 °C por 30 min, seguido do resfriamento natural.

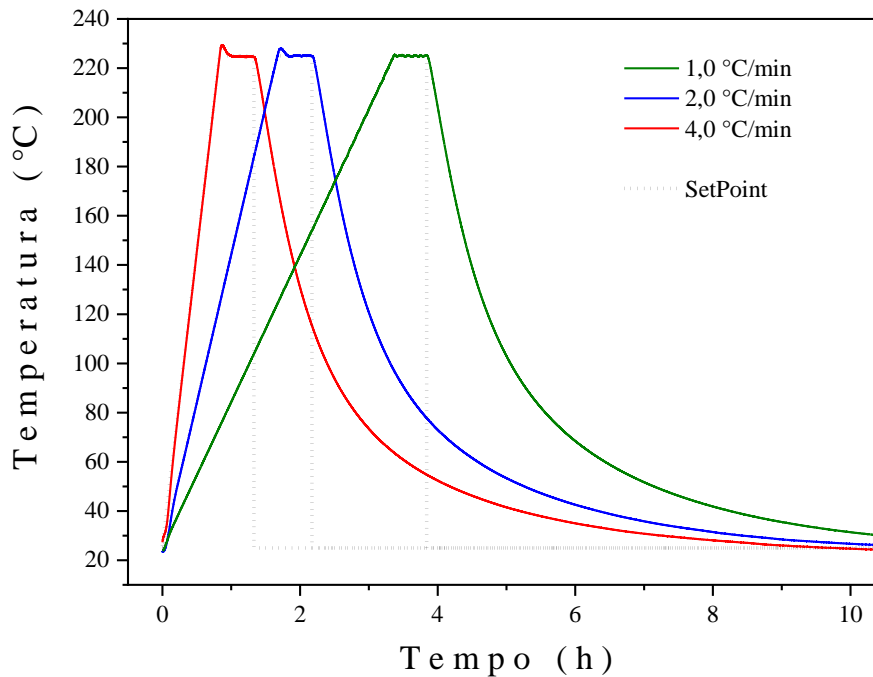
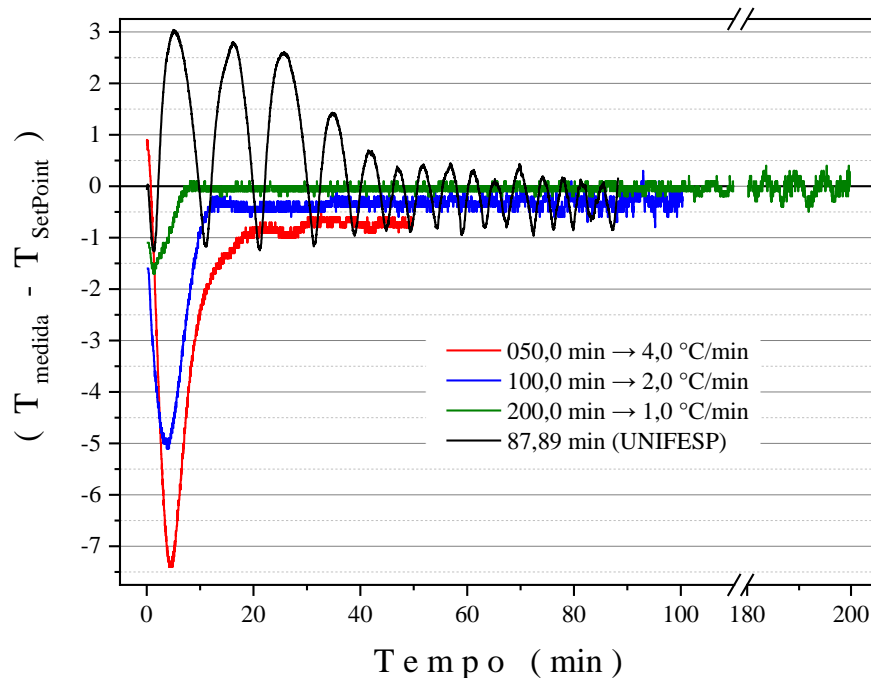


Figura 55 - Comparativo do desvio de temperatura medida em relação aos valores de *SetPoint* durante as rampas com taxas de 1, 2 e 4 °C/min, e 2 °C/min (dados UNIFESP).



É importante destacar que um dos objetivos do trabalho era atingir estabilidade térmica da ordem de $\pm 0,5$ °C no controle da rampa gerada. O controle por meio do PWM pode ajudar os sistemas de aquecimento melhorar sua estabilidade, contudo esta estabilidade depende de diversos fatores como precisão da leitura do controlador, distância do sensor do ponto

controlado, ajuste do PID entre outros fatores. Assim, inicialmente foi projetado um controle por um sensor do tipo JK (de junção Cromel/Alumel) inserido no centro da base cerâmica, ficando mais próximo da resistência, propiciando inclusive sintonias automáticas do controlador. Apesar dos bons resultados de estabilidade térmica obtidos com essa configuração, houve uma discrepância significativa entre os valores do sensor de controle e a temperatura medida na superfície superior da base, com relação ao posicionamento da amostra.

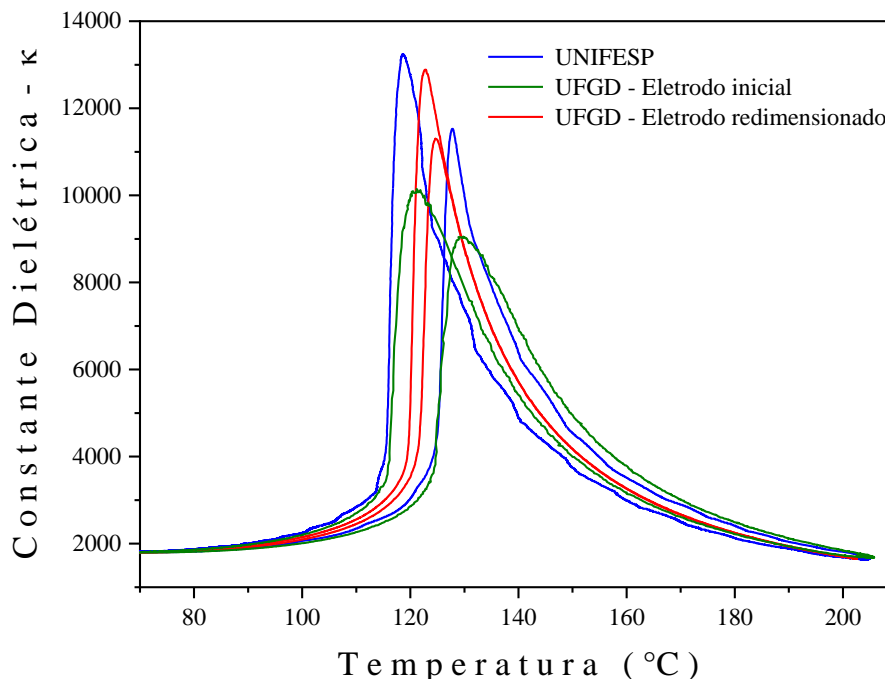
Considerando esta diferença de temperatura, optou-se por fazer o controle do forno com um sensor PT100-RTD posicionado diretamente na superfície da base cerâmica. Contudo, ao distanciar o sensor do elemento resistivo de aquecimento, a temperatura de controle sofreu um retardo. Assim, pela Fig. 55 é possível notar que quanto maior é a taxa de aquecimento, maior será a diferença entre o *SetPoint* e a temperatura da rampa, exigindo um tempo maior para acontecer a recuperação térmica. Para as taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min obteve-se, respectivamente, picos de desvio de temperatura de -1,7 °C, -5,1 °C e -7.4 °C, e tempos de recuperação de 7, 12 e 18 min. Importante ressaltar que ao distanciar o sensor do controlador não foi possível executar as funções de auto sintonia de PID, sendo necessário o ajuste manual dos valores de PID [58]. Algumas tentativas de realizar os cálculos específicos para PID, não funcionaram como desejado, aproximações manuais foram necessárias. Estes ajustes demandam considerável intervalo de tempo para serem realizados, pois é preciso executar a rampa e esperar o forno esfriar completamente. É provável que o forno construído venha a ter um desempenho ainda melhor do que o apresentado, com novos ajustes aprimorados do PID. Para isto pode-se usar outras sintonias automáticas ou sintonias devidamente calculadas, para serem aplicadas na performance individual das mesmas. Deve-se avaliar neste processo que o resfriamento do forno ocorre de forma natural e, por isto, existe uma diferença na taxa de subida (controlada) e a taxa descida (natural) da temperatura, que pode ser até 30 vezes maior. Ademais, a taxa de descida não tem um comportamento linear e nem simétrico, desta forma o ajuste automático do PID do controlador fica impreciso e ainda faz com que os cálculos manuais tenham mais variáveis.

Apesar dos pontos mencionados acima, os controles executados são muito satisfatórios, já que as ondulações (desvios em relação ao valor médio) de temperatura nos experimentos com diferentes taxas se mantiveram dentro do limite almejado de $\pm 0,5$ °C. Especificamente para a rampa mais acentuada com taxa de 4 °C/min, logo após o tempo de recuperação (~18 min) pode-se notar um desvio de -1 °C, contudo a ondulação se manteve dentro do especificado no objetivo do trabalho, ou seja, variações de no máximo $\pm 0,5$ °C.

É possível afirmar que, no caso da rampa com taxa de aquecimento de $4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, é possível minimizar (ou até eliminar) a diferença entre valores medidos e o *SetPoint*, e também as ondulações ao redor do *SetPoint*, desde que seja feita uma sintonia mais afinada. Contudo, todas as rampas se mantiveram com um desvio menor que o da UNIFESP e, considerando a ondulação nos valores medidos da UNIFESP (de $\pm 1,7\text{ }^{\circ}\text{C}$), as ondulações com o sistema aqui descrito são aproximadamente 3,4 vezes menores.

Após a análise inicial da temperatura a qual a amostra de BaTiO_3 foi submetida, foi feita a avaliação em termos da constante dielétrica, κ , na frequência de 1 kHz. A literatura relata para o BaTiO_3 uma Temperatura de Curie (T_C) que se encontra aproximadamente entre $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ (cf. Subseção 2.5.1). A Figura 56 mostra o comportamento da constante dielétrica em função da temperatura, para rampas de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, em três diferentes condições experimentais: i) valores obtidos em um sistema com forno tubular convencional (cedidos pela UNIFESP); ii) com um eletrodo superior inicialmente com diâmetro (d) de 6 mm e altura (h) de 3,5 mm e; iii) com o eletrodo redimensionado para diminuição de massa térmica ($d = 0,65\text{ mm}$, $h = 8,87\text{ mm}$), considerando a taxa de aquecimento e de a taxa de resfriamento natural, teremos seis rampas apresentadas.

Figura 56 - Constante dielétrica da amostra de BaTiO_3 submetida a uma taxa de aquecimento de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e resfriamento natural, em diferentes condições experimentais: i) medida realizada na UNIFESP; ii) com o eletrodo inicial ($d = 6\text{ mm}$, $h = 3,5\text{ mm}$) e; iii) com o eletrodo redimensionado ($d = 0,65\text{ mm}$, $h = 8,87\text{ mm}$).



Com base nos dados da Fig. 56 encontram-se para o experimento, no qual foi utilizado o eletrodo inicial, as seguintes posições do máximo da constante dielétrica: $T_{C,sub} = 129,8$ °C e $T_{C,desc} = 121,2$ °C, com os respectivos valores de pico: $\kappa_{m\acute{a}x,sub} = 9.055$ e $\kappa_{m\acute{a}x,desc} = 10.148$. Após a introdução do eletrodo modificado verifica-se uma diminuição da histerese térmica, mudando as temperaturas de máximo para: $T_{C,sub} = 124,6$ °C e $T_{C,desc} = 122,9$ °C, com os respectivos valores de pico: $\kappa_{m\acute{a}x,sub} = 11.301$ e $\kappa_{m\acute{a}x,desc} = 12.887$. Os resultados das temperaturas de pico da constante dielétrica se aproximam aos dados obtidos nos ensaios realizados em forno tubular convencional (UNIFESP) que apresentaram os seguintes valores: $T_{C,sub} = 127,7$ °C e $T_{C,desc} = 118,5$ °C, com os respectivos picos de constante dielétrica: $\kappa_{m\acute{a}x,sub} = 11.526$ e $\kappa_{m\acute{a}x,desc} = 13.235$. Verifica-se que a intensidade de máxima constante dielétrica obtida neste trabalho é apenas ligeiramente inferior aos valores cedidos pela UNIFESP, sendo que esta diferença praticamente desaparece com o afastamento da região de pico. Note que parte dessa redução da constante dielétrica provavelmente está relacionada ao desgaste natural da metalização da amostra pela realização dos muitos ensaios aqui descritos.

Com relação a posição do máximo da constante dielétrica (T_C), pode-se observar um deslocamento considerável entre as três condições avaliadas, e dois processos podem ser sugeridos para justificar esta diferença. Primeiramente, quando se comparam as respostas obtidas com dois eletrodos superiores distintos, os quais têm diferentes massas/dimensões, pode-se afirmar que na situação inicial, o eletrodo estava propiciando uma fuga de calor entre a base do porta-amostras e a tampa/suporte do eletrodo. Assim, as temperaturas das faces superior e inferior da amostra não se equilibravam de forma adequada, provocando um delta de temperatura no interior da mesma. Durante uma rampa de aquecimento este gradiente térmico poderia causar o seguinte efeito: parte da amostra estaria com temperatura mais alta que o ponto de Curie do material, na região central da amostra estaria com temperaturas próximas à T_C e, na parte de cima, onde a temperatura é ligeiramente menor, provavelmente a amostra não teria passado pela transição de fase. Como resultado, o gradiente de temperatura interno levaria a uma constante dielétrica média menor, e um conseqüente alargamento do sinal de pico.

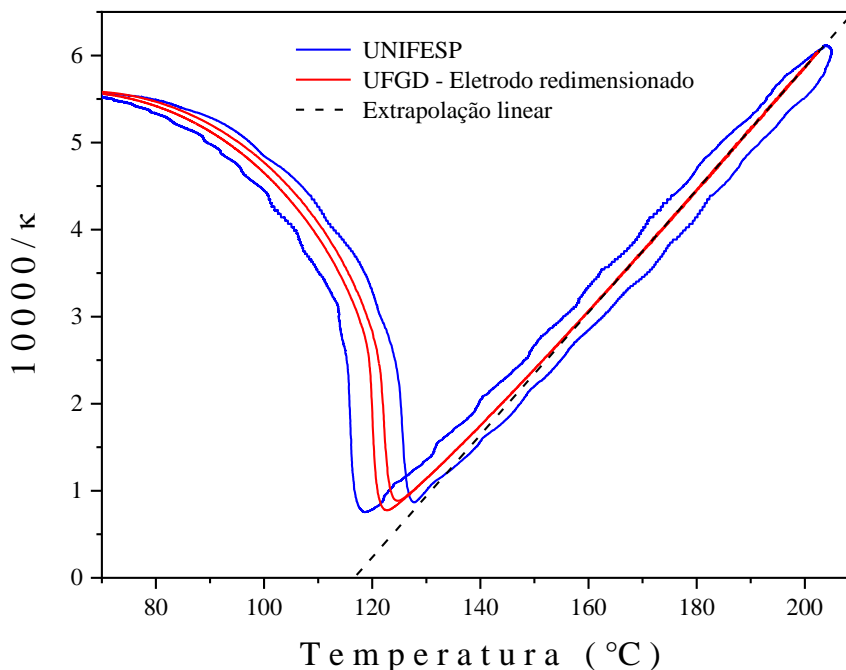
Por outro lado, ainda avaliando as posições de máximo, percebe-se uma segunda diferença, agora entre os valores obtidos durante o aquecimento e o resfriamento da amostra. Para referência, os máximos durante o aquecimento são atingidos em maiores temperaturas comparados aos máximos obtidos durante a etapa de resfriamento. Esta histerese térmica é comum em medições de T_C em materiais ferroelétricos, no entanto, em tese os valores de κ devem ser equivalentes após a transição de fase, ou seja, quando o material assume a fase

cristalográfica paraelétrica. De fato, este comportamento deve ser seguido para materiais ferroelétricos com transição de fase de segunda ordem bem comportada, e que obedecem a Lei de Curie-Weiss dada pela Equação 20. Segundo a literatura o BaTiO₃ pertence a essa classe de materiais bem comportados [43-50], sendo assim, é possível afirmar que não eram esperadas as discrepâncias dos valores de κ para temperaturas superiores a T_C , tanto nos valores cedidos pela UNIFESP quanto na medida inicial com o eletrodo superior de maior dimensão/massa.

Para uma análise detalhada da segunda situação descrita acima foi importante a implantação do sistema Multiplex, com a possibilidade de posicionamento de sensores bastante próximos da amostra. Antes da utilização do multiplex não se tinha um controle preciso da temperatura da amostra. Dessa forma, a taxa de temperatura configurada no controlador era diferente da taxa real sobre a amostra, por isto os picos na subida ($T_{C,sub}$) e na descida ($T_{C,desc}$) se distanciavam. Note, porém, que este deslocamento não interfere na amplitude da constante dielétrica, como acontece no primeiro caso aqui tratado referente ao gradiente térmico no interior da amostra.

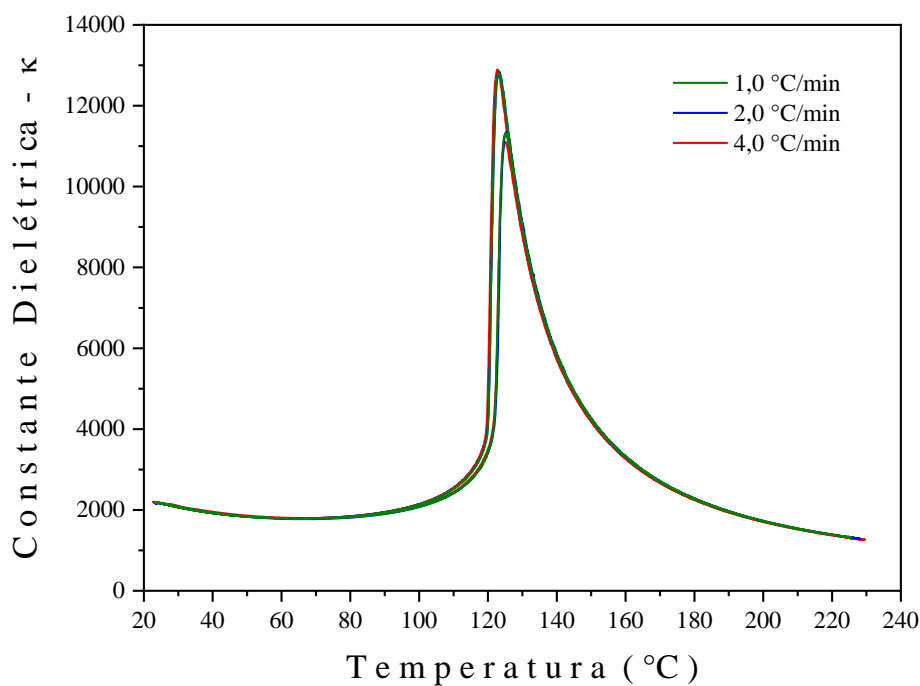
Pelo uso de interpolação de temperatura entre os sensores próximos da amostra foi possível resolver este problema. Assim, considerando a Equação 21, a temperatura média ponderada, T_p , usada neste trabalho para a amostra de BaTiO₃ no momento da medida, foi obtida a partir dos valores de temperatura dos sensores 2 e 3 (canais 2 e 3 do Multiplex), sendo as distâncias estimadas em $d1 = 14,0$ mm e $d2 = 22,5$ mm (ver Fig. 51b). A correção de temperatura não pôde ser realizada para o experimento com o eletrodo como confeccionado inicialmente, pois nenhuma medida antes do redimensionamento foi feita utilizando-se o sistema Multiplex. Assim, para fins comparativos, a Figura 57 traz o comportamento do inverso da constante dielétrica em função da temperatura para os experimentos realizados na UNIFESP e depois do redimensionamento do eletrodo superior tratado neste trabalho. É possível perceber que, com o estabelecimento de uma leitura mais exata da temperatura sobre a amostra, os valores do inverso da constante dielétrica ($1/\kappa$), coletados no aquecimento e resfriamento, se aproximam de forma evidente para temperaturas maiores que T_C , indicando o comportamento esperado pela Lei de Curie-Weiss. Para fazer o processo de extrapolação linear (indicada pela linha tracejada na Fig. 57) foi considerado o intervalo de temperatura entre 160,0 °C e 202,0 °C. Os valores de coeficiente de determinação, R^2 , encontrados respectivamente para as etapas de aquecimento e resfriamento foram 0,99994 e 0,99997, com valor de Temperatura de Curie-Weiss (T_{CW}) de aproximadamente 116,5 °C. A diferença entre Temperatura de Curie e Temperatura de Curie-Weiss foge do escopo deste trabalho e não será abordada.

Figura 57 - Inverso da constante dielétrica da amostra de BaTiO₃ em função da temperatura, para os experimentos realizados na UNIFESP e com o eletrodo redimensionado.



Por fim, a Figura 58 ilustra o comportamento da constante dielétrica em função da temperatura, para taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min, com o posterior resfriamento natural do sistema.

Figura 58 - Comportamento da constante dielétrica em função da temperatura em experimentos com taxas de aquecimento de 1, 2 e 4 °C/min, seguidos de resfriamento natural do sistema.



De forma geral as três rampas utilizadas neste trabalho levaram a valores muito próximos de κ e a Tabela 3 resume os valores de temperatura de transição de fase na subida ($T_{C,sub}$) e na descida ($T_{C,desc}$), obtidas a partir das Figuras 56 e 58, bem como os valores de máximo da Constante Dielétrica. Pela análise dos valores da constante dielétrica e temperatura, observou-se que o sistema manteve o desvio menor que $\pm 0,6$ °C nos valores de $T_{C,sub}$ e $T_{C,desc}$, considerando as três amostragens com diferentes taxas de aquecimento, estando em conformidade com os erros do PT100-RTD em 225 °C, somado aos erros presentes no Multiplex e demais outros erros que possam existir.

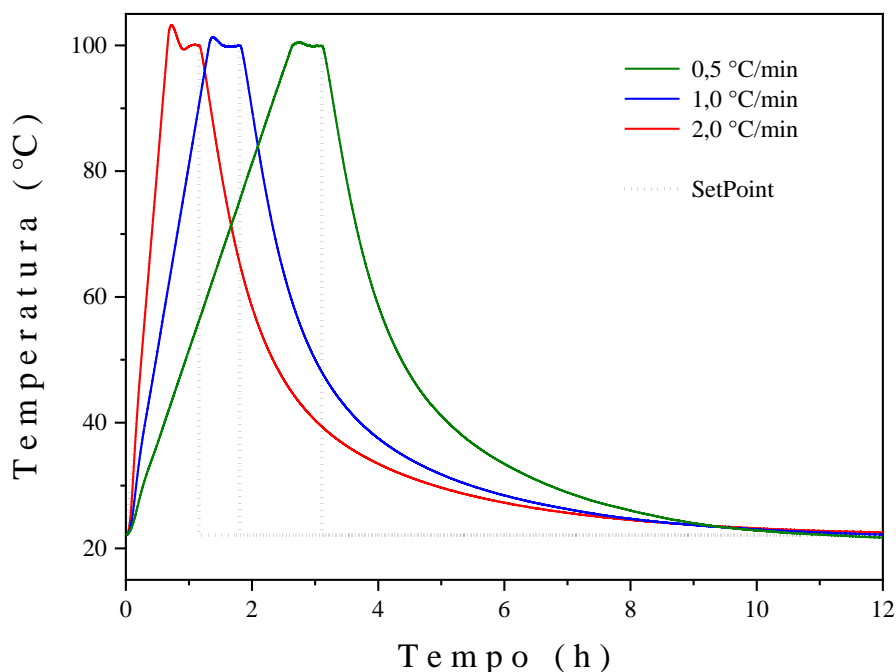
Tabela 3 - Valores de temperatura de pico e máximo da constante dielétrica κ da amostra de BaTiO₃ para experimentos com diferentes taxas de aquecimento e resfriamento natural do sistema.

Taxa de Aquecimento (°C/min)	$T_{C,sub}$ (°C)	$T_{C,desc}$ (°C)	$\kappa_{m\acute{a}x}$ (subida)	$\kappa_{m\acute{a}x}$ (descida)
2,0 (UNIFESP)	127,68	118,51	11.526	13.235
1,0	125,18	123,11	11.309	12.823
2,0	125,48	123,24	11.360	12.841
4,0	125,05	122,68	11.108	12.897

4.8 Avaliação da temperatura usando uma amostra de TGS

Como última etapa do trabalho, para a constatação de reprodutibilidade das rampas de temperatura, foram realizados experimentos com outro material ferroelétrico com transição de fase em torno de 49 °C. Para esses experimentos foi usada uma amostra de sulfato de triglicina (TGS) monocristalino preparada na Universidade de São Paulo (USP). As dimensões da amostra com geometria de paralelepípedo foram as seguintes: área de $(0,2361 \pm 0,0007)$ cm² e espessura de $(0,75 \pm 0,01)$ mm. Considerando a Equação 21, a amostra de TGS, no momento da medida, apresentava os seguintes valores de distância com relação aos sensores, $d1 = 20,5$ mm e $d2 = 33,5$ mm (ver Fig. 51a). A amostra de TGS foi submetida a três rampas de aquecimento de 0,5, 1 e 2 °C/min, cada uma delas seguida de patamar isotérmico de 30 min em 100 °C para estabilização da temperatura. Ao final da estabilização o forno foi posto em resfriamento natural até a temperatura ambiente, sem intervenção do controlador. Os resultados das medições de temperatura em função do tempo são mostrados na Figura 59. Pelo gráfico pode-se constatar que durante a atuação do controlador a reprodutibilidade da rampa é bastante precisa.

Figura 59 - Valores de temperatura em função do tempo para taxas de aquecimento de 0,5, 1 e 2 °C/min, estabelecendo-se ao final patamar em 100 °C por 30 min, seguido de resfriamento natural.



Da mesma forma como foram avaliadas as rampas da temperatura ambiente até 225 °C, foi calculada a diferença entre temperaturas medidas e os valores de *SetPoint* nas rampas de 0,5, 1 e 2 °C/min, como apresentado na Figura 60. Os máximos desvios de temperatura para as taxas de 0,5, 1 e 2 °C/min foram -1,5 °C, -3,0 °C e -5,2 °C, respectivamente. O tempo para recuperação para todas as rampas foi de aproximadamente 30 min, contudo, após 15 min as rampas apresentaram desvios próximos de até ±0,6 °C. A ondulação dos desvios para todas as rampas se manteve dentro do limite de ±0,3 °C após estabilização, sendo menor que o desvio inicialmente desejado de ±0,5 °C.

O comportamento da constante dielétrica, κ , do TGS foi avaliado em função da temperatura. Da mesma forma que no titanato de bário, a atuação do eletrodo influenciou consideravelmente sobre a constante dielétrica, principalmente pelas dimensões reduzidas da amostra (ver Fig. 51a). A Figura 61 apresenta as curvas de κ para dois experimentos distintos, um com a utilização do eletrodo como concebido inicialmente e outro após o redimensionamento do mesmo. Note que, para o primeiro caso, não foi utilizado o sistema Multiplexador para a coleta de temperatura, sendo assim, um deslocamento maior dos picos $T_{C,sub}$ e $T_{C,desc}$ pode ser observado.

Figura 60 - Desvio de temperatura em relação ao *SetPoint* para as rampas de 0,5, 1 e 2 °C/min.

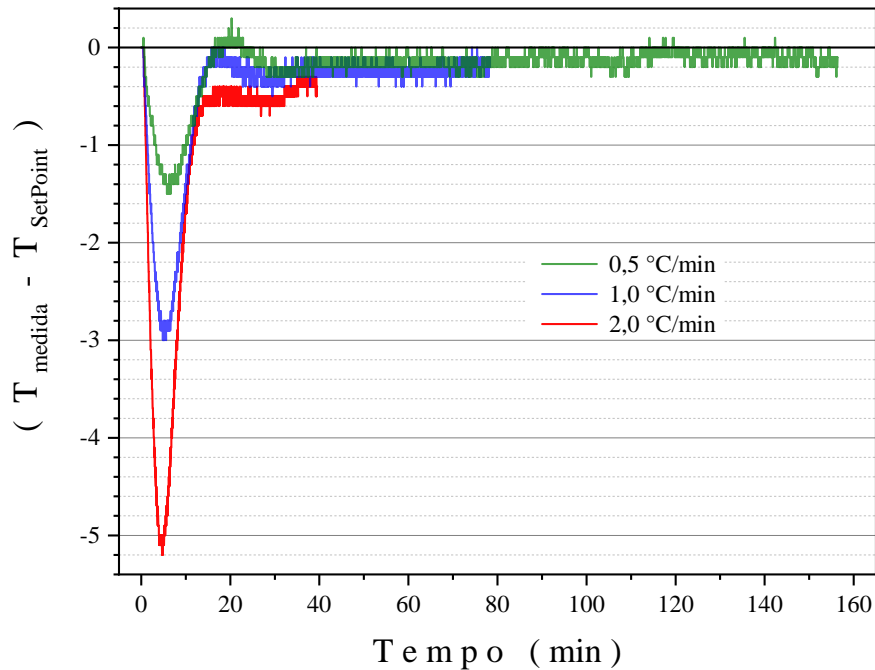
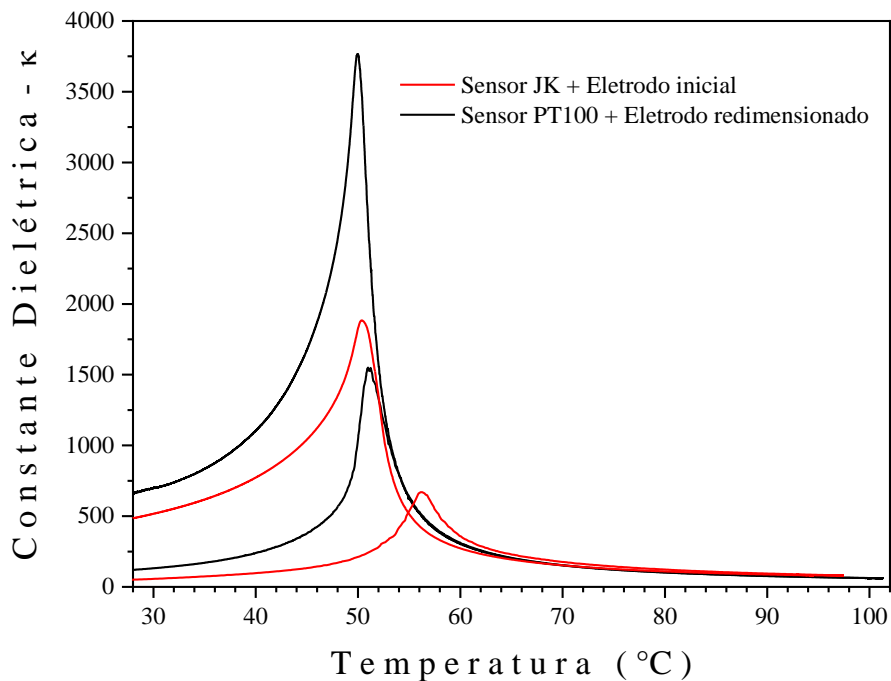


Figura 61 - Comparativo da constante dielétrica de TGS em diferentes condições experimentais: i) com o eletrodo inicial ($d = 6$ mm, $h = 3,5$ mm), taxa de $0,8$ °C/min e, sensor JK; ii) com o eletrodo redimensionado ($d = 0,65$ mm, $h = 8,87$ mm), taxa de 1 °C/min e, sensor PT100.



Depois da implementação do sistema Multiplexador foram realizados outros experimentos com rampas de 0,5, 1 e 2 °C/min e resfriamento natural. A Figura 62 apresenta as curvas de κ e também $100/\kappa$, pelas quais foi possível encontrar valores de T_C próximos a 50 °C, e estes estão listados na Tabela 4, sendo compatíveis com os reportados na literatura [7].

Figura 62 - Constante dielétrica, κ , e $100/\kappa$ da amostra TGS em função da temperatura em experimentos com taxas de aquecimento de 0,5, 1 e 2 °C/min, seguidos de resfriamento natural do sistema.

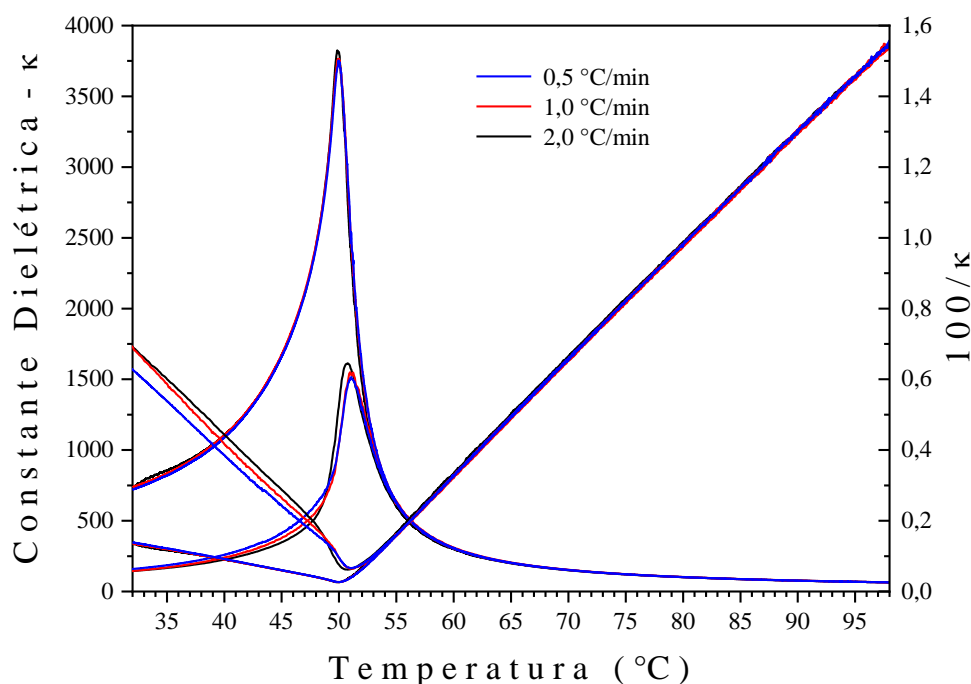


Tabela 4 - Valores de temperatura de pico e máximo da constante dielétrica κ da amostra de TGS para experimentos com diferentes taxas de aquecimento e resfriamento natural do sistema.

Taxa de Aquecimento (°C/min)	$T_{C,sub}$ (°C)	$T_{C,desc}$ (°C)	$\kappa_{m\acute{a}x}$ (subida)	$\kappa_{m\acute{a}x}$ (descida)
0,5	51,06	49,96	1.516	3.752
1,0	50,98	49,94	1.551	3.766
2,0	50,80	49,86	1.611	3.827

Pelos valores da Tabela 4 é possível observar um pequeno deslocamento dos máximos conforme a diminuição da taxa de aquecimento, embora o desvio entre os três experimentos para os picos de $T_{C,sub}$ e $T_{C,desc}$ são inferiores a $\pm 0,2$ °C, que tecnicamente é muito menor que o erro de instrumentação térmica. Ainda pela Figura 61, pode-se perceber a qualidade da medição da temperatura sobre a amostra a partir da linearidade dos valores do inverso da Constante Dielétrica em temperaturas superiores a T_C . Pela regressão linear feita no intervalo de temperatura de 55 °C a 100 °C o coeficiente de determinação, R^2 , foi de 0,99978, para a curva com menor precisão, que foi a obtida com a taxa de 2 °C/min. Neste ajuste, o valor encontrado para a Temperatura de Curie-Weiss foi de 49,3 °C.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

5 CONCLUSÕES

A construção do Sistema de Aquecimento Controlado atendeu o objetivo proposto ao permitir regular a rampa e a linearidade da temperatura de aquecimento, com uma precisão de $\pm 0,5$ °C. Foi obtido também um bom tempo para o resfriamento natural do conjunto, com intervalo de 7 a 16 horas, dependendo das condições de ensaio. O reposicionamento do sensor de controle da fonte de calor, do centro da base para perto da amostra (em cima da base), resultou em uma inércia maior do tempo de recuperação, variando entre 7 a 18 minutos, a depender do ensaio realizado. Para esta inércia maior apresentada, o sistema PID controlado por PWM mostrou-se mais vantajoso para controle da rampa de subida do que o sistema de controle liga/desliga. O sistema de controle liga/desliga provoca um acúmulo maior de energia quando está no modo ligado (do que o sistema integrativo do PWM) levando a uma rampa de temperatura mais oscilante.

Com relação ao detalhamento dos parâmetros, observou-se que as rampas com o topo de 225 °C, com taxas de 4 °C/min, 2 °C/min e 1 °C/min, apresentaram, respectivamente, os seguintes desvios máximos: -7,4 °C, -5,1 °C e -1,7 °C, e com os respectivos tempos de recuperação: 18 min, 12 min e 7 min. Ainda considerando as rampas de 2 °C/min e 1 °C/min, foram verificados desvios e ondulações menores que $\pm 0,5$ °C nas mesmas. Já para a rampa de 4 °C/min (por ter uma taxa mais elevada) manteve-se também a ondulação inferior a $\pm 0,5$ °C, contudo o desvio geral foi de -1 °C (desvio que pode ser previamente compensado). Para as rampas com topo em 100 °C, variando em taxas de 2 °C/min, 1 °C/min e 0,5 °C/min, foram observados respectivamente os seguintes desvios máximos: -5,2 °C, -3,0 °C, +1,5 °C. O tempo para recuperação das rampas foi de aproximadamente 30 min, contudo, ao decorrer 15 min os desvios já se aproximavam de $\pm 0,6$ °C. A ondulação dos desvios para todas as rampas manteve-se dentro do limite de $\pm 0,3$ °C. Contudo, devemos considerar que o próprio sensor PT100 classe “A” possui um desvio de linearidade de ± 1 °C a 400 °C, sendo perfeitamente aceitável rampas com ondulações e desvios de $\pm 0,5$ °C próximo a 225 °C, em uma região que se encontra no limite da precisão usada pela instrumentação.

Quanto ao gradiente térmico na amostra, a redução da ponta dos eletrodos contribuiu para corrigir o valor da constante dielétrica aproximando-o do obtido em forno tubular com aquecimento lateral, mesmo considerando que fornos de aquecimento unidirecional realizam a maior parte da transferência térmica por uma das faces da amostra, causando um gradiente térmico sobre a mesma. No intuito de minimizar os efeitos térmicos dos eletrodos, foram feitas modificações dos mesmos. Com os ensaios realizados notou-se que os eletrodos de maiores

dimensões acrescentaram mais inércia térmica ao sistema, e este gradiente provocou um achatamento (leve alargamento) no pico da constante dielétrica.

Nos ensaios anteriores aos novos eletrodos, as medidas e o controle de temperatura eram realizados por um sensor JK no centro da base, dessa forma, a taxa de temperatura configurada no controlador era diferente da taxa real sobre a amostra, por isso os picos na subida ($T_{C,sub}$) e na descida ($T_{C,desc}$) se distanciavam. Usando um sensor PT100 ao lado da amostra foi possível minimizar esse distanciamento. No entanto, esse deslocamento não interfere na amplitude da constante dielétrica, como aconteceu no caso aqui tratado referente ao gradiente térmico no interior da amostra. Neste sentido, foi importante a implantação do sistema Multiplex, com a possibilidade de posicionamento de sensores bastante próximos da amostra a ser avaliada.

Com relação ao uso de vários sensores, foi possível observar que as medianas obtidas dos valores de temperatura podem ser distintas, contudo o fundamental é identificar a direção do gradiente de temperatura entre os mesmos. Experimentalmente, consideramos as amostras menores como um objeto puntual localizado entre dois sensores, porém para amostras maiores foi necessário observar um novo gradiente considerando as distâncias laterais da amostra e os sensores. Esse procedimento de interpolação resultou em uma melhor determinação da temperatura mediana à qual a amostra estava submetida. Vale lembrar que os métodos aqui adotados não são uma regra, mas meios viáveis para a obtenção de precisões superiores às obtidas com apenas um sensor localizado na lateral da amostra. O multiplex permitiu ainda verificar diferenças de temperatura entre cinco pontos de amostragem. As diferenças aumentam com o aumento da temperatura da base, chegando aos valores de 3 °C, 9 °C, 11 °C quando considerados, respectivamente, os pontos superiores das rampas de 100 °C, 225 °C e 400 °C utilizados durante a estabilidade térmica.

Quando consideramos as medições elétricas acima da temperatura de Curie, através do uso da extrapolação linear do inverso da constante dielétrica ($1/\kappa$) podemos notar que a utilização do sensor de controle ao lado da amostra permitiu atingir coeficientes de determinação (R^2) próximos a 0,9998, tanto nas etapas de aquecimento quanto resfriamento. Ademais, com a utilização do sistema multiplex para posicionar os sensores ao redor da amostra e obter a temperatura sobre a amostra por meio de medianas, foram encontrados valores de temperatura de Curie (T_C) bastante satisfatórios quando comparados aos relatados em literatura. A saber, para ensaios feitos com BaTiO₃ o valor de Temperatura de Curie-Weiss (T_{CW}) foi de aproximadamente 116,5 °C, e para o TGS foi de aproximadamente 49,3 °C.

CAPÍTULO 6

PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

6 PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

A principal proposta de melhoria compreende os esforços na redução da diferença das temperaturas em pontos distintos sobre a base cerâmica do porta-amostras. De fato, com o incremento da temperatura, chegando-se próximo a 500 °C, foi gerado um gradiente térmico entre os pontos de máximo e mínimo de aproximadamente 15 °C. Provavelmente, a inserção do sensor no meio da cerâmica foi uma das causas para a existência dessa discrepância de temperatura, no entanto, outras ações podem contribuir na solução do problema e, para evitar a medição com cinco ou mais pontos/sensores, pretende-se utilizar outros formatos de resistência e da cerâmica base do porta-amostras, além do reposicionamento do sensor de controle.

Alguns ajustes de construção do forno podem ser executados. Por exemplo, mesmo conseguindo um bom desempenho no decaimento natural da temperatura, é necessário buscar alternativas para reduzir a temperatura de forma forçada. O resfriamento forçado/controlado pode ser importante não só para a realização de medidas com taxas controladas, mas também em casos em que o processo é encerrado por algum motivo externo, como queda de energia, falha no sistema, troca de amostra, entre outros. Nesses casos, busca-se a recuperação rápida da temperatura, o que em alguns casos pode chegar a 17 horas para atingir o resfriamento até a temperatura ambiente, limitando o uso do sistema em termos de amostras avaliadas por dia. O processo de arrefecimento da temperatura poderia ser feito por ventilação forçada, redução de inércia térmica entre outras alternativas. Porém, procura-se não aplicar ar no interior da câmara porta-amostras, evitando a ocorrência de choque térmico que resulte em danos ao forno e/ou à amostra. Também desejável seria a realização de uma rampa controlada de descida, bem como a possibilidade de execução de medições em temperaturas negativas. Em resumo, procura-se obter um forno com uma inércia térmica menor e que proporcione melhores taxas de aquecimento e resfriamento, aumente as possibilidades de aplicação pelo aumento da máxima e mínima temperatura atingida, diminua o tempo de recuperação da rampa inicial, melhore o isolamento térmico e reduza as dimensões e peso do sistema.

Seria interessante a implementação de mecanismos para realizar as configurações de PID no modo manual e automática no sistema de controle do forno, também a definição de rampas e controles manuais de temperatura, além da aquisição síncrona de dados diretamente pelo software do impedancímetro (SMaRT), o que facilitaria o tratamento das informações e reduziria a quantidade de dados coletados. Ainda com relação aos softwares, seria bom fazer a abertura das funcionalidades de calibração dos sensores e usar sistemas de banco de dados a fim de aumentar a velocidade de leitura do sistema e aumentar eficiência de execução.

Para o hardware propõe-se melhorar a segurança elétrica e de interferência por meio da utilização de sistemas galvânicos aplicados no circuito de potência. Esse procedimento reduziria a possibilidade de curto-circuito ao sistema de aterramento em casos acidentais de derrame de líquidos condutivos sobre o aparato ou ainda haja o contato da resistência na carcaça do forno, além da possível redução das correntes de retorno ao terra do sistema. Também poderia ser criada uma separação entre o sistema de potência e o sistema controle através de acionamento a distância. Outras possibilidades de alteração de hardware seriam a criação de um sistema de controle para ajustar digitalmente o PWM através de microcontroladores; fazer o monitoramento da rede elétrica, falhas do IGBT, ajuste de potência máxima e limite de corrente de curto-circuito; fazer melhorias nas placas eletrônicas para redução de ruídos e implementar o monitoramento embarcado com diagnósticos de falhas e compensação da variação da entrada da rede elétrica para minimizar os desvios sobre o PID.

Com relação à própria medição e calibração da temperatura do sistema propõe-se melhorar a robustez dos sensores e seus fios, realizando soldas com o mesmo tipo de material para reduzir o efeito Seebeck, e aprimorar o processo de fixação dos mesmos. Procurar melhorar a precisão do sistema em temperatura mais elevadas. Buscar aprimorar o sistema multiplex, minimizando os erros de leitura, redução dos efeitos da temperatura sobre o sistema, aumentando a capacidade/números de sensores. Verificar a influência térmica do eletrodo aplicado sobre a amostra aquecida por um único lado e suas influências nas características elétricas do material. Por fim, utilizar outros materiais ferroelétricos para aumentar o mapeamento da temperatura em outros intervalos e melhor validar a precisão do sistema.

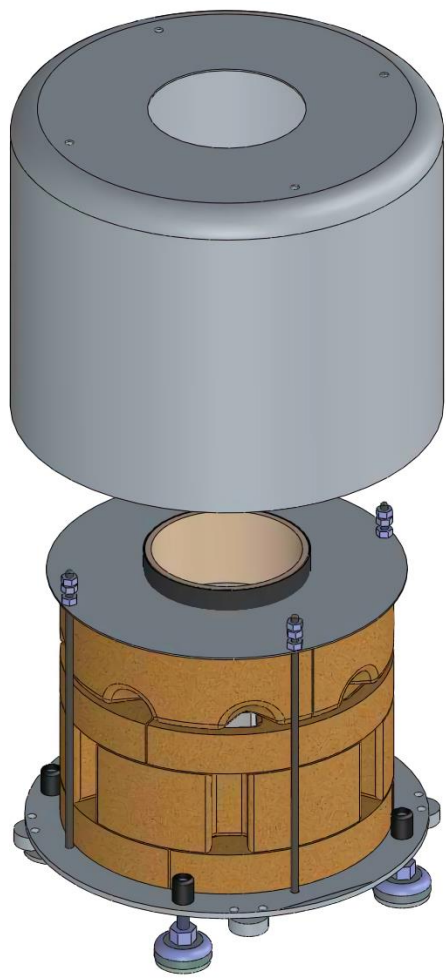
REFERÊNCIAS

1. CALLISTER, W. D. **Fundamentals of materials science and engineering - an interactive e-text**. 5. ed. New York: John Wiley & Sons, Ltd., 2001. 552 p. ISBN 047139551X.
2. CHIANG, Y.-M.; BIRNIE, D. P.; KINGERY, W. D. **Physical ceramics - principles for ceramic science and engineering**. New York: Wiley, 1996. 544 p. ISBN 0471598739.
3. ZARZYCKI, J. **Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment**. New York: Wiley-VCH Publishers Inc, v. 9, 1991. 775 p. ISBN 0895736977.
4. MACDONALD, J. R. **Impedance spectroscopy – emphasizing solid materials and systems**. 1. ed. New York: John Wiley & Sons, 1987. 346 p. ISBN 0471831220.
5. BERBECARU, C. et al. Doped versus pure TGS crystals. **Materials Science and Engineering: B**, v. 118, n. 1, p. 141-146, 2005. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.mseb.2004.12.069>>.
6. SHIL'NIKOV, A. V. et al. Dielectric properties of triglycine sulfate crystals with defects at low and. **Crystallography Reports**, v. 49, n. 1, p. 443-449, Mai 2004. Disponível em: <<https://doi.org/10.1134/1.1756643>>.
7. WHATMORE, R. **Materiais Ferroelétricos**. In: Kasap S., Capper P. (eds) Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials. Springer Handbooks. [S.l.]: Springer, Cham, 2017. ISBN 978-3-319-48931-5. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-48933-9_26>.
8. PARK, H. et al. Cryogenic Cooling System for 5 kA, 200 μ H Class HTS DC Reactor. **Physics Procedia**, Tokyo, v. 65, p. 282-285, Jan 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2015.05.152>>.
9. GILLOT, C. et al. DC electrical resistivity of Nb-Doped BaTiO₃ and EPR measurements. **Solid State Communications**, v. 82, n. 11, p. 1033-1038, 01 Dez 1992. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0038-1098\(92\)90434-B](https://doi.org/10.1016/0038-1098(92)90434-B)>.
10. MONTROYA, R. Á. et al. Methods to simplify cooling of liquid Helium cryostats. **HardwareX**, v. 5, p. e00058, Abr 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ohx.2019.e00058>>.
11. SWAFFIELD, D. J. et al. Variable pressure and temperature liquid nitrogen cryostat for optical measurements with applied electric fields. **Meas. Sci. Technol**, Southampton, v. 15, p. 2325-2332, Out 2004. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0957-0233/15/11/019>>.
12. IGARASHI, B. et al. A cryostat and temperature control system optimized for measuring relaxations of glass-forming liquids. **Rev. Sci. Instrum.**, Roskilde, v. 79, p. 045105-1, Abr 2008. Disponível em: <<https://doi.org/10.1063/1.2903419>>.
13. GONÇALVES, M. D. et al. Dielectric characterization of microwaves sintered lead zirconate. **Ceramics International**, São Carlos, v. 13, p. 14423-14430, Out 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.035>>.
14. MACDONALD, D. D. Reflections on the history of electrochemical impedance spectroscopy. **Electrochimica Acta**, v. 51, n. 8-9, p. 1376-1388, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.02.107>>.
15. ORAZEM, M. E.; TRIBOLLET, B. **Electrochemical Impedance Spectroscopy**. The Electrochemical Society Series, New Jersey: John Wiley & Sons, 2008. ISBN 978-0-470-04140-6.

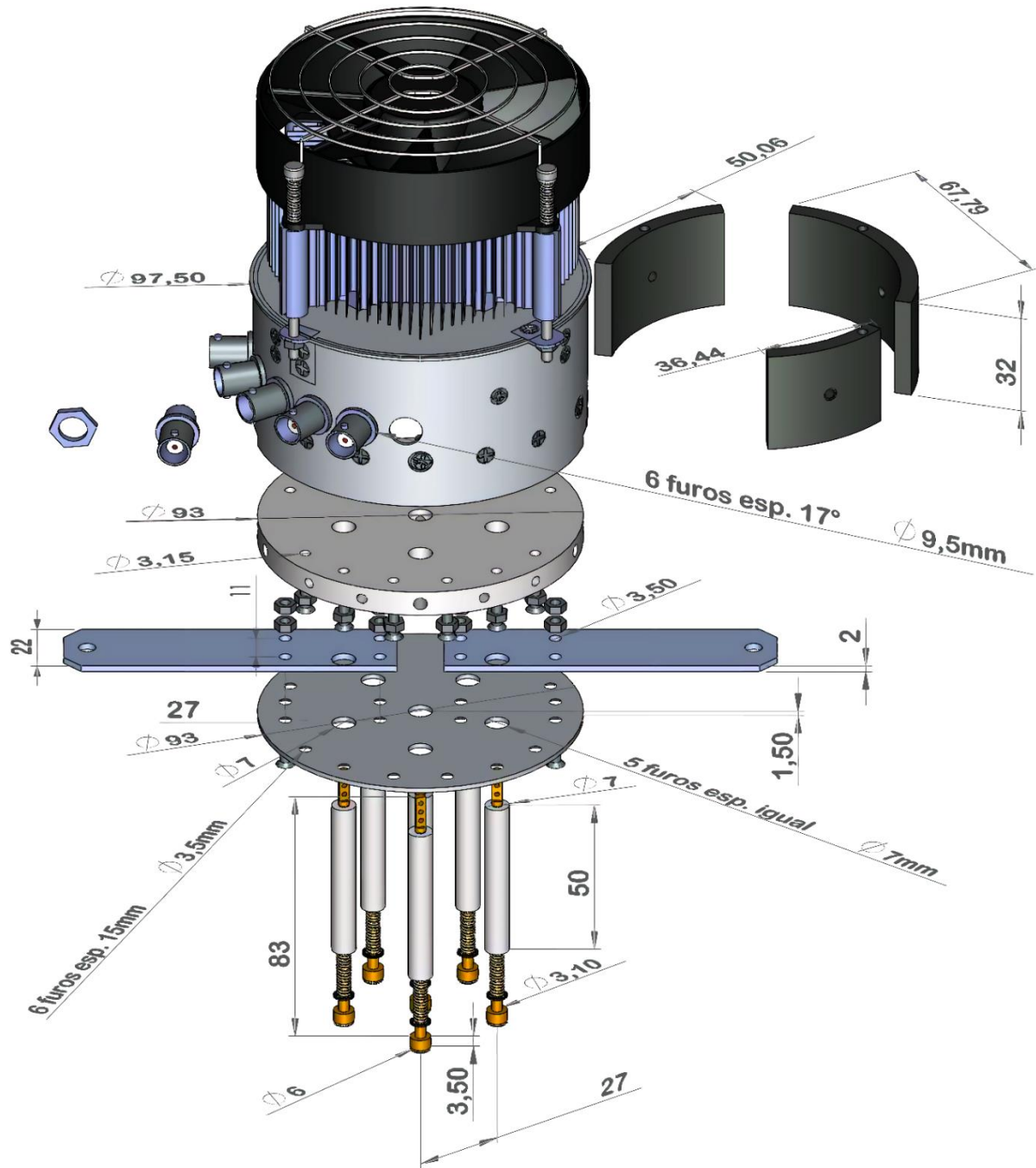
16. MACDONALD, J. R. Impedance spectroscopy. **Annals of Biomedical Engineering**, v. 20, p. 289-305, 1992. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/BF02368532>>.
17. BARSOUKOV, E.; MACDONALD, J. R. **Impedance Spectroscopy Theory, Experiment, and Applications**. 2. ed. Hoboken, New Jersey: Wiley-Interscience, 2005. ISBN: 0-471-64749-7.
18. MACDONALD, J. R. Impedance spectroscopy and its use in analyzing the steady-state AC response of solid and liquid electrolytes. **Journal of Electroanalytical Chemistry and Interfacial Electrochemistry**, v. 223, p. 25-50, 1987. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0022-0728\(87\)85249-X](https://doi.org/10.1016/0022-0728(87)85249-X)>.
19. GABRIELLI, C. Identification of Electrochemical Processes by Frequency Response Analysis. **Technical Report Number 004/83 Solartron Analytical (Solartron Group Ltd)**, Farnborough, UK, 1980. Disponível em: <https://www.lise.upmc.fr/sites/default/files/users/user56/Monographie_Solartron_Gabrielli.pdf>. Acesso em: 5 out. 2019.
20. ALEXE-IONESCU, A. L. et al. Effect of composition on the dielectric properties of hydrogels for biomedical applications. **Physiological Measurement**, v. 31, p. S169-S182, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0967-3334/31/10/S02>>.
21. SIDEBOTTOM, D. L. Colloquium: Understanding ion motion in disordered solids from impedance spectroscopy scaling. **Reviews of Modern Physics**, v. 81, n. 3, p. 999-1014, Jul 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1103/RevModPhys.81.999>>.
22. PIMENTEL, N. B. et al. Structural and electrical characterization of glasses in the $\text{Li}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3$ system. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 499, p. 272-277, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.07.024>>.
23. SOUZA, J. E. Cristalização induzida eletroquimicamente em vidros $\text{B}_2\text{O}_3\text{-PbO-PbF}_2$ abaixo da temperatura de transição vítrea. **Tese (Doutorado em Física Aplicada) - Instituto de Física de São Carlos - SP**, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.11606/t.76.2010.tde-15072010-113500>>. Acesso em: 2 out 2019.
24. AMIRUDIN, A.; THIENY, D. Application of electrochemical impedance spectroscopy to study the degradation of polymer-coated metals. **Progress in Organic Coatings**, v. 26, n. 1, p. 1-28, 1995. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0300-9440\(95\)00581-1](https://doi.org/10.1016/0300-9440(95)00581-1)>.
25. LISDAT, F.; SCHÄFER, D. The use of electrochemical impedance spectroscopy for biosensing. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 391, n. 5, p. 1555-1567, 2008. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s00216-008-1970-7>>.
26. ALEXANDER, C. K.; SADIKU, M. N. O. **Fundamentals of Electric Circuits**. 4. ed. New York: McGraw-Hill, 2009. ISBN 978-0-07-352955-4.
27. NUSSENZVEIG, H. M. **Curso de Física Básica**. 1. ed. São Paulo: Edgard Blucher, v. 4, 2007. ISBN 978-85-212-0163-2.
28. BIANCHI, R. F. et al. Alternating electrical conductivity of polyaniline. **Journal of Chemical Physics**, v. 110, n. 9, p. 4602-4607, 1999. Disponível em: <<https://doi.org/10.1063/1.478341>>.
29. GOZZI, G. et al. Electric characterization of a hybrid composite based on POMA/P(VDF-TrFE)/ $\text{Zn}_2\text{SiO}_4\text{:Mn}$ using impedance spectroscopy. **Journal of Physics D: Applied Physics**, Bristol, v. 39, p. 3888-3894, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0022-3727/39/17/027>>.
30. MACDONALD, J. R. Utility of continuum diffusion models for analyzing mobile-ion immittance data: Electrode polarization, bulk, and generation-recombination effects. **Journal of Physics: Condensed Matter**, Chapel Hill, v. 22, n. 49, p. 495101 (15pp), 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0953-8984/22/49/495101>>.

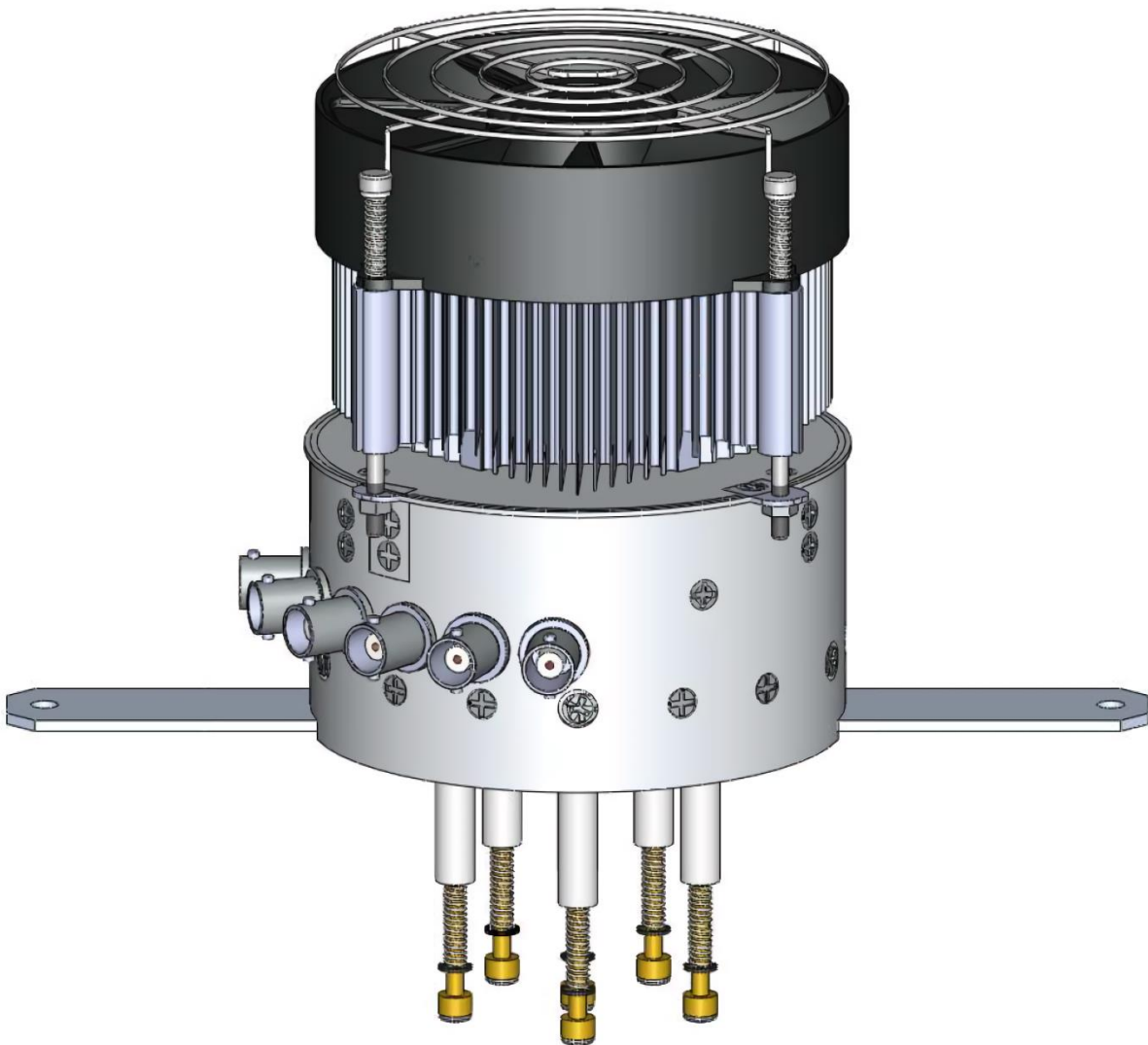
31. FREIRE, F. C. M. et al. Impedance spectroscopy of conductive commercial hydrogels for electromyography and electroencephalography. **Physiological Measurement**, Turim, v. 31, n. 10, p. S157-S167, Set 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1088/0967-3334/31/10/S01>>.
32. MEIER, M.; KARG, S.; RIESSA, W. Light-emitting diodes based on poly-p-phenylene-vinylene: II. Impedance spectroscopy. **Journal of Applied Physics**, Bayreuth, v. 82, n. 4, p. 1961-1966, May 1997. Disponível em: <<https://doi.org/10.1063/1.366004>>.
33. BOUKAMP, B. A. A nonlinear least squares fit procedure for analysis of immittance data of electrochemical systems. **Solid State Ionics**, Enschede, v. 20, n. 1, p. 31-44, Fev 1986. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/0167-2738\(86\)90031-7](https://doi.org/10.1016/0167-2738(86)90031-7)>.
34. REIS, D. L. S. Influência da matéria-prima nas propriedades elétricas de biodiesel misturas diesel/biodiesel. **Dissertação de mestrado (Química Analítica) - Pós-Graduação em Química, Universidade Federal Da Grande Dourados - MS**, 2014. Disponível em: <<http://files.ufgd.edu.br/arquivos/arquivos/78/MESTRADO-QUIMICA/Dissertação Diany.pdf>>. Acesso em: 3 Out 2019.
35. PIMENTEL, N. B. Síntese e caracterização estrutural e elétrica de vidros borato do sistema $B_2O_3 - CaO - Li_2O$. **Dissertação de mestrado (Físico-Química) - Pós-Graduação em Química, Universidade Federal Da Grande Dourados - MS**, 2016. Disponível em: <<http://files.ufgd.edu.br/arquivos/arquivos/78/MESTRADO-QUIMICA/Dissertação Nicele.pdf>>. Acesso em: 3 Out 2019.
36. WEST, R.; SINCLAIR, C.; HIROSE, N. Characterization of electrical materials, especially ferroelectrics, by Impedance Spectroscopy. **Journal of Electroceramics**, v. 1, n. 1, p. 65-71, Jan 1997. Disponível em: <<https://doi.org/10.1023/A:1009950415758>>.
37. RAISTRICK, I. D. Application of impedance spectroscopy to materials science. **Annual Review of Materials Science**, v. 16, n. 1, p. 343-370, Ago 1986. Disponível em: <<https://doi.org/10.1146/annurev.ms.16.080186.002015>>.
38. ASKELAND, D. R.; FULAY, P. P.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. 6. ed. [S.l.]: CL Engineering, 2010. 944 p. ISBN ISBN-10: 0495296023.
39. GIROTTO, E. M.; SANTOS, I. A. Medidas de resistividade elétrica DC em sólidos: como efetuá-las corretamente. **Química Nova**, São Paulo, v. 25, p. 639-647, Jul 2002. ISSN ISSN 0100-4042. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422002000400019>>.
40. ZARZYCKI, J. **Glasses and the vitreous state**. Tradução de Tradução de D. W. Scott e C. Massart. New York: Cambridge, 1991. 505 p. ISBN ISBN 0521355826.
41. VARSHNEYA, A. K. **Fundamentals of inorganic glasses**. California: Academic Press, 1994. 570 p. ISBN 0127149708.
42. VEERABHADRA RAO, A. et al. Dielectric dispersion in $PbO-PbF_2-B_2O_3$ glass system doped with Cr_2O_3 . **Indian Journal of Pure and Applied Physics**, v. 45, n. 1, p. 926-934, Nov 2007. Disponível em: <<https://pdfs.semanticscholar.org/dd20/4cf0c914e2cc82a08265122632ecfffb19ff.pdf>>. Acesso em: 9 out 2019.
43. JAFFE, B.; JAFFE, H.; COOK, W. R. **Piezoelectric Ceramics**. London: Academic Press, 1971.
44. LINES, M. E.; GLASS, A. M. **Principles and Applications of Ferroelectrics and Related Materials**. Oxford: Clarendon Press, 1977.

45. HERBERT, J. M. **Ferroelectric Transducers and Sensors**. New York: Gordon and Breach Science Publishers, 1982.
46. XU, Y. **Ferroelectric Materials and Their Applications**. [S.l.]: Elsevier Science Publishers, 1991.
47. NUNES, L. M. Efeito da densidade dos contornos de grãos nas propriedades e anomalias dielétricas de cerâmicas. **Tese de mestrado (Engenharia De Materiais E Metalúrgica) – USP/SC/CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE MATERIAIS**, 2009. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/88/88131/tde-27102009->>. Acesso em: 5 Out 2019.
48. OLIVEIRA, T. C.; SILVA, R. S. Estudo das transições de fase em cerâmicas de $Ba_{1-x}Ca_xTiO_3$. **Scientia Plena**, v. 8, n. 3(b), Mar 2012. Disponível em: <<https://scientiaplenu.emnuvens.com.br/sp/article/view/963/507>>. Acesso em: 3 Out 2019.
49. ANG, C. et al. Piezoelectric and Electrostrictive Strain Behavior of Ce-Doped $BaTiO_3$ Ceramics. **Appl. Phys. Lett.**, v. 80, p. 3424, 2002.
50. KISHI, H.; MIZUNO, V.; CHAZONO, H. Base-Metal Electrode-Multilayer Ceramic Capacitors: Past, Present and Future Perspectives. **Jpn. J. Appl. Phys.**, v. 1, p. 42, Abr 2003.
51. CHENG, J. G. et al. Low-Temperature Fabrication of Pyroelectric $Ba_{0.8}Sr_{0.2}TiO_3$ Thin Films by a Sol-Gel Process. **J. Mater. Res.**, v. 16, p. 778, 2001.
52. SEAGER, C. H. et al. Charge Trapping and Device Behavior in Ferroelectric Memories. **Appl. Phys. Lett.**, v. 68, p. 2660, 1996.
53. WATANABE, Y.; MATSUDA, A. Ferroelectric Self-Field Effect: Implications for Size Effect and Memory Device. **Integr. Ferroelectrics**, v. 27, p. 1095, 1999.
54. ZHONG, W.; VANDERBILT, D.; RABE, K. B. First-Principles Theory of Ferroelectric Phase Transitions for Perovskites: The Case of $BaTiO_3$. **Phys. Rev. B**, v. 52, p. 6301, 2000.
55. ZHONG-YANG, C.; LIANG-YING, Z.; XI, Y. A Cluster-Model of the Dielectric Behavior for Ferroelectrics $BaTiO_3$. **Ferroelectrics**, v. 57, p. 186, 1996.
56. FU, H.; COHEN, R. E. Polarization Rotation Mechanism for Ultrahigh Electromechanical Response in Single-Crystal Piezoelectrics. **Nature**, v. 403, p. 281, 2000.
57. WHATMORE, R. W. Pyroelectric devices and materials. **Rep. Prog. Phys.**, v. 49, p. 1335-1386, 1986.
58. FRADEN, J. **Handbook of Modern Sensors: Physics, Designs, and Applications**. 3. ed. New York: Springer, 2003. ISBN 0387007504.
59. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5410: Instalações elétricas de baixa tensão: Instalação elétrica em edificação**. Rio de Janeiro, p. 209. 2004. (ISBN 978-85-07-00562-9).
60. MEGATRON ELEKTRONIK GMBH & CO. KG. Data Sheet for Precision Resistors: Ultra Precise Metal Foil Resistor - Series MZH, Munich, p. 3, 2018. Disponível em: <https://www.megatron.cz/coku8a2er/uploads/2018/11/DS_MZH_en.pdf>. Acesso em: 20 jan. 2020.
61. AGILENT TECHNOLOGIES. **Agilent 34410A/11A 6 ½ Digit Multimeter (includes the L4411A 1U DMM): User's Guide**. Böblingen, p. 152. 2007.
62. INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. **IEC 60751 Ed. 2.0 b: Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors**. IEC. Geneva. 2008.



ANEXO B – Detalhe Construtivo e Vista Explodida da Tampa





ANEXO C – Fluxograma Do Software “RTU - Verificador 1.0”

