

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

MATHEUS AQUARELI

Estudo de nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento em
têmpera e análise estatística de parâmetros

São Carlos

2018

MATHEUS AQUARELI

Estudo de nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento em t mpera
e an lise estat stica de par metros

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia de Materiais e Manufatura, da Escola de Engenharia de S o Carlos da Universidade de S o Paulo, como parte dos requisitos para obten o do t tulo de Engenheiro de Materiais e Manufatura.

Orientadora: Profa. Dra. Lauralice de Campos Franceshini Canale

S o Carlos

2018

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

A656e Aquareli, Matheus
 Estudo de nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento em têmpera e análise estatística de parâmetros / Matheus Aquareli; orientadora Lauralice de Campos Franceshini Canale. São Carlos, 2018.

 Monografia (Graduação em Engenharia de Materiais e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2018.

 1. Nanofluido. 2. Planejamento de experimentos (DOE). 3. Coeficientes de transferência de calor. 4. Têmpera. I. Título.

Eduardo Graziosi Silva - CRB - 8/8907

FOLHA DE APROVAÇÃO

Candidato: Matheus Aquareli
Título do TCC: Estudo de nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento em têmpera e análise estatística de parâmetros
Data de defesa: 13/11/2018

Comissão Julgadora	Resultado
Professor Titular Lauralice de Campos Franceschini Canale (orientador)	<i>APROVADO</i>
Instituição: EESC - SMM	
Professor Doutor José Benedito Marcomini	<i>APROVADO</i>
Instituição: EESC - SMM	
Professor Doutor Wellington da Silva Mattos	<i>APROVADO</i>
Instituição: IFSP São Carlos/SP - Indústria	

Presidente da Banca: **Professor Titular Lauralice de Campos Franceschini Canale**



(assinatura)

DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho aos meus pais,
Eraldo e Regina, que sempre estiveram
ao meu lado, investiram em mim e são
meus maiores exemplos de vida.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida, saúde e todas as oportunidades que me proporciona, pois de todas retiro um aprendizado.

À minha família, meus pais Eraldo e Regina, minha irmã Letícia, pela compreensão, carinho e incentivo ao longo dessa trajetória. Obrigado por sempre acreditarem no meu potencial para completar mais esta conquista.

À Harume, minha melhor amiga e companheira, com quem amo partilhar a vida. Obrigado por todo apoio, compreensão, amor e por me trazer paz e incentivo nos momentos tumultuados e difíceis que a vida propõe.

Aos meus avós por todo apoio e carinho ao longo dessa jornada.

Aos meus (considerados) sogros, Issamu e Cristiane, e ao Leandro, Barbara e Kenzo, por sempre querer o meu bem, partilhar momentos de descontração e estar presentes nessa trajetória.

À professora Luralice pela oportunidade de executar este trabalho, pelos ensinamentos, dedicação e por sua confiança ao longo das supervisões das minhas atividades.

A todos os professores que estiveram presentes em minha vida e que contribuíram para esta realização, compartilhando experiências e ensinamentos.

A todos os funcionários do departamento de engenharia de materiais que sempre estavam dispostos a ajudar nos momentos necessários.

Ao Bruno, Luigi, Luis e Marina pelo suporte e conselhos ao longo do desenvolvimento do projeto de iniciação científica, o qual este trabalho se baseia.

Aos meus amigos que estiveram presentes ao longo dessa caminhada, partilhando momentos de lazer, aprendizados e de amizade verdadeira.

RESUMO

AQUARELI, M. **Estudo de nanofluido de óxido de zinco e análise estatística dos parâmetros**. 2018. 67f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2018.

A têmpera de aços é um dos mais antigos e dos mais utilizados tratamentos térmicos na indústria metalúrgica. Tal tratamento consiste em aquecer um componente metálico a partir da temperatura de austenitização e resfriá-lo rapidamente, mergulhando-o em um fluido de resfriamento ou fluido de têmpera com uma temperatura muito menor, com o objetivo de formar uma microestrutura martensítica, elevando assim a dureza e a resistência mecânica do componente metálico. Dessa forma, o presente trabalho buscou analisar o desempenho do nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento, caracterizando-o e avaliando seu desempenho em diferentes concentrações (0,01%vol, 0,05%vol, 0,10%vol), diferentes temperaturas de banho (25°C, 35°C, 45°C) e diferentes agitações (0rpm, 500rpm, 800rpm), por meio de um comparativo com água destilada nas mesmas situações. E, a partir dos resultados obtidos das curvas e taxas de resfriamento, realizar uma análise estatística por meio de um planejamento de experimento (DOE) para determinar os efeitos dos parâmetros (concentração de nanopartículas, temperatura e agitação do banho) sobre a variável de resposta (taxa máxima de resfriamento) e analisar as interações entre esses parâmetros. Para isso, foram realizados os procedimentos: caracterização das nanopartículas de óxido de zinco; preparação dos nanofluidos de resfriamento; análise da deposição de nanopartículas após têmpera; levantamento das curvas de resfriamento; cálculo dos coeficientes de transferência de calor; e análise estatística dos parâmetros. Os resultados mostraram que os nanofluidos de zinco possuem taxas máximas de resfriamento inferiores as da água, porém apresentam os menores tempos de resfriamento. A partir dos dados e resultados obtidos da análise estatística por meio de um planejamento de experimentos, DOE, observou-se que o parâmetro que mais afeta a máxima taxa de resfriamento é a temperatura de banho da solução, seguido pela concentração de nanopartículas e pela combinação da concentração das nanopartículas com a agitação do banho.

Palavras-chave: Nanofluido. Planejamento de experimentos (DOE). Coeficientes de transferência de calor. Têmpera.

ABSTRACT

AQUARELI, M. **Study of zinc oxide nanofluids and statistical analysis of parameters.** 2018. 67f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2018.

Quenching of steels is one of the oldest and most widely used heat treatments in the metallurgical industry. Such treatment consists in heating a metal component at the austenitization temperature and cooling it fast by immersing the metal in a cooling fluid or quenchant in a much lower temperature, in order to form a martensitic microstructure and improve the hardness and mechanical strength of the metal component. Thus, the present work analyzed the performance of a zinc oxide nanofluid as a quenchant, characterizing it and evaluating its performance in different concentrations (0.01%vol, 0.05%vol, 0.10%vol), different bath temperatures (25°C, 35°C, 45°C) and different agitations (0rpm, 500rpm, 800rpm) by means of a comparison with distilled water in the same situations. In order to determine the parameters (concentration of nanoparticles, temperature and agitation of the bath) effects on the maximum cooling rates obtained from the curves and cooling rates and the interactions between these parameters, a statistical analysis, through a design of experiment (DOE), was carried out. For this, the following procedures were performed: characterization of the zinc oxide nanoparticles; preparation of cooling nanofluids; analysis of nanoparticles deposition after quenching; lifting of cooling curves; calculation of heat transfer coefficients; and statistical analysis of the parameters. The results showed that zinc nanofluids have lower cooling rates than water, but also have the shortest cooling times. From the data and results obtained by the statistical analysis through a design of experiments, it was observed that the parameter that affects the maximum cooling rates the most is the bath temperature of the solution, followed by the concentration of nanoparticles and the combination of the concentration of the nanoparticles with the stirring of the bath.

Keywords: Nanofluid. Design of experiment (DOE). Heat transfer coefficient. Quenching.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Diagrama TTT de um aço 4130.	22
Figura 2 – Mecanismo de Resfriamento.	24
Figura 3 – Difratoograma do pó de Al antes da moagem (a) e após (b).	27
Figura 4 – Partículas de Al antes da moagem (a) e após (b).	28
Figura 5 – Nanopartículas de óxido de zinco adquiridas.	31
Figura 6 – Sistema utilizado para a captação de dados para construção das curvas de resfriamento.	35
Figura 7 – Ilustração do sistema de agitação Tensi.	35
Figura 8 – Software Minitab 18 utilizado para realizar análise estatística.	37
Figura 9 – Nanopartículas observadas através do uso de MEV.	38
Figura 10 – Tamanho de partículas dado pelo MEV.	39
Figura 11 – Possível deposição de nanopartículas sobre a superfície da sonda.	40
Figura 12 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, sem agitação.	41
Figura 13 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, sem agitação.	41
Figura 14 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 500rpm.	42
Figura 15 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 500rpm.	42
Figura 16 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 800rpm.	43
Figura 17 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 800rpm.	43
Figura 18 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, sem agitação.	45
Figura 19 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, sem agitação.	45
Figura 20 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 500rpm.	46
Figura 21 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 500rpm.	46
Figura 22 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 800rpm.	47
Figura 23 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 800rpm.	47
Figura 24 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, sem agitação.	49
Figura 25 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, sem agitação.	49

Figura 26 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 500rpm. 50

Figura 27 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 500rpm. 50

Figura 28 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 800rpm. 51

Figura 29 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 800rpm. 51

Figura 30 – Gráfico de Pareto em função da taxa de resfriamento máxima. 59

Figura 31 – Efeitos principais sobre a taxa de resfriamento..... 60

Figura 32 – Interação dos fatores na taxa de resfriamento. 61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Severidade de t�mpera de diversos meios.	22
Tabela 2 – Condutividade t�rmica de alguns materiais.	26
Tabela 3 – Formula�es dos nanofluidos.	32
Tabela 4 – Formula�es e massas para os nanofluidos de �xido de zinco (ZnO).	33
Tabela 5 – Compara�o entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentra�es e agita�es para a temperatura de 25�C.	44
Tabela 6 – Compara�o entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentra�es e agita�es para a temperatura de 35�C.	48
Tabela 7 – Compara�o entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentra�es e agita�es para a temperatura de 45�C.	52
Tabela 8 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transfer�ncia de calor nas temperaturas 200�C, 300�C e 700�C em temperatura de banho de 25�C.	54
Tabela 9 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transfer�ncia de calor nas temperaturas 200�C, 300�C e 700�C em temperatura de banho de 35�C.	56
Tabela 10 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transfer�ncia de calor nas temperaturas 200�C, 300�C e 700�C em temperatura de banho de 45�C.	58
Tabela 11 – Formula�es otimizadas para obten�o da m�xima taxa de resfriamento.	62

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
1.1 Têmpera.....	21
1.2 Mecanismos de resfriamento.....	23
1.3 Coeficiente de transferência de calor	25
1.4 Nanofluidos	26
1.4.1 Caracterização de nanofluidos.....	27
1.5 Condutividade térmica dos nanofluidos	28
1.6 Planejamento de experimentos	29
2 OBJETIVOS.....	30
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	31
3.1 Caracterização das nanopartículas de óxido de zinco	31
3.2 Preparação dos nanofluidos de resfriamento.....	32
3.3 Análise da deposição de nanopartículas após têmpera.....	34
3.4 Levantamento das curvas de resfriamento	34
3.5 Cálculo dos coeficientes de transferência de calor.....	35
3.6 Análise estatística dos parâmetros.....	36
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	38
4.1 Aquisição e caracterização das nanopartículas de óxido de zinco	38
4.2 Preparação dos nanofluidos de resfriamento.....	39
4.3 Análise da deposição de nanopartículas após têmpera.....	39
4.4 Levantamento das curvas de resfriamento	40
4.5 Cálculo dos coeficientes de transferência de calor.....	53
4.6 Análise estatística dos parâmetros.....	59
5 CONCLUSÃO	63
REFERÊNCIAS	64
ANEXO A - Propriedades termo físicas do INCONEL 600 em diferentes temperaturas.....	66
ANEXO B - Correlação entre número de Biot generalizado (Bi_v), Critério de campo de temperatura (Ψ) e número de Kondratjev (Kn).....	67

1 INTRODUÇÃO E REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

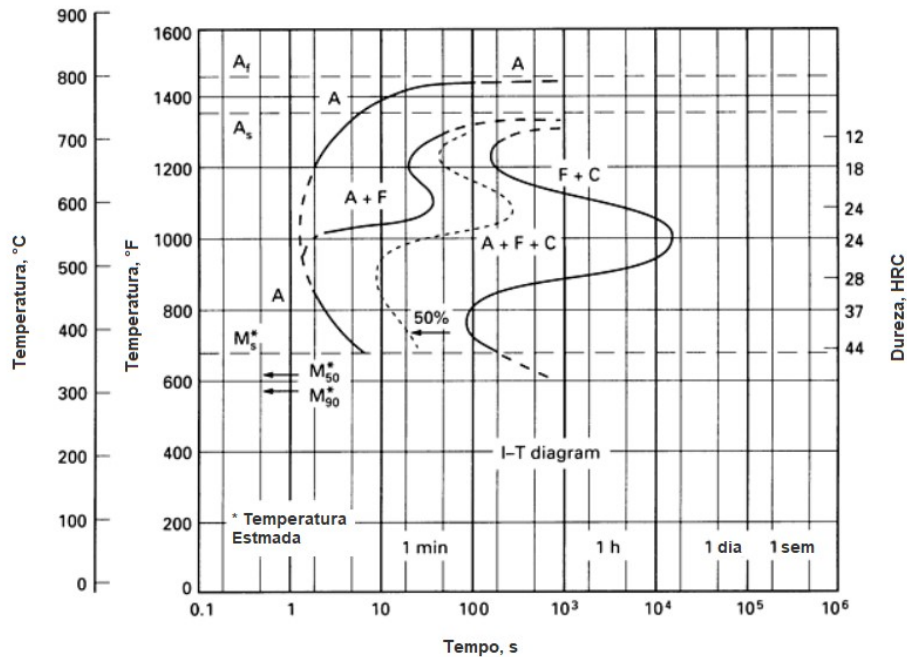
1.1 Têmpera

Os aços apresentam uma importante característica que é a possibilidade de atingir ótimas propriedades mecânicas, alinhando resistência com tenacidade, e assim serem empregados em diversos tipos de situações, as quais podem demandar propriedades mecânicas mais ou menos exigentes. Essa combinação entre resistência e tenacidade é obtida por meio da estrutura martensítica revenida e essa estrutura pode ser obtida através do tratamento térmico de têmpera seguido do revenimento. A têmpera de aços é um dos mais antigos e dos mais utilizados tratamentos térmicos na indústria metalúrgica. Tal tratamento consiste em aquecer um componente metálico a partir da temperatura de austenitização e resfriá-lo rapidamente, mergulhando-o em um fluido de resfriamento ou fluido de têmpera com uma temperatura muito menor, com o objetivo de formar uma microestrutura martensítica, elevando assim a dureza e a resistência mecânica do componente metálico. A velocidade do resfriamento, mais conhecida como taxa de resfriamento, para o sucesso da têmpera com a transformação martensítica, deve ser suficientemente alta para evitar a formação de estruturas perlíticas e bainíticas ao longo do resfriamento (SILVA; MEI, 2006).

Deve-se ainda observar que o sucesso do tratamento térmico de têmpera depende da composição do metal e do fluido de resfriamento utilizado. Por exemplo, aços com maior concentração de elementos de liga apresentam uma maior temperabilidade em relação aos aços comuns. Além disso, velocidades de resfriamento elevadas podem ocasionar distorções e trincas, enquanto velocidades baixas podem não produzir a dureza esperada ao componente. Para realizar a escolha correta do fluido de resfriamento, toma-se como base o diagrama TTT do aço a ser tratado e as características de resfriamento do fluido, como sua severidade (ASM INTERNATIONAL, 1991), representados na Figura 1 e Tabela 1.

Outros fatores que influenciam na eficácia do tratamento de têmpera são a agitação e a temperatura de banho, a concentração da solução, seja ela salina, polimérica ou alguma outra, e algumas propriedades termo-físicas, sendo que esses parâmetros influenciam diretamente na taxa de transferência de calor e no poder de extração de calor do fluido, respectivamente (TOTTEN; BATES; CLINTON, 1993).

Figura 1 – Diagrama TTT de um aço 4130.



Fonte: Adaptado de ASM International (1991).

Tabela 1 – Severidade de têmpera de diversos meios.

Meio de têmpera	Severidade de têmpera H (pol^{-1})
Óleo sem agitação	0,2
Óleo moderadamente agitado	0,5
Óleo violentamente agitado	0,7
Água sem agitação	1,0
Água fortemente agitada	1,5
Salmoura sem agitação	2,0
Salmoura fortemente agitada	5,0

Fonte: Adaptado de Silva e Mei (2006).

Estudos conduzidos por Ramesh e Prabhu (2016), analisaram a influência da concentração de partículas poliméricas em meio de resfriamento a base de água, concluindo que, para baixas concentrações poliméricas (5% a 10% em volume), o meio de resfriamento em têmpera teve formação de uma pequena camada de vapor, enquanto para maiores concentrações, a solução polimérica apresentou formação de maiores camadas de vapor. Também concluíram que o aumento da concentração de polímeros na solução, resulta em maior duração da etapa de ebulição nucleada. Outros pontos destacados nesse artigo foram que para soluções de resfriamento contendo polímeros, a temperatura do banho proporciona, com seu aumento, uma diminuição da severidade de têmpera e, conseqüentemente, uma redução nas taxas de resfriamento e maior tempo de resfriamento, enquanto a agitação do banho proporciona o efeito oposto, ou seja, com o aumento da agitação, o filme polimérico é

rompido rapidamente, favorecendo a troca de calor com a superfície quente do metal, assim resulta em maior severidade de têmpera e maiores taxas de resfriamento (RAMESH; PRABHU, 2016). Comportamento similar foi encontrado no trabalho conduzido por Joseph e Ferdinand, quando analisar o efeito da adição de argila em soluções aquosas para realização de têmpera, analisando que para concentrações de 2% e 4% de argila, as amostras metálicas de aço 0,45% carbono temperadas, apresentaram uma melhora significativa em suas propriedades mecânicas quando comparadas àquelas temperadas apenas em água, mas ao aumentar a concentração de argila presente na solução, as amostras temperadas apresentaram propriedades inferiores àquelas obtidas pela têmpera em água (OGHENEVWETA; ASUKE, 2015).

Outro estudo realizado por Taraba et al, analisou a influência da agitação do banho em ensaios de têmpera realizados com óleo ISORAPID 277HM. Nesse estudo foram realizados sete ensaios de têmpera, um deles sem agitação e os outros com diferentes condições de agitação do banho. Assim concluiu-se, por meio de análises gráficas das taxas de resfriamento e por meio dos coeficientes de transferência de calor, que um aumento na agitação da solução desses óleos para têmpera, resulta em maiores taxas de resfriamento, menor formação de camada de vapor e maiores coeficientes de transferência de calor (TARABA et al., 2012)

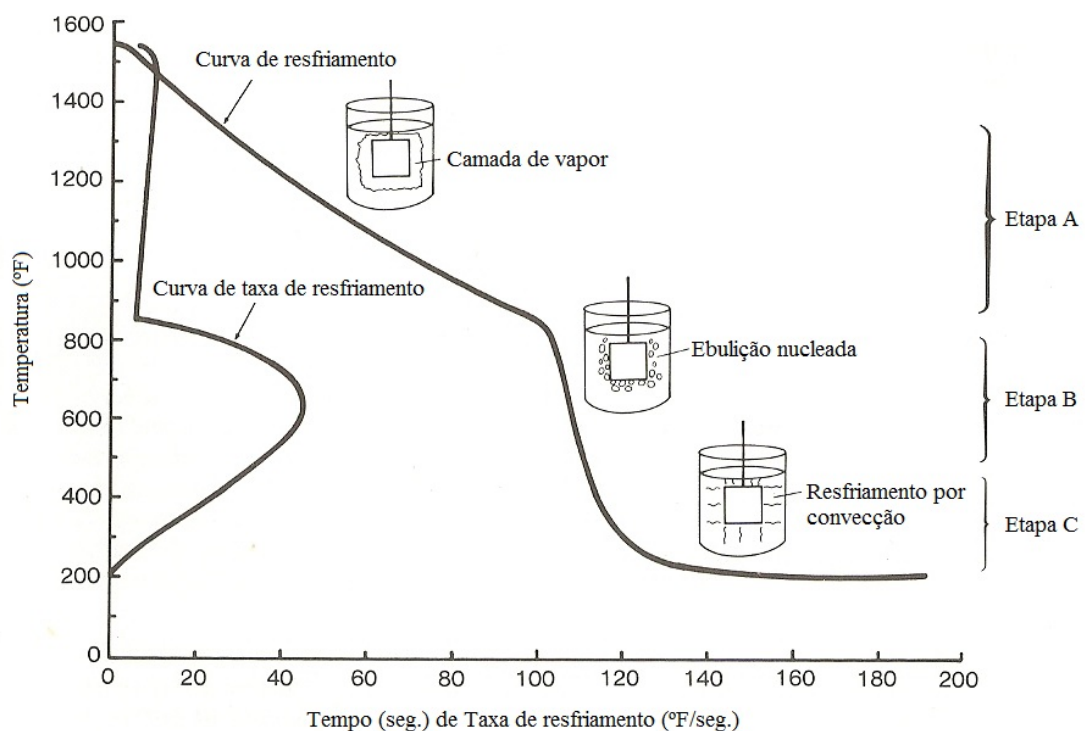
Prabhu e Ramesh (2014), também conduziram um estudo no qual foram avaliados diferentes fluidos de resfriamento (água, soluções salinas, soluções poliméricas e óleos minerais e vegetais), e suas propriedades termo-físicas, variando entre eles as concentrações, condutividade térmica, densidade, viscosidade e tensão superficial, dada pela molhabilidade do fluido. Ao término do estudo, concluíram que: a mudança das propriedades termo-físicas da água devido à adição de sal não foi significativa, contrário ao que ocorre com a adição polimérica; os óleos (minerais e vegetais) apresentaram valores menores de condutividade térmica, densidade e tensão superficial do que os fluidos de base aquosa (água, soluções salinas e poliméricas); o tipo de fluido de resfriamento utilizado, tem grande influência no resultado das curvas de resfriamento e; fluidos que apresentaram maiores condutividades térmicas, maiores tensões superficiais e menores viscosidades, resultaram em taxas de resfriamento mais elevadas ao longo do arrefecimento da sonda (PRABHU; RAMESH, 2014)

1.2 Mecanismos de resfriamento

Ao longo do resfriamento do tratamento térmico de têmpera, ocorre a presença de três fases, também conhecidas como mecanismo de resfriamento, e essas três fases são: camada de

vapor; ebulição nucleada; e resfriamento por convecção. A primeira dessas fases, denominada camada de vapor, ocorre imediatamente após o contato da superfície quente com o fluido de resfriamento. Neste momento, o fluido que cerca a peça, é aquecido a uma temperatura acima de seu ponto de ebulição, devido à grande diferença de temperatura entre o sólido e o fluido, dando assim formação a uma camada de vapor estável ao redor de toda a peça. A etapa de camada de vapor é caracterizada por uma transferência de calor baixa, que ocorre por condução e radiação do filme de vapor. Dessa forma, a maioria dos fluidos que apresentam a formação dessa camada de vapor possui taxas de resfriamento mais baixas ao longo dessa fase. Ao término da camada de vapor, inicia-se a segunda etapa ou ebulição nucleada, que tem origem quando ocorre o colapso da manta de vapor permitindo que o fluido, agora em fase líquida, entre em contato com a superfície da peça resultando em altas taxas de extração de calor. Por fim, inicia-se a terceira etapa, ou resfriamento por condução e convecção, na qual a superfície do sólido já atingiu uma temperatura insuficiente para que haja vaporização do fluido, permitindo o molhamento completo da superfície do componente de aço e a taxa de resfriamento diminui. A Figura 2 ilustra este mecanismo de arrefecimento e a taxa de resfriamento versus temperatura (PRABHU; JAGANNATH, 2009; SILVA; MEI, 2006; TOTTEN; BATES; CLINTON, 1993).

Figura 2 – Mecanismo de Resfriamento.



Fonte: Adaptado de Prabhu (2010).

1.3 Coeficiente de transferência de calor

Uma forma de se medir a eficiência de um fluido de resfriamento é a determinação do coeficiente de transferência de calor, podendo-se obter seu valor médio ou específico para temperaturas de maior interesse. Existem vários métodos que podem ser utilizados para sua determinação, como Lumped, método inverso e Kobasko. O método mais simples e o escolhido para a determinação dos coeficientes de transferência de calor neste trabalho é o método de Kobasko (PRABHU, 2010).

Pelo método de Kobasko, determina-se o coeficiente de transferência de calor (h_k) por meio da relação entre o número de Kondratjev (K_n) e o número de Biot generalizado (Bi_v). A taxa de resfriamento (CR) encontrada por meio de dois pontos da curva de resfriamento correspondente para o tempo t_1 e t_2 é calculada por:

$$(1) CR = \frac{\ln(T_1 - T_q) - \ln(T_2 - T_q)}{t_2 - t_1}$$

Onde T_q é a temperatura do fluido de resfriamento; e T_1 e T_2 são as temperaturas da sonda nos instantes t_1 e t_2 , respectivamente. Todas as temperaturas são dadas em Kelvin (K).

Com o valor da CR, o número de Kondratjev (K_n) é calculado por:

$$(2) K_n = CR \cdot \frac{K}{\alpha}$$

Para uma sonda cilíndrica, o fator de forma K é dado por $K = R^2/5.783$, onde R é o raio e o termo α , representa a difusividade térmica da sonda Inconel 600 em dada temperatura.

A correlação entre K_n e o número Biot generalizado (Bi_v) é

$$(3) K_n = \frac{Bi_v}{(Bi_v^2 + 1.437Bi_v + 1)^{1/2}}$$

O coeficiente de transferência de calor (h_k) é calculado pelo número Biot generalizado como:

$$(4) h_k = \frac{Bi_v k V}{K A}$$

Onde k , V e A são difusividade térmica, volume da sonda e área superficial da sonda, respectivamente.

Este coeficiente é o que melhor representa o desempenho do meio de resfriamento na extração de calor da peça.

1.4 Nanofluidos

Proposto por Choi e Eastman (1995), do Laboratório Nacional de Argonne, EUA, o termo nanofluidos constitui fluidos com suspensões de partículas de tamanho nanométrico, variando de 1-100 nm e com concentração volumétrica menor que 4% (CHOI; EASTMAN, 1995). Por meio de estudos recentes, nota-se que o uso de nanofluidos em meio de resfriamentos de t mpera altera as caracter sticas t rmicas do fluido de base, at  mesmo com concentra es volum tricas de apenas 0,01% (CILOGLU; BOLUKBASI, 2011; EASTMAN et al., 2004; KIM et al., 2007; 2009a; 2009b; PRABHU; JAGANNATH, 2009; RAJESH; PRABHU, 2010; RAMESH; PRABHU, 2011). Portanto, com a adi o de uma pequena fra o desses nanofluidos em um fluido de base, e estabiliza o da dispers o, pode existir uma mudan a consider vel na condutividade t rmica e no fluxo cr tico de calor, em compara o com fluidos sem a adi o destas nanop rculas. Algumas das principais justificativas para essa melhora s o, as diferen as de condutividade t rmica do s lido em suspens o no fluido, a qual   mais elevada, e a maior  rea superficial das part culas nano em rela o  s part culas convencionais. A Tabela 2 demonstra essa diferen a de condutividade t rmica (KONDARAJU, 2009).

Tabela 2 – Condutividade t rmica de alguns materiais.

Material	Prata	Cobre	Alumina	�xido de Zinco	�gua	Etileno glicol
Condutividade T�rmica (W/m-K)	429	401	40	35	0,61	0,25

Fonte: Adaptado de Kondaraju (2009).

Analisando a Tabela 2, nota-se que fluidos de resfriamento como  gua e etileno glicol ao serem comparados com materiais cer micos e met licos, possuem baixas condutividades t rmicas.

Alguns estudos encontrados em literatura demonstram que, dependendo do tipo de nanop rculas utilizado, estas podem se depositar sobre a superf cie do material, que est  sendo resfriado nesta solu o, e que, ap s a repeti o do tratamento, por meio de t mperas consecutivas, o comportamento obtido pelo nanofluido ao longo do resfriamento   modificado, proporcionando um resfriamento acelerado. Assim, Kim e colaboradores (2009b) realizando, ensaios de t mpera consecutivos com nanofluidos de s lica e alumina, observaram que inicialmente ambas possu am fluxo de calor cr tico por volta de 450 kW/m², o que   menor do que o valor encontrado com a  gua pura, que   equivalente a 580 kW/m². Por m,

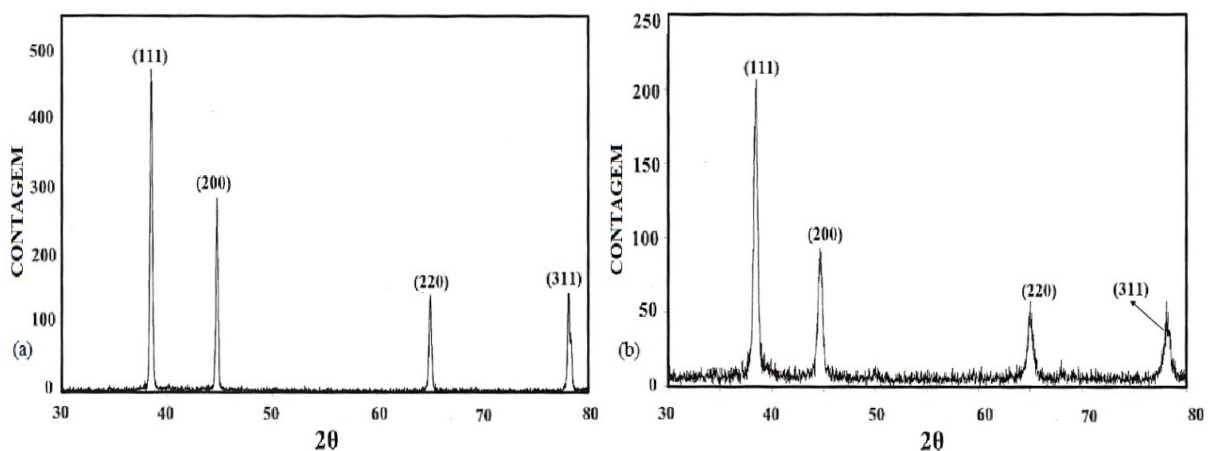
após o primeiro resfriamento, o fluxo de calor crítico, obtido com os nanofluidos, aumentou continuamente até 850 kW/m^2 , totalizando um aumento aproximado de 50%.

1.4.1 Caracterização de nanofluidos

Uma das características principais de um nanofluido é o tamanho das partículas presentes em solução, ou seja, as nanopartículas. Assim, uma verificação do tamanho dessas partículas é de suma importância para a caracterização do fluido como um nanofluido. Outro ponto importante se deve ao fato de que pequenas variações no tamanho das partículas podem proporcionar diferenças na condutividade térmica do nanofluido, visto que a área superficial da nanopartícula será variada, afetando diretamente na remoção de calor do material a ser temperado.

Essa verificação pode ser realizada de algumas formas. Uma delas é feita por meio do uso de difração de raios-X com o auxílio da equação de Debye-Scherrer, como mostrado por Rajesh e Prabhu (2010). A técnica de difratometria de raios-X é amplamente utilizada para a caracterização microestrutural de materiais cristalinos, e como suas radiações eletromagnéticas variam de 10 a $0,1 \text{ nm}$, possuem alto potencial energético para penetrar nos sólidos. Com o auxílio de um difratograma e de equações e análises de gráficos, o tamanho médio de uma partícula pode ser determinado. A Figura 3 ilustra a diminuição na contagem de ondas difratadas pela amostra, após ser submetida ao processo de moagem.

Figura 3 – Difratograma do pó de Al antes da moagem (a) e após (b).



Fonte: Adaptado de Rajesh e Prabhu (2010).

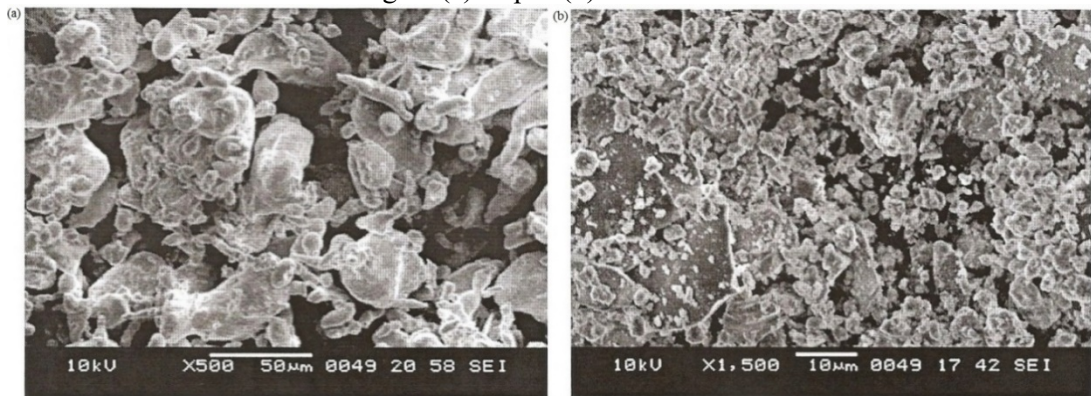
Nesse estudo, com a aplicação da equação 5 e a análise dos dados resultantes do difratograma, conclui-se que os tamanhos médios das partículas de Al foram reduzidos de 12µm para 51nm.

$$(5) D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Onde D é o diâmetro do tamanho da partícula, λ é o comprimento de onda do raio-X, β é a largura total na metade máxima e θ indica o ângulo de difração.

Outra forma de se verificar e caracterizar o nanofluido se dá por meio de uma análise em MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura), como nota-se no trabalho de Rajesh e Prabhu (2010) ilustrado na Figura 4.

Figura 4 – Partículas de Al antes da moagem (a) e após (b).



Fonte: Retirado de Rajesh e Prabhu (2010).

1.5 Condutividade térmica dos nanofluidos

Estudos recentes mostraram que uma melhora significativa na condutividade térmica dos fluidos de resfriamento pode ser obtida por meio da adição de nanopartículas dando origem aos nanofluidos (ÖZERINÇ, 2010). Este aumento na condutividade térmica é responsável pelo aumento na eficiência de transferência de calor. Foi determinado que com o uso de nanofluidos pode-se obter uma melhoria superior a 20% na condutividade térmica para uma concentração volumétrica de partículas inferior a 1%. Porém, de acordo com o estudo realizado por Lee et al (1999), a condutividade térmica da nanopartícula não é o único fator que deve ser considerado para se obter taxas de resfriamento melhores, mas deve-se considerar também o tamanho das partículas e o molhamento, visto que em seu estudo Lee e colaboradores (1999), concluiu que nanopartículas de CuO apresentaram melhores resultados do que a alumina (Al_2O_3), apesar desta possuir, como material, uma maior condutividade térmica (LEE et al., 1999).

1.6 Planejamento de experimentos

O planejamento de experimentos, mais conhecido pelas siglas DOE (*Design Of Experiment*), é uma ferramenta estatística para análise dos efeitos de fatores de entradas sobre respostas e saídas de um processo e que tem como objetivo a eficiência, por meio de uma análise pela qual se pode aprender o máximo sobre as variáveis de entrada de um processo a partir do mínimo possível de execuções. Com o DOE é possível determinar se algum fator é significativo, definir uma equação de regressão, pela qual pode-se variar os fatores de entrada de acordo com a saída desejada, otimizando e melhorando o processo analisado, além de avaliar o efeito principal que cada fator de entrada tem sobre a resposta e as interações entre os próprios fatores, isso tudo através de uma análise constituída por um experimento fatorial, no qual todas as combinações possíveis dos níveis dos fatores, para a obtenção de respostas, são investigadas (TAHARA, 2008).

2 OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivos analisar o desempenho do nanofluido de óxido de zinco como meio de resfriamento, caracterizando-o e avaliando seu desempenho em diferentes concentrações (0,01%vol, 0,05%vol, 0,10%vol), diferentes temperaturas de banho (25°C, 35°C, 45°C) e diferentes agitações (0rpm, 500rpm, 800rpm), por meio de um comparativo com água destilada nas mesmas situações.

E, a partir dos resultados obtidos das curvas e taxas de resfriamento, realizar uma análise estatística por meio de um planejamento de experimento (DOE) para determinar os efeitos dos parâmetros (concentração de nanopartículas, temperatura e agitação do banho) sobre a variável de resposta (taxa máxima de resfriamento) e analisar as interações entre esses parâmetros.

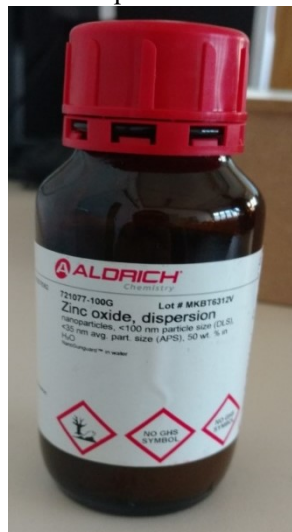
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O descritivo experimental deste trabalho foi dividido em etapas cronológicas de forma a facilitar a compreensão, assim:

3.1 Caracterização das nanopartículas de óxido de zinco

Foram adquiridas nanopartículas de óxido de zinco da empresa Sigma-Aldrich[®], em solução com água com concentração de 50% em massa e com tamanho médio de partículas, informado pelo fabricante, correspondente a $D_{50} < 35$ nm. Uma vez que o custo de aquisição dessas nanopartículas é elevado, o uso de nanofluidos em escala industrial aparenta não ser viável. Uma ilustração dessa solução pode ser vista na Figura 5.

Figura 5 – Nanopartículas de óxido de zinco adquiridas.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Para que essas nanopartículas possam representar um nanofluido, as mesmas devem ser caracterizadas de acordo com a definição do item 1.4, do presente trabalho. Assim, para a caracterização dessas nanopartículas empregou-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o intuito de avaliar se os tamanhos de partícula do nanofluido de óxido de zinco estavam de acordo com o informado pelo fabricante, visto que uma distribuição de tamanhos adequada é essencial para o controle da condutividade térmica. O modelo do microscópio utilizado foi o INSPECT F50 da marca FEI.

Para o posicionamento e análise da amostra de nanopartículas no microscópio, foi necessário obter uma amostra contendo apenas as nanopartículas de zinco. Dessa forma a solução em água foi seca através do uso de uma solução de acetona, uma placa de silício e um

assoprador térmico. Uma vez que as nanopartículas foram isoladas na amostra, a mesma foi posicionada e as imagens de microscopia foram registradas, como será analisado e discutido na parte 4, Resultados e Discussão, deste trabalho.

3.2 Preparação dos nanofluidos de resfriamento

Feita a caracterização das nanopartículas, pôde-se preparar as soluções dos nanofluidos com base nos dados de densidade e concentração da solução de nanopartículas adquirida. Assim, foram preparadas soluções de nanofluidos, com base d'água, nas concentrações volumétricas de 0,01%, 0,05% e 0,1%. Essas formulações estão representadas na Tabela 3.

Tabela 3 – Formulações dos nanofluidos.

Formulação	[Óxido de zinco] (%)	[Água destilada] (%)
1	0,01	99,99
2	0,05	99,95
3	0,10	99,90
4	0,00	100,00

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com o auxílio de uma balança de precisão e os dados do fabricante da solução concentrada de nanopartículas de óxido de zinco, foram realizados cálculos determinando as massas necessárias para a preparação dos nanofluidos. Assim, os materiais utilizados para o preparo dos nanofluidos foram:

- a) Solução de óxido de zinco:
 - Fabricante: Sigma-Aldrich®;
 - Concentração: 50% em massa de água;
 - Densidade da solução: 1,7 g/ml \pm 0,1 g/ml a 25°C;
 - Densidade do óxido de zinco: 5,61 g/ml;
 - pH: 7 \pm 0,1;
 - Tamanho médio de partículas (informado pelo fabricante): $D_{50} < 35$ nm;
- b) Água destilada (em temperatura ambiente);
- c) Béquer de 2000 ml;
- d) Pisseta;
- e) Recipiente de 2500 ml (garrafa PET);
- f) Balança de precisão;

- Max. 3200g;
- Min. 0,5g;
- $d = 0,01g$;
- $e = 0,1g$.

O procedimento de cálculo para a determinação das massas de água e da solução de nanopartículas de óxido de zinco que devem ser misturadas, está descrito a seguir. Os passos a seguir demonstram as equações utilizadas para o preparo do nanofluido de concentração volumétrica equivalente a 0,1%.

$$0,1 \text{ vol.\% de óxido de zinco de } 2 \text{ L de nanofluido} = 2 \text{ mL} = 2 \text{ cm}^3$$

$$\rho_{ZnO} = 5,61 \text{ g/cm}^3;$$

$$\rho_{ZnO}(\text{densidade}) = \frac{m_{ZnO}(\text{massa})}{v_{ZnO}(\text{volume})};$$

$$m_{ZnO} = 5,61 \cdot 2 = 11,22g \text{ de óxido de zinco (22,44g da solução de ZnO)}$$

$$\rho_{\text{Solução ZnO}} = \frac{m_{ZnO} + m_{\text{água}}}{v}; 1,7 = \frac{22,44}{v}; v_{\text{Solução ZnO}} = 13,2 \text{ mL} = 13,2 \text{ cm}^3$$

$$2 \text{ L} - v_{\text{Solução ZnO}} = v_{\text{água}};$$

$$\therefore v_{\text{água}} = m_{\text{água}} = 1986,8 \text{ g}$$

Exemplificado a metodologia de cálculo para uma das concentrações, a mesma foi realizada para as outras concentrações e os resultados das formulações estão representados na Tabela 4 com as devidas massas.

Tabela 4 – Formulações e massas para os nanofluidos de óxido de zinco (ZnO).

[Óxido de zinco] (%)	Massa da solução de ZnO (g)	Massa de água destilada (g)
0,01	2,24	1998,68
0,05	11,22	1993,40
0,10	22,44	1986,80

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com os cálculos realizados e as massas determinadas, os nanofluidos foram preparados. Para o preparo, foi primeiramente adicionado a quantidade necessária da solução de ZnO diretamente ao recipiente de armazenamento do nanofluido (garrafa PET). Ao atingir o valor desejado, a balança foi zerada e, então, adicionou-se, com o auxílio de um béquer e uma pisseta, a quantidade de água destilada necessária para completar a formulação. Preparados os nanofluidos, estes foram reservados em seus recipientes, identificados, datados e armazenados.

3.3 Análise da deposição de nanopartículas após têmpera

Após cada ensaio de têmpera realizado, a superfície da sonda era avaliada para determinar se havia, ou não, deposição das nanopartículas na superfície da sonda. Essa verificação era feita de forma visual, e é dito que ocorreu a deposição das nanopartículas, quando se observava a mudança de coloração na superfície da sonda.

Para evitar que essa possível deposição proporcionasse algum tipo de interferência sobre os resultados das curvas de resfriamento, a superfície da sonda era sempre limpa e lixada ao término de cada têmpera.

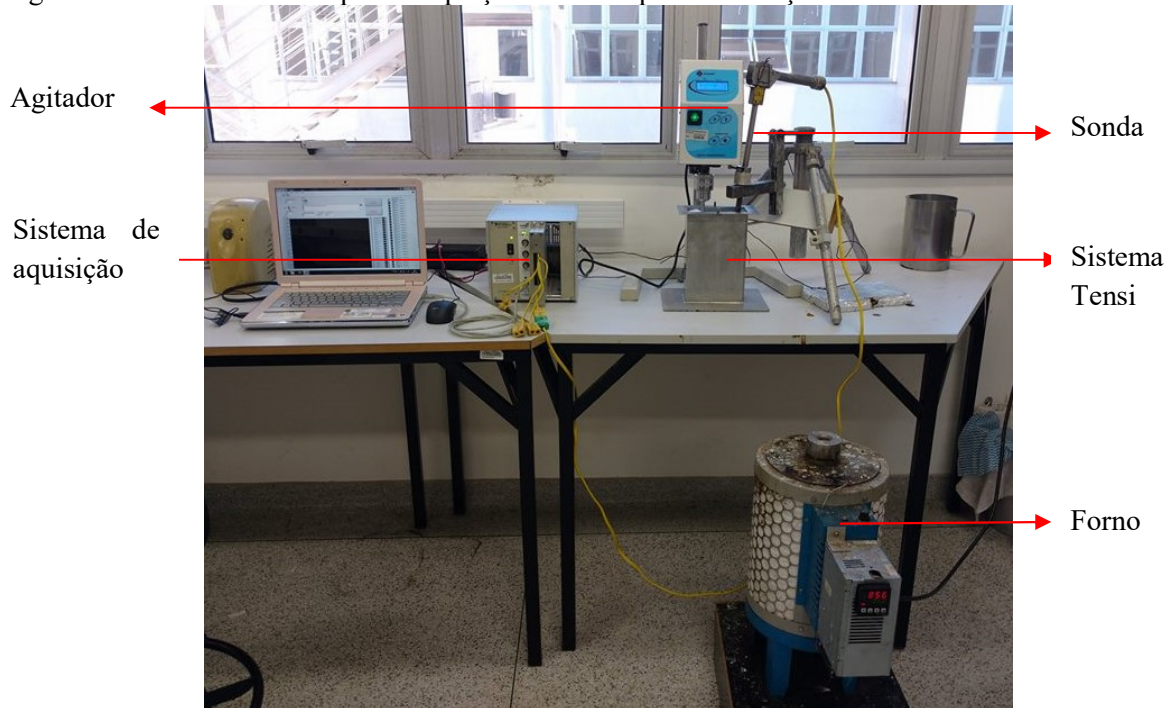
3.4 Levantamento das curvas de resfriamento

O levantamento das curvas de resfriamento foi realizado por meio do uso de uma sonda INCONEL 600 com termopar, tipo k, acoplado e do software National Instruments[®]. O procedimento de ensaio para o levantamento das curvas de resfriamento consistiu em aquecer a sonda em um forno até a temperatura de 850°C e resfriá-la no fluido de resfriamento, esse procedimento foi repetido duas vezes para cada fluido de resfriamento, e está representado na Figura 6.

As condições de resfriamento variavam com relação: à concentração dos nanofluidos (0,01%vol, 0,05%vol e 0,10%vol) de ZnO; à temperatura de banho (25°C, 35°C e 45°C) e; à agitação da solução (0rpm, 500rpm e 800rpm) por meio de um sistema Tensi, o qual consiste em um dispositivo que direciona o fluxo gerado pelo agitador, este sistema está ilustrado na Figura 7 (ASTM D6482-06 , 2016). Para os casos em que o ensaio foi realizado com agitação do banho, era utilizado um agitador mecânico acoplado ao sistema Tensi. Para o aquecimento do banho utilizou-se uma chapa.

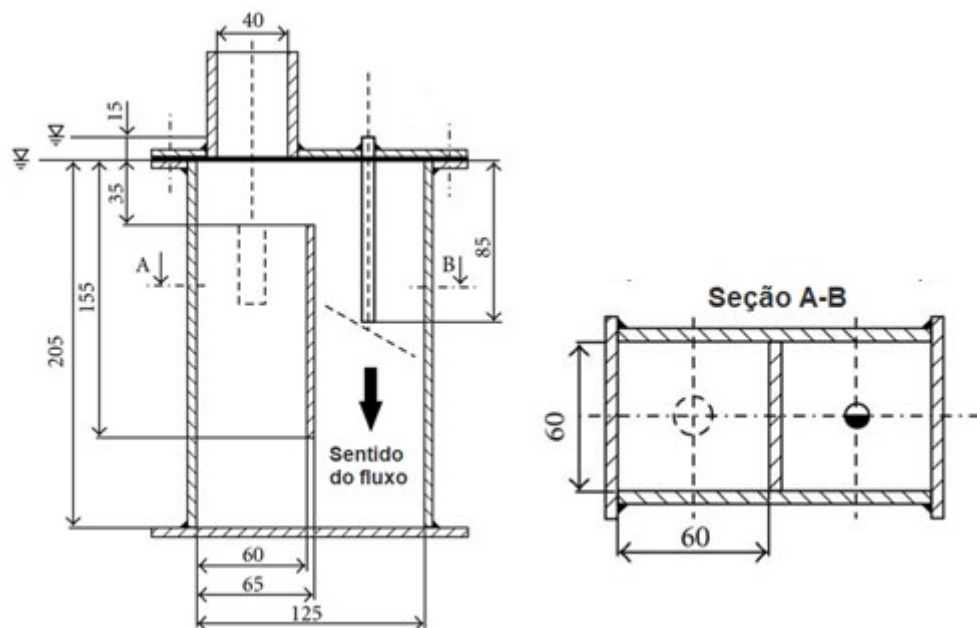
Os dados adquiridos pelo software consistiam na aquisição da temperatura x tempo durante o resfriamento. Trabalhando estes dados obtidos pelos ensaios, usando ferramentas oferecidas no Microsoft Excel é possível encontrar a taxa de resfriamento e, a partir desta levantar as curvas de taxas de resfriamento.

Figura 6 – Sistema utilizado para a captação de dados para construção das curvas de resfriamento.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 7 – Ilustração do sistema de agitação Tensi.



Fonte: Adaptado de ASTM (2016).

3.5 Cálculo dos coeficientes de transferência de calor

Os coeficientes de transferência de calor foram calculados por meio do método de Kobasko demonstrado na revisão bibliográfica deste trabalho. Assim, os cálculos dos

coeficientes de transferência de calor podem ser exemplificados por meio da determinação do coeficiente da água destilada a 25°C, com o uso de uma sonda INCONEL 600, a 700°C.

Com o auxílio da tabela no anexo A, nota-se que as propriedades termo físicas da sonda INCONEL 600 são apresentadas para diferentes temperaturas, ou seja, para a temperatura de 700°C, tem-se que a condutividade térmica e difusividade térmica da sonda são, respectivamente, 25,9W/mK e $5,6 \times 10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$.

Sabendo que o valor da taxa de resfriamento em 700°C foi de 220,508°C/s, e utilizando a seguinte equação, tem-se:

$$CR = \frac{w}{T - T_B} = \frac{220,508}{700 - 25} \rightarrow CR = 0,3267$$

Com o valor da CR, o número de Kondratjev (K_n) é calculado por:

$$K_n = CR \cdot \frac{K}{\alpha} = 0,3267 \cdot \frac{6,75 \cdot 10^{-6}}{5,60 \cdot 10^{-6}} \rightarrow K_n = 0,3938$$

Para uma sonda cilíndrica, o fator de forma K é dado por $K = R^2/5.783$, onde R é o raio e o termo α , representa a difusividade térmica da sonda Inconel 600 em dada temperatura (anexo A).

Logo, o coeficiente de transferência de calor (h_k) é calculado pelo número Biot generalizado por meio da equação 4.

Onde k, V e A são difusividade térmica, volume da sonda e área superficial da sonda, respectivamente.

$$\frac{V}{A} = \frac{R}{2} = \frac{6,25 \cdot 10^{-2}}{2} \rightarrow \frac{V}{A} = 3,125 \cdot 10^{-3}$$

Utilizando os valores da tabela localizada no anexo B, determina-se o número de Biot generalizado, como $Bi_v = 0,58$. Logo:

$$h_k = \frac{Bi_v k V}{KA} = \frac{0,58 \cdot 25,9 \cdot 3,125 \cdot 10^{-3}}{6,75 \cdot 10^{-6}} \rightarrow h_k = 6954,63 \text{ W/m}^2 \cdot \text{K}$$

3.6 Análise estatística dos parâmetros

Uma vez determinados todos os parâmetros e a taxa máxima de resfriamento, pôde-se realizar uma análise estatística via DOE, através de uma análise fatorial multinível, de forma que foram determinados os principais parâmetros que influenciaram nas taxas de resfriamento. Para isso, foi feito uso do software Minitab 18 e os parâmetros de entrada analisados foram: a agitação do banho (0rpm, 500rpm e 800rpm); a temperatura do banho (25°C, 35°C e 45°C) e; a concentração dos nanofluidos de ZnO (0,01%vol, 0,05%vol e

0,10%vol). A análise desses parâmetros foi realizada para determinação dos efeitos desses fatores sobre a taxa máxima de resfriamento e verificar se há interação entre os próprios parâmetros de entrada. O DOE foi realizado com um índice de confiança de 95% e contém duas réplicas. Uma ilustração do planejamento experimental pode ser vista na Figura 8.

Figura 8 – Software Minitab 18 utilizado para realizar análise estatística.

The screenshot displays the Minitab 18 software interface. The title bar reads "Minitab - Análise de parâmetros com relação a taxa de resfriamento.MPJ - [Session]". The menu bar includes "Arquivo", "Editar", "Dados", "Calc", "Estat", "Gráfico", "Editor", "Ferramentas", "Janela", "Ajuda", and "Assistente". The toolbar contains various icons for file operations, editing, and analysis. The main window shows a "Experimento fatorial multinível" (Multilevel Factorial Experiment) setup. A "Resumo do experimento" (Experiment Summary) box contains the following data:

Fatores:	3	Réplicas:	2
Ensaio base:	27	Total de ensaios:	54
Blocos Base:	1	Total de blocos:	1

Below the summary, it indicates "Número de Níveis: 3; 3; 3". The main title of the analysis is "Regressão Fatorial Geral: Taxa de Resfriamento Máxima ... da solução" (General Factorial Regression: Maximum Cooling Rate ... of the solution). Under "Informações dos Fatores" (Factor Information), a table lists the factors, their levels, and values:

Fator	Níveis	Valores
Agitação do banho	3	0; 500; 800
Temperatura do banho	3	25; 35; 45
Concentração da solução	3	0,01; 0,05; 0,10

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Os resultados dessa análise podem ser encontrados no item 4.6 desta pesquisa.

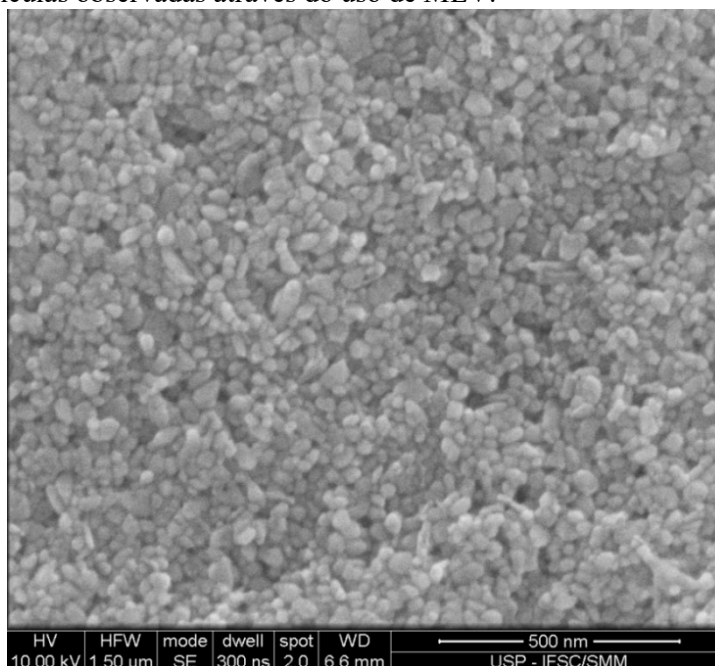
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Assim como foi dividida a parte de metodologia experimental, os resultados e discussões deste trabalho serão apresentados separados e também em ordem cronológica.

4.1 Aquisição e caracterização das nanopartículas de óxido de zinco

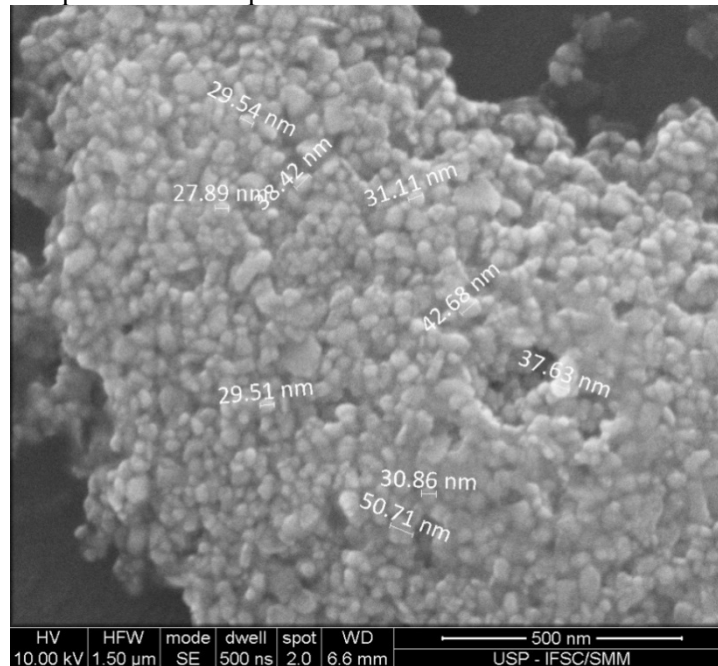
Esta etapa consistiu basicamente na análise do tamanho das nanopartículas de óxido de zinco com objetivo de confirmar os dados informados pelo fabricante e caracterizar o fluido de resfriamento que foi preparado como um nanofluido. Para essa análise e caracterização, com o auxílio de MEV, foram feitas imagens das nanopartículas. A primeira delas, representada pela Figura 9, ilustra o aspecto dessas nanopartículas por microscopia eletrônica de varredura, enquanto a segunda imagem, Figura 10, representa essas mesmas nanopartículas, porém com destaque para o tamanho das mesmas, assim pode-se determinar que o tamanho médio das partículas é equivalente a $D_{50} < 35\text{nm}$, confirmando as características informadas pelo fabricante e permitindo a formulação de um nanofluido, uma vez que respeitas a condição de que as partículas utilizadas para caracterizar um nanofluido devem ter tamanho correspondente ao intervalo de 1 – 100nm.

Figura 9 – Nanopartículas observadas através do uso de MEV.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 10 – Tamanho de partículas dado pelo MEV.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

4.2 Preparação dos nanofluidos de resfriamento

Como esta etapa não produz resultados, uma vez que consiste apenas na preparação dos nanofluidos, não será muito discutida, mas um ponto que foi observado após a preparação dos nanofluidos foi que uma vez que estes ficam parados, após algum tempo (aproximadamente uma semana), nota-se que uma boa parte das nanopartículas decanta no fundo do recipiente em que o nanofluido está armazenado, porém ao agitar a solução, as nanopartículas se dispersam e unem-se ao fluido novamente.

4.3 Análise da deposição de nanopartículas após têmpera

Observou-se que após a realização da têmpera ocorria certo branqueamento em algumas regiões da sonda que poderia representar uma possível deposição de nanopartículas de óxido de zinco, como ilustrado na Figura 11. Além disso, notou-se que ao realizar um ensaio de calibração da sonda, após a realização de têmpera com nanofluido, a mesma apresentava resultados fora do esperado, mas ao se remover essa possível deposição de nanopartículas da superfície da sonda por meio de um lixamento, a sonda apresentava os resultados esperados de acordo com literatura. Assim, ficou definido, que para evitar possíveis interferências nos resultados, que após cada procedimento de têmpera, a superfície da sonda deveria ser lixada para a remoção da região que aparenta estar com deposição de

nanopartículas. Uma explicação possível para esse comportamento com relação à variação da taxa de resfriamento é que, a deposição observada na superfície da sonda modifica a molhabilidade da superfície.

Figura 11 – Possível deposição de nanopartículas sobre a superfície da sonda.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

4.4 Levantamento das curvas de resfriamento

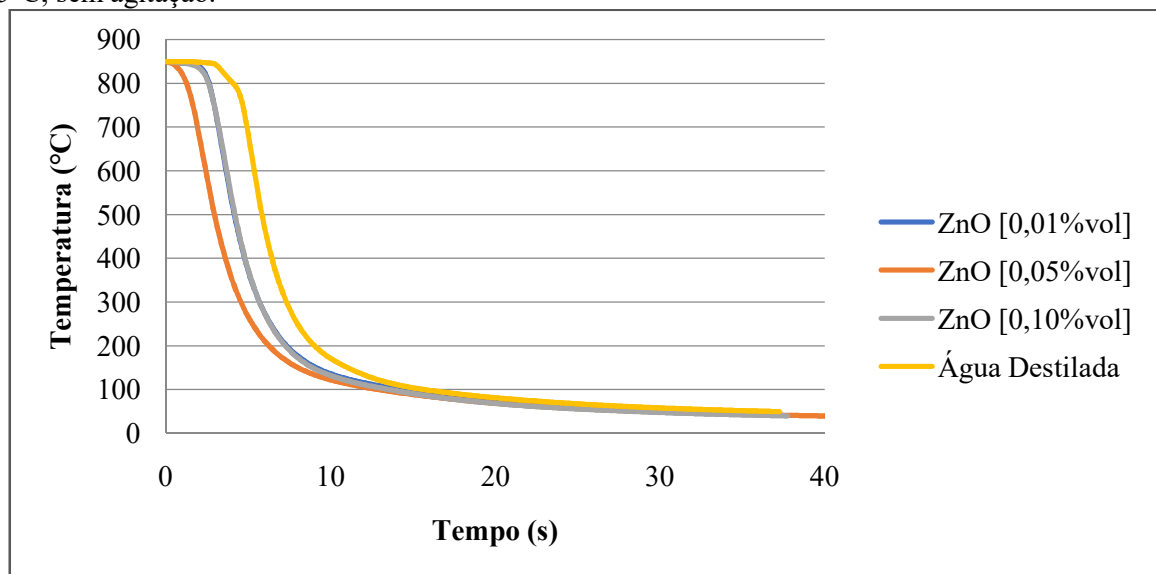
Com os dados de temperatura x tempo registrados e tratados, pôde-se traçar as curvas para o nanofluido de óxido de zinco nas diferentes condições de ensaio (concentração volumétrica de nanopartículas de 0,10%, 0,05% e 0,01%; temperatura do banho de 25°C, 35°C e 45°C e; agitação do banho de 0rpm, 500rpm e 800rpm). No caso das curvas para a água destilada, variou-se apenas a temperatura e agitação do banho, nos mesmos níveis em que foram feitos os ensaios com nanofluidos.

As Figuras 12 a 17 representam as curvas de resfriamento e as taxas de resfriamento para os fluidos em temperatura de banho de 25°C nas diferentes concentrações e agitações.

Ao analisar, primeiramente, as curvas com temperatura de banho de 25°C e sem agitação, pode-se observar na Figura 12, que o nanofluido de óxido de zinco na concentração de 0,05%vol apresenta um resfriamento mais rápido do que as outras soluções e se nota ainda que, de acordo com a curva, a água é o meio de resfriamento que proporciona o resfriamento mais lento da solução, ainda que as curvas sejam bem próximas. Já ao analisar as curvas da Figura 13, nota-se que o meio de resfriamento que apresenta uma maior taxa de resfriamento é a água, seguido dos nanofluido de óxido de zinco nas concentrações de 0,01%vol, 0,10%vol e 0,05%vol. Analisando as curvas de forma mais crítica, é possível verificar na Figura 13 a formação de uma camada de vapor na têmpera em água e comparando com os resultados das

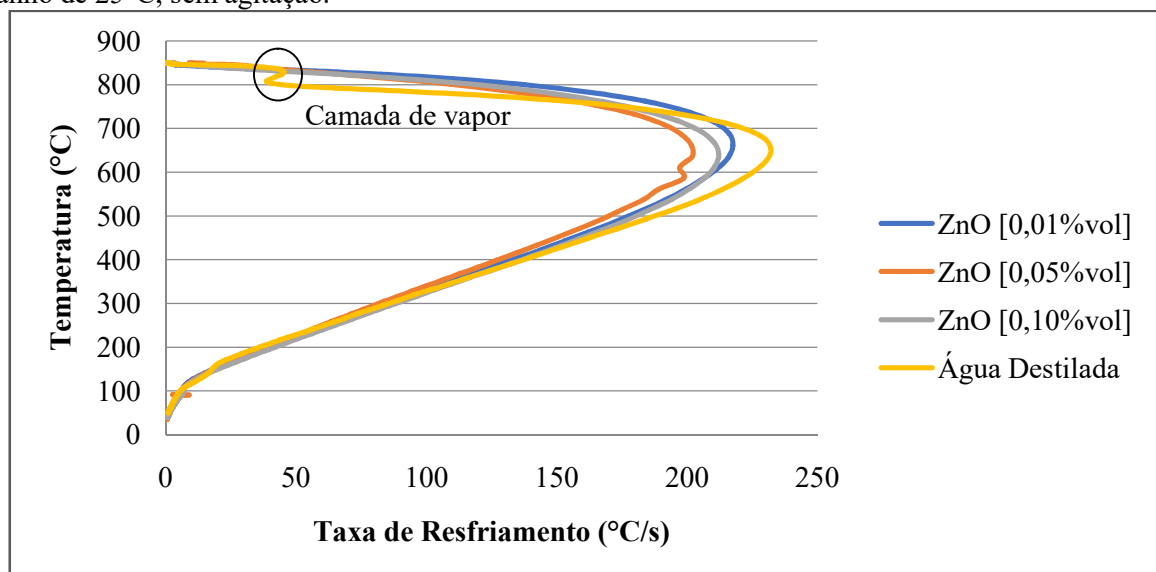
curvas vistas na Figura 12 pode-se concluir que apesar da maior taxa de resfriamento da água, a formação da camada de vapor interfere no tempo total do resfriamento. Como consequência disso, os nanofluidos, apesar de apresentarem as menores taxas máximas de resfriamento, atingiram as temperaturas de transformação martensítica (300°C – 200°C, faixa de temperatura na qual ocorre a transformação martensítica para os aços carbono comerciais com concentrações de carbono inferiores a 0,4%) em menor tempo do que a água.

Figura 12 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, sem agitação.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

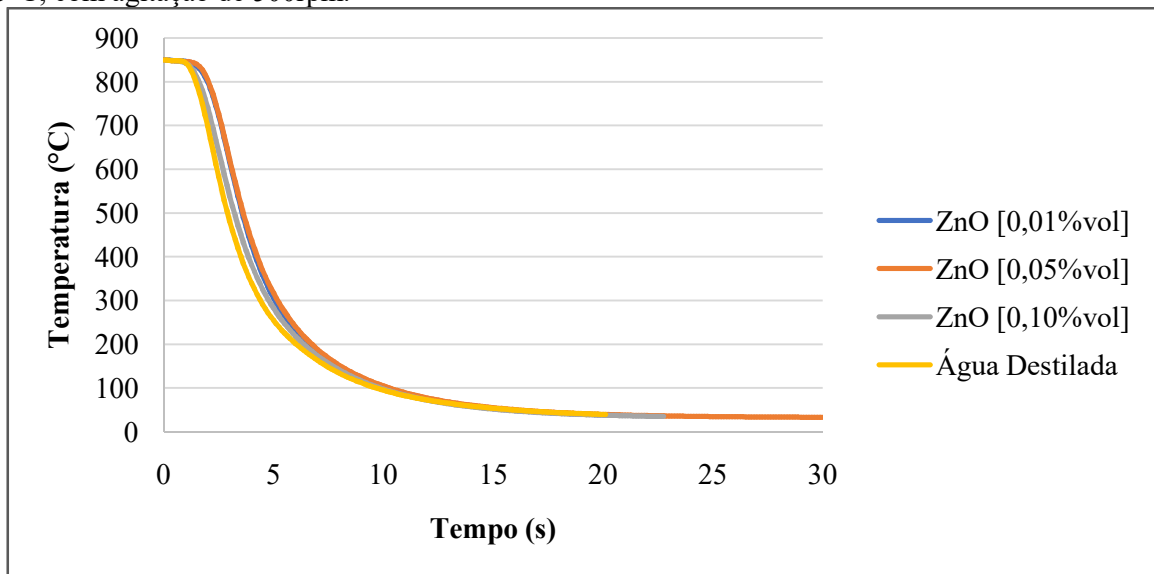
Figura 13 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, sem agitação.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

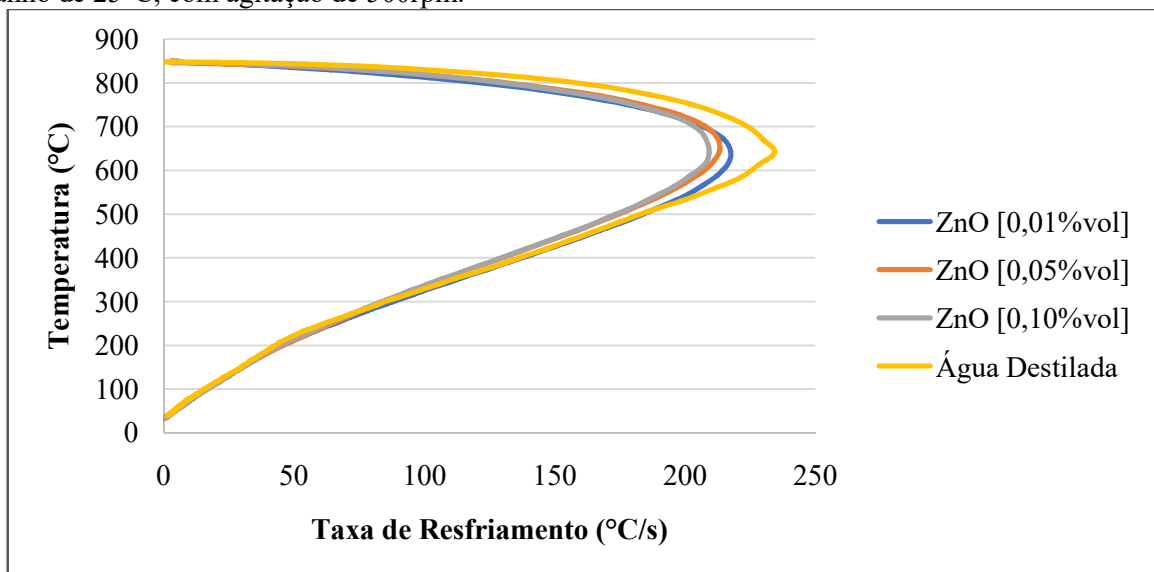
Nas curvas de resfriamento apresentadas nas Figuras 14 e 15, destaca-se que o tempo de resfriamento das soluções é muito próximo, dificultando a realização de uma análise gráfica como a feita para as curvas sem agitação. Ao realizar as análises das taxas de resfriamento, observa-se que a maior taxa de resfriamento obtida pertence, novamente, à água, seguida pelos nanofluidos em ordem crescente de concentração e destaca-se que, com a presença de agitação na solução, não houve formação da camada de vapor.

Figura 14 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 500rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

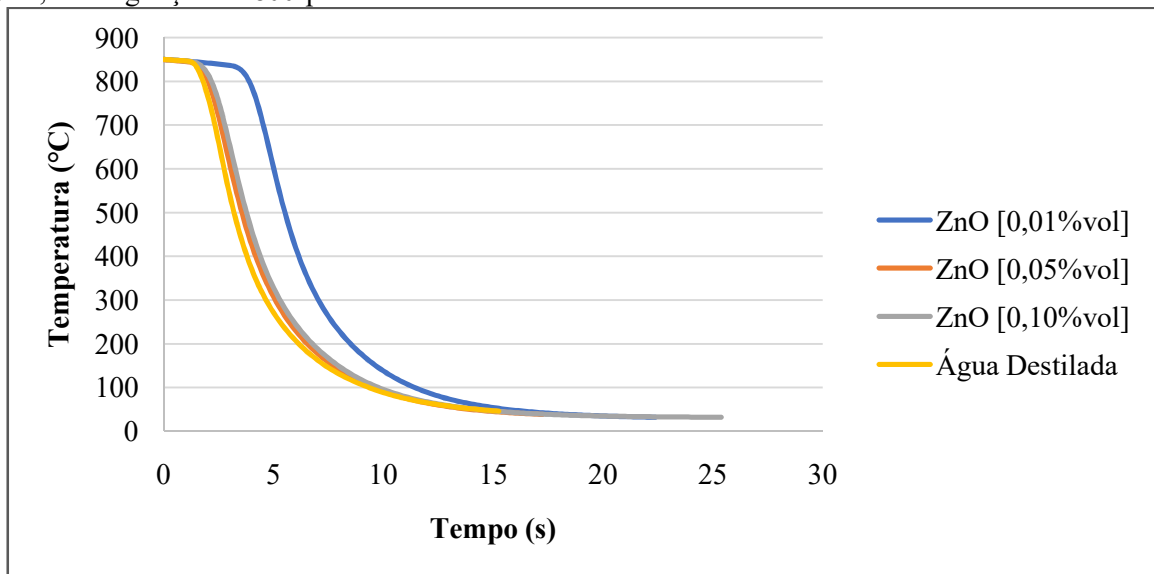
Figura 15 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 500rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

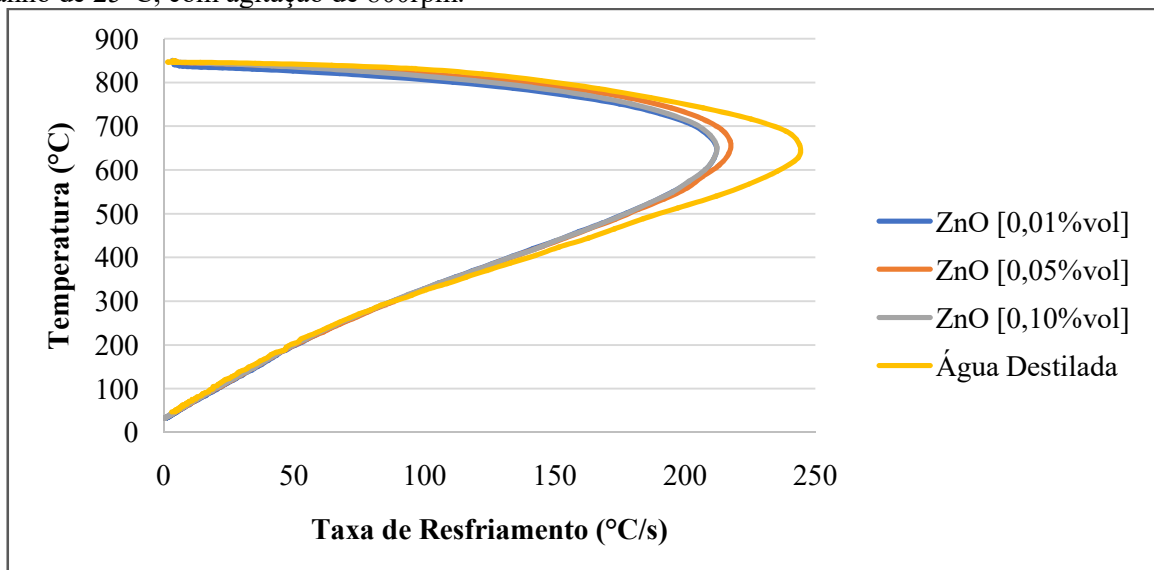
Para as curvas com agitação de 800rpm (Figuras 16 e 17) e temperatura de banho equivalente a 25°C, a água obteve mais uma vez a maior taxa de resfriamento, a qual aumentou conforme se aumentava a agitação do banho da solução. Outros pontos importantes são a ausência de camada de vapor para todas as soluções e o maior tempo de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco na concentração de 0,01%vol. Com relação às taxas de resfriamento dos nanofluidos, estes não demonstraram mudanças significativas nas suas taxas devido às agitações como será visto na Tabela 5.

Figura 16 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 17 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 25°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Tabela 5 – Comparação entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentrações e agitações para a temperatura de 25°C.

Soluções	Taxa Máxima de Resfriamento - Temperatura de banho igual a 25°C (°C/s)			Comparação com Água Destilada		
	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm
Água Destilada	235,15	234,42	243,82	100,00%	100,00%	100,00%
ZnO [0,01%vol]	211,22	211,08	210,35	89,82%	90,04%	86,27%
ZnO [0,05%vol]	198,69	207,19	211,40	84,49%	88,38%	86,71%
ZnO [0,10%vol]	210,90	204,69	203,48	89,69%	87,32%	83,46%

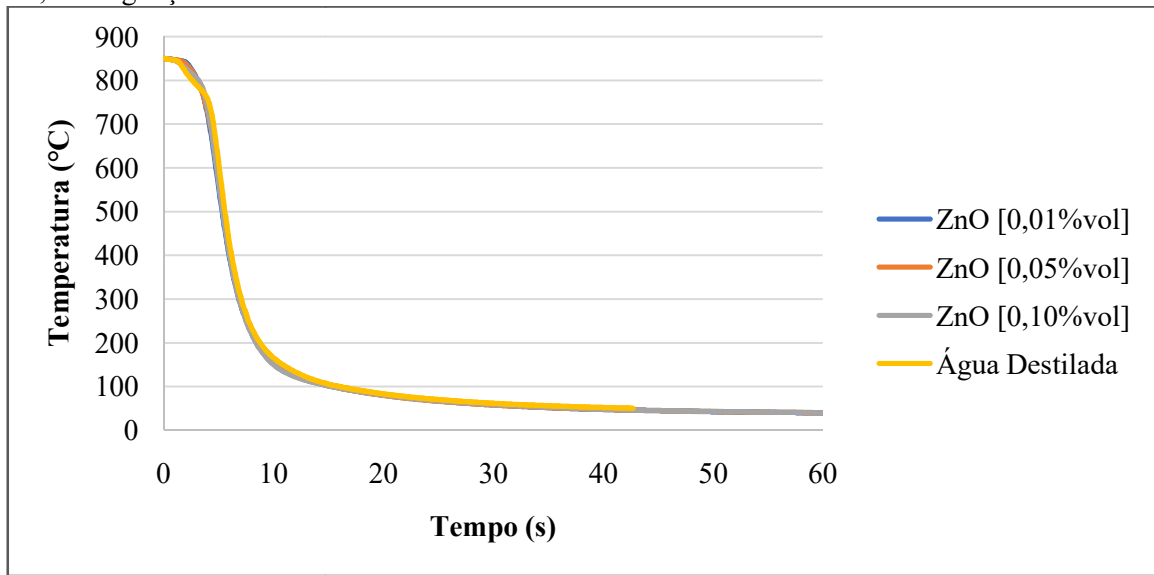
Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Analisando a Tabela 5 com as máximas taxas de resfriamento na temperatura de banho de 25°C, nota-se que os nanofluidos de óxido de zinco possuem taxas inferiores às da água e que o nanofluido de óxido de zinco [0,01%vol] possui as maiores taxas dentre os nanofluidos, indicando que, ao se aumentar a concentração de nanopartículas na solução, ocorre um decréscimo na taxa de resfriamento máxima. Já ao comparar as taxas dessa tabela, nas situações com ou sem agitação, conclui-se que para a água, o aumento da agitação para 800rpm resulta em um aumento significativo na taxa de resfriamento, porém a 500rpm ela praticamente se mantém inalterada. Ao analisar os nanofluidos, nota-se que ao se aumentar a agitação, as taxas de resfriamento não possuem um aumento significativo, com exceção do nanofluido [0,05%vol].

As Figuras 18 a 23 representam as curvas de resfriamento e as taxas de resfriamento para o fluido em temperatura de banho de 35°C nas diferentes concentrações e agitações.

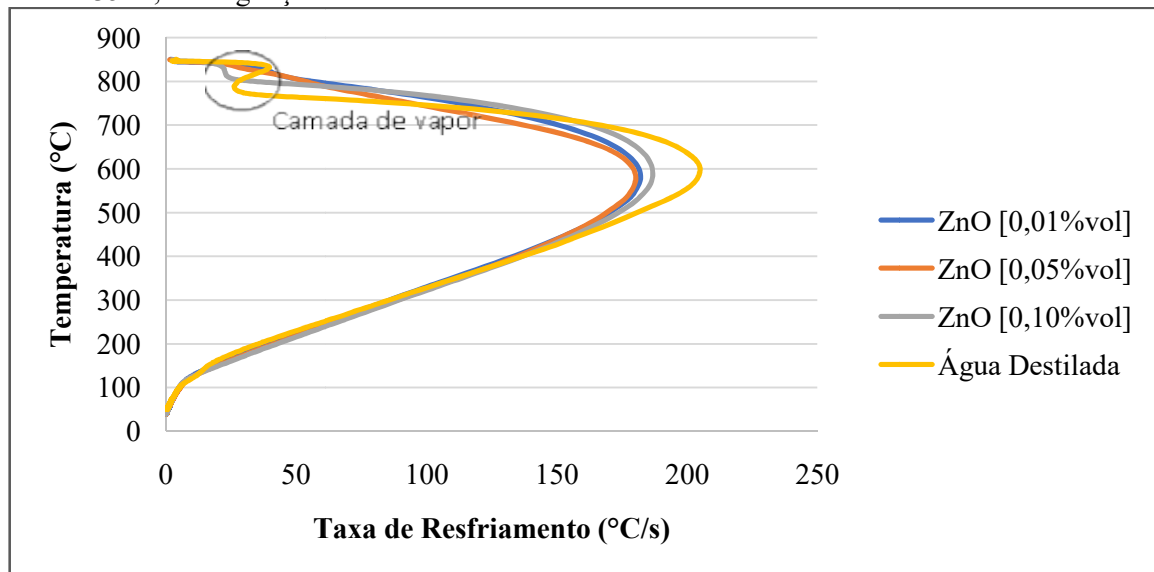
Nos ensaios sem agitação e com temperatura de banho equivalente a 35°C, as curvas obtidas na Figura 18, mostram que o decaimento da temperatura em função do tempo é muito similar entre os meios de resfriamento empregados, mas ao analisar a Figura 19 observa-se que as taxas máximas de resfriamento diferem significativamente entre os meios, dentre os quais a maior taxa foi apresentada pela água, seguida do nanofluido com concentração de 0,10%vol. Contudo, apesar de apresentarem as maiores taxas de resfriamento, tanto a água quanto o nanofluido [0,10%vol] apresentaram formação de camada de vapor, sendo esta mais significativa para a água. Pode-se ainda considerar que a formação da camada de vapor no nanofluido, ocorre devido ao aumento na temperatura de banho, a qual também é responsável pela diminuição dos valores das taxas de resfriamento como será visto em sequência.

Figura 18 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, sem agitação.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 19 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, sem agitação.

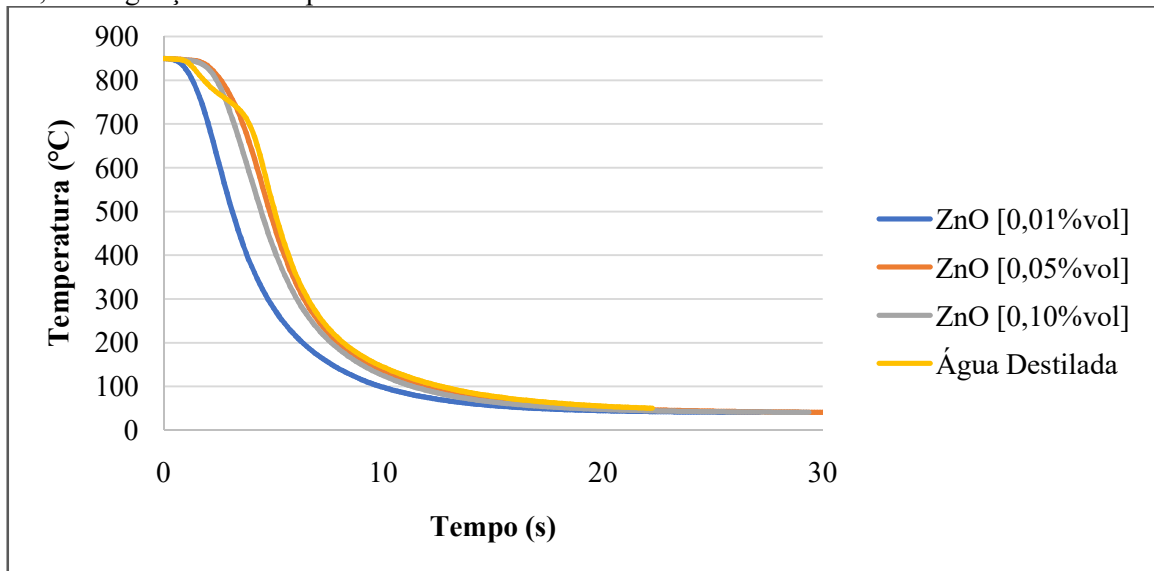


Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Ao aumentar a agitação da solução, observa-se que os tempos de resfriamento entre os meios passam a diferir e o nanofluido com concentração de 0,01%vol tem o menor tempo de resfriamento, como pode ser visto na Figura 21. Já ao analisar as curvas que fornecem as taxas de resfriamento (Figura 22), a água mantém-se como o meio que apresenta a taxa mais elevada, porém mantém, também, a formação da camada de vapor, a qual desta vez não ocorre para o nanofluido de concentração 0,10%vol, que passa a ter a menor taxa de resfriamento dentre os meios testados. Após a água, que apresenta a maior taxa de

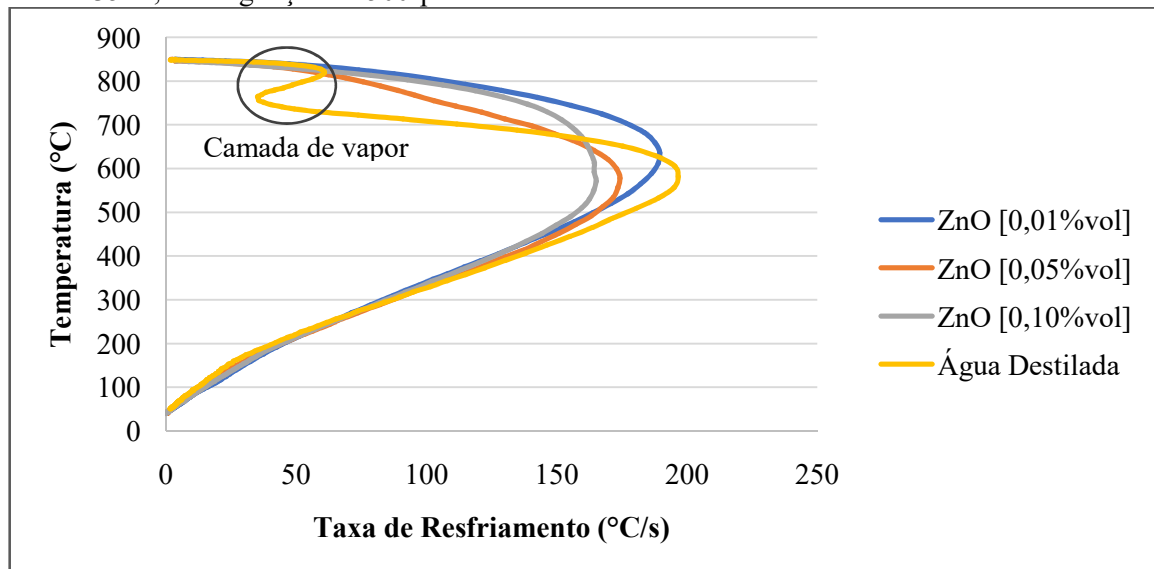
resfriamento, aparecem os nanofluidos em ordem crescente de concentração, ou seja, a segunda maior taxa de resfriamento pertence à solução com [0,01%vol] de nanopartículas de óxido de zinco.

Figura 20 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 500rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 21 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 500rpm.

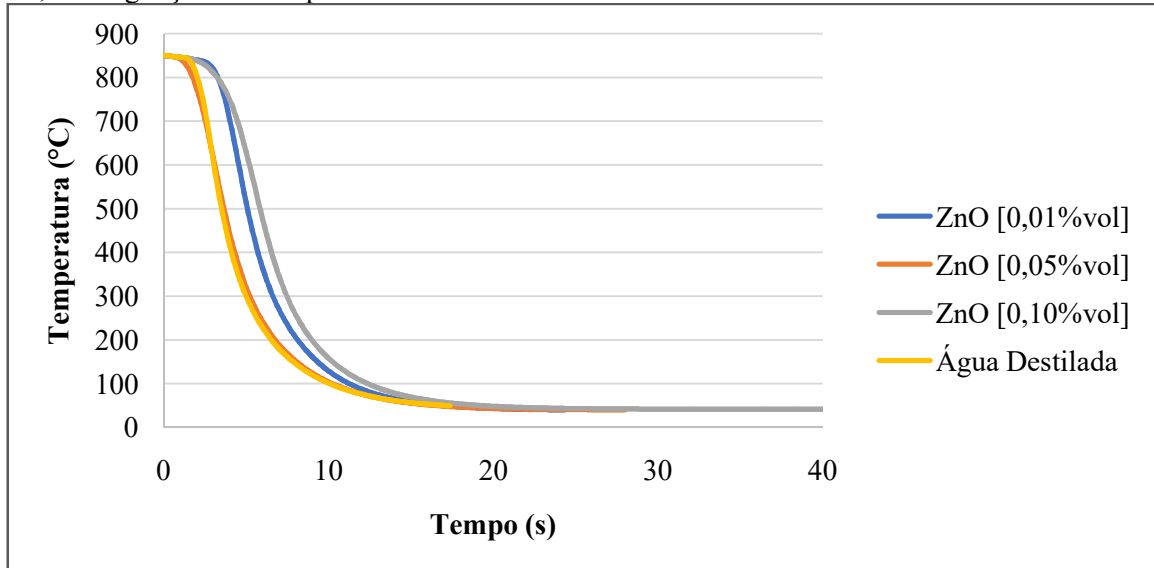


Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com a agitação de 800rpm em um banho a 35°C, a água passa a apresentar, além da maior taxa de resfriamento (Figura 23), o menor tempo (Figura 22), juntamente com o nanofluido [0,05%vol], e a formação da camada de vapor deixa de ocorrer devido ao aumento

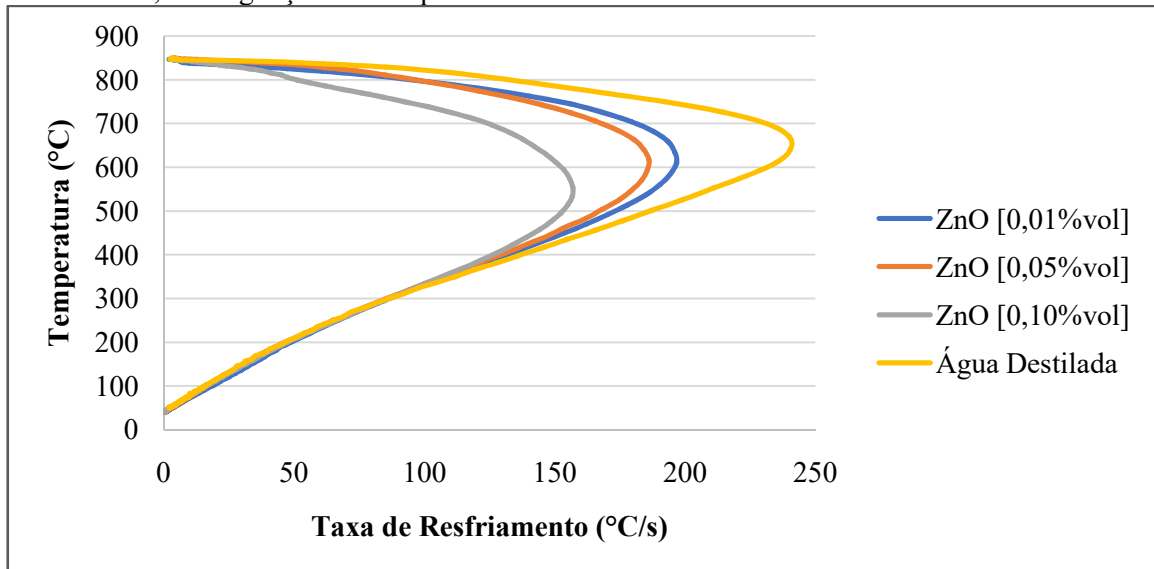
da agitação. Novamente, destaca-se que as maiores taxas de resfriamento estão distribuídas, dentre os nanofluidos, inversamente a sua concentração, ou seja, quanto menor a concentração, maior a taxa de resfriamento máxima.

Figura 22 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 23 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 35°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Tabela 6 – Comparação entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentrações e agitações para a temperatura de 35°C.

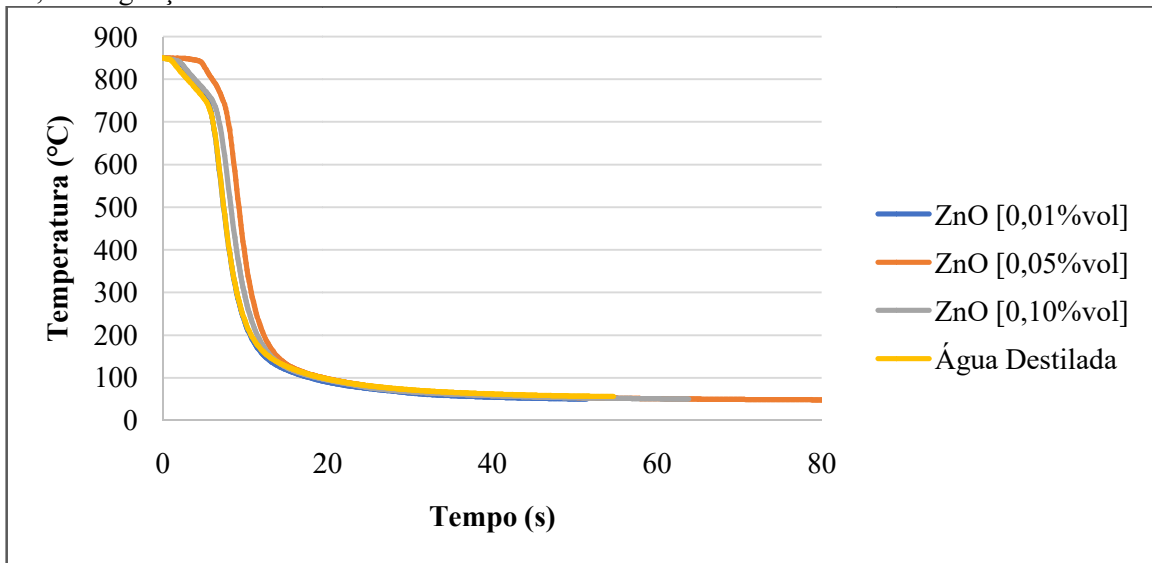
Soluções	Taxa Máxima de Resfriamento - Temperatura de banho igual a 35°C (°C/s)			Comparação com Água Destilada		
	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm
Água Destilada	204,31	196,65	240,36	100,00%	100,00%	100,00%
ZnO [0,01%vol]	180,96	183,54	189,07	88,57%	93,34%	78,66%
ZnO [0,05%vol]	174,09	172,45	185,76	85,21%	87,70%	77,29%
ZnO [0,10%vol]	182,22	158,05	155,05	89,19%	80,37%	64,51%

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Portanto, ao analisar a Tabela 6 com as máximas taxas de resfriamento na temperatura de banho de 35°C, observa-se, mais uma vez, que os nanofluidos de óxido de zinco possuem taxas inferiores às da água e que o nanofluido de óxido de zinco [0,01%vol] possui as maiores taxas dentre os nanofluidos, demonstrando, novamente, que ao se aumentar a concentração de nanopartículas na solução ocorre um decréscimo na taxa de resfriamento máxima. Já ao comparar as taxas dessa tabela, nas situações com ou sem agitação, conclui-se que para a água, o aumento da agitação resulta em um aumento significativo na taxa de resfriamento 800rpm, porém a 500rpm ela não sofre mudança significativa, permanecendo praticamente inalterada. Ao analisar os nanofluidos, nota-se que ao se aumentar a agitação, as taxas de resfriamento para os nanofluidos [0,01%vol] e [0,05%vol] também apresentam um aumento na taxa, mas o nanofluido [0,10%vol] tem comportamento oposto, ou seja, com o aumento da agitação da solução, a taxa de resfriamento é reduzida significativamente. Comparando ainda com a temperatura de banho de 25°C, observa-se que são apresentadas as menores taxas de resfriamento para a temperatura de 35°C, podendo-se concluir que com o aumento da temperatura de banho ocorre uma diminuição na taxa de resfriamento.

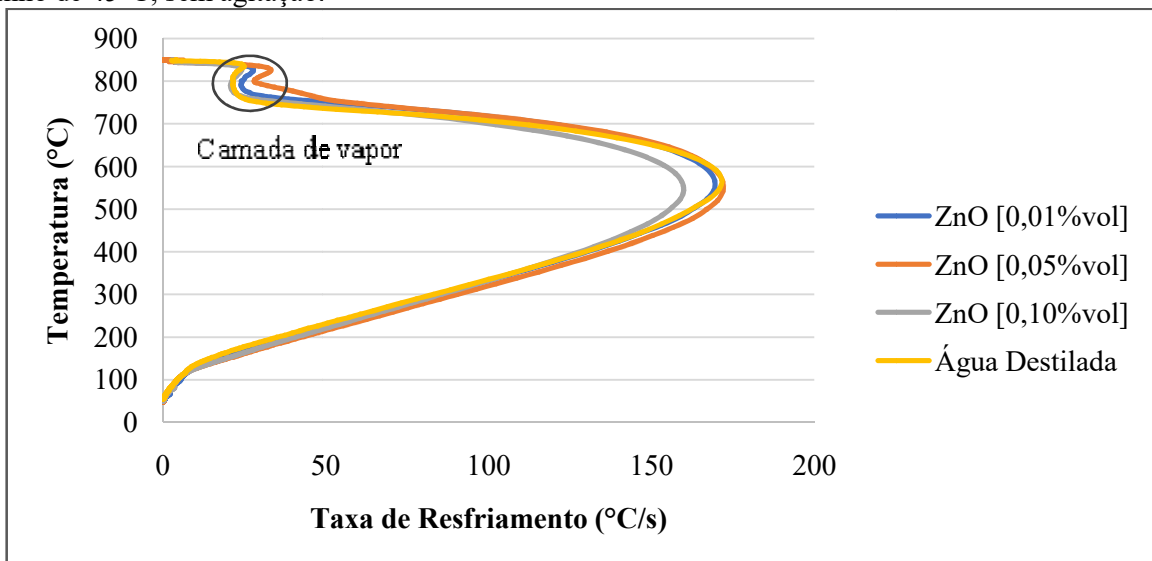
As Figuras 24 a 29 representam as curvas de resfriamento e as taxas de resfriamento para os fluidos em temperatura de banho de 45°C nas diferentes concentrações e agitações.

Figura 24 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, sem agitação.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 25 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, sem agitação.

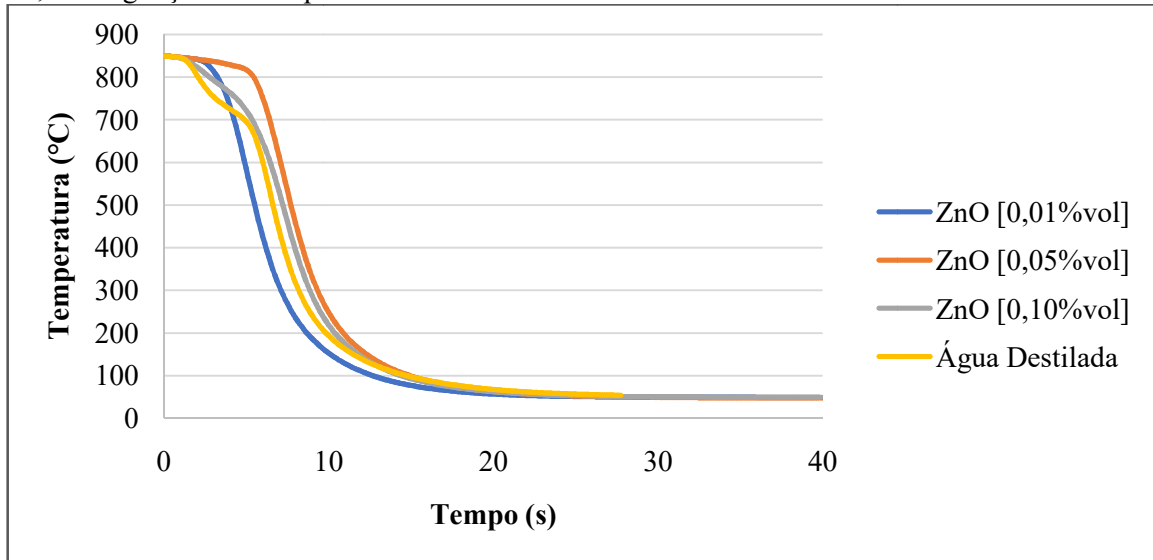


Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Os principais pontos a se destacar com a análise das Figuras 24 e 25 são os maiores tempos de resfriamento, a redução das taxas máximas de resfriamento e a formação da camada de vapor em todos os meios de resfriamento testados. Tais pontos estão diretamente relacionados com o aumento da temperatura de banho, uma vez que a base das soluções é água, seu aumento faz com que se aproxime de sua temperatura de ebulição, facilitando a formação da camada de vapor e resultando em resfriamentos mais lentos e com menores taxas de resfriamento.

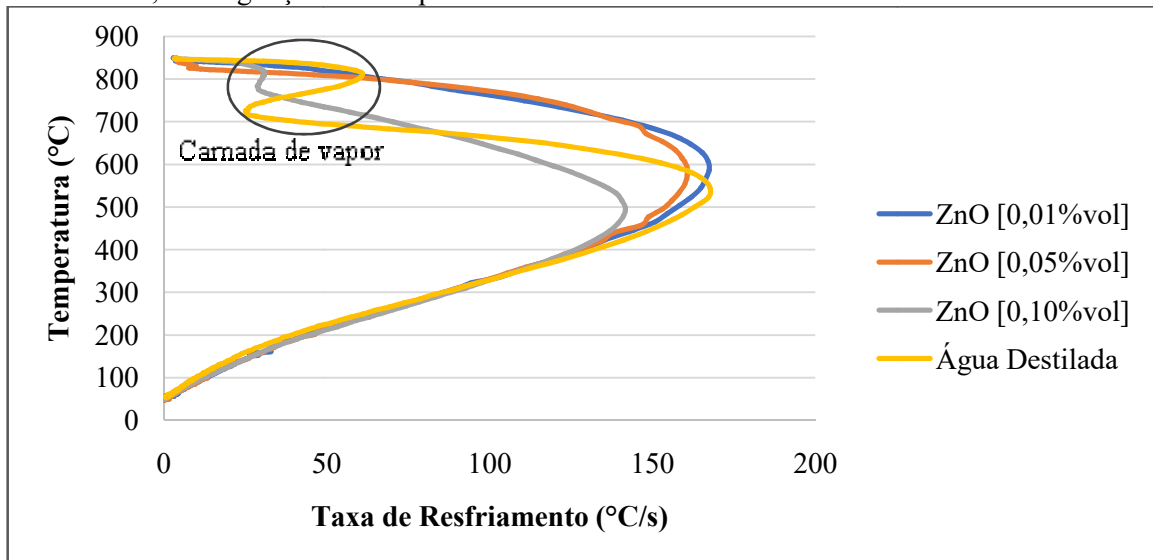
Com relação às taxas de resfriamento observadas na Figura 25, nota-se que os nanofluidos com [0,01%vol] e [0,05%vol] tem taxas muito próximas às da água, enquanto o nanofluido com [0,10%vol] apresenta a menor delas.

Figura 26 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 500rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 27 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 500rpm.

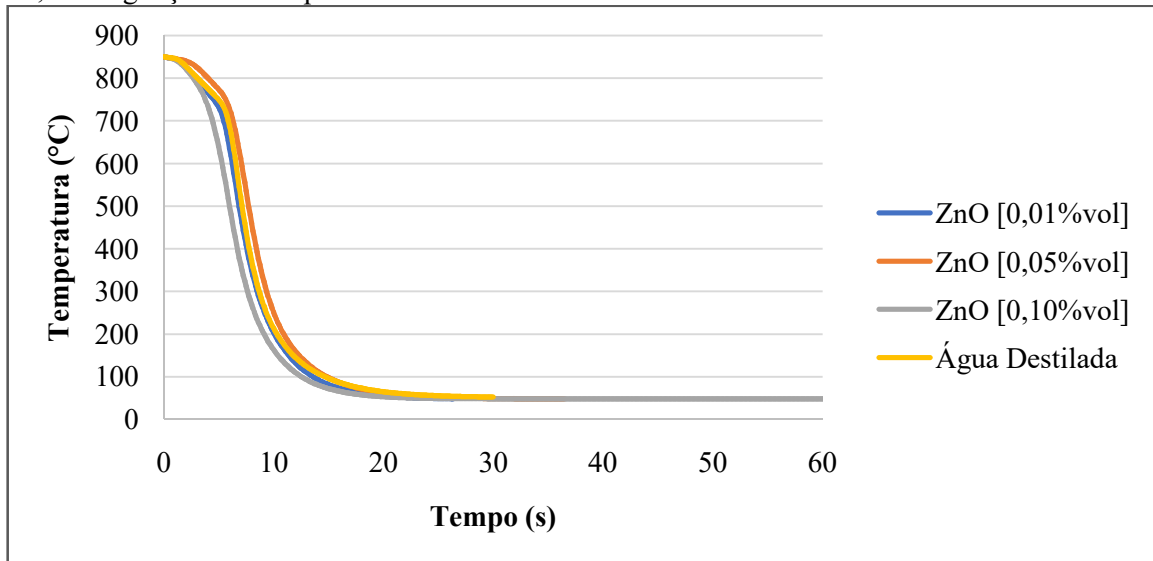


Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com o aumento da agitação o nanofluido com [0,01%vol] passa a ter o menor tempo de resfriamento (Figura 26) e, juntamente com o nanofluido de [0,05%vol] deixam de apresentar a formação da camada de vapor. Já comparando as taxas de resfriamento (Figura 27), a água ainda apresenta a maior taxa máxima, mas isso ocorre apenas com temperaturas

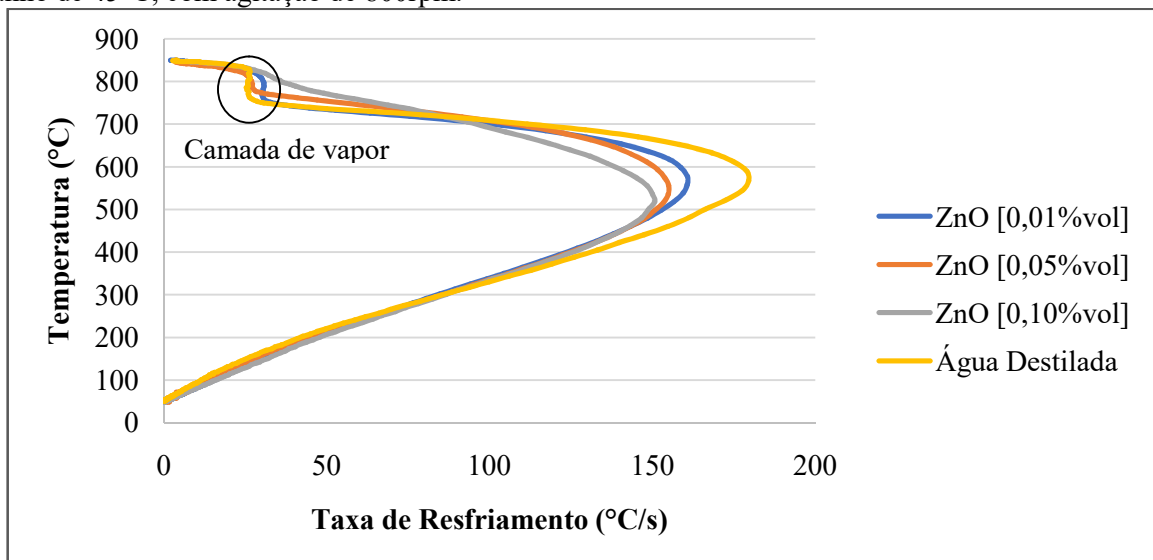
em torno de 500°C e 600°C, enquanto os nanofluidos de óxido de zinco nas concentrações de 0,01%vol e 0,05%vol apresentam taxas de resfriamento próximas às da água, mas em temperaturas mais elevadas, função da camada de vapor mais prolongada apresentada pela água.

Figura 28 – Curva de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 29 – Curva para a taxa de resfriamento para o nanofluido de óxido de zinco a temperatura de banho de 45°C, com agitação de 800rpm.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com o aumento da agitação e analisando as Figuras 28 e 29, a máxima taxa de resfriamento continua pertencendo à água, porém as diferenças nas curvas passam a ser mais visíveis, de forma que com o aumento da agitação, as taxas máximas obtidas para os

nanofluidos são reduzidas, comportamento oposto ao que acontece com água, na qual o aumento da agitação proporciona um aumento na taxa de transferência de calor devido ao rápido contato que ocorre entre o líquido e a superfície da peça com uma taxa volumétrica alta de líquido, enquanto no caso dos nanofluidos a agitação proporciona uma maior adesão das nanopartículas na superfície da sonda devido à movimentação de um maior volume de solução, assim, as nanopartículas aderem à superfície e dificultam a troca de calor.

Tabela 7 – Comparação entre as taxas de resfriamento nas diferentes concentrações e agitações para a temperatura de 45°C.

Soluções	Taxa Máxima de Resfriamento - Temperatura de banho igual a 45°C (°C/s)			Comparação com Água Destilada		
	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm	Sem agitação	Com agitação de 500 rpm	Com agitação de 800 rpm
Água Destilada	169,72	167,73	179,55	100,00%	100,00%	100,00%
ZnO [0,01%vol]	161,77	160,69	156,00	95,31%	95,81%	86,88%
ZnO [0,05%vol]	164,62	155,60	153,44	96,99%	92,77%	85,45%
ZnO [0,10%vol]	157,60	137,45	146,47	92,86%	81,95%	81,57%

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Analisando a Tabela 7 com as máximas taxas de resfriamento na temperatura de banho de 45°C, nota-se, mais uma vez, que os nanofluidos de óxido de zinco possuem taxas inferiores às da água e que o nanofluido de óxido de zinco [0,01%vol] possui as maiores taxas dentre os nanofluidos, demonstrando que ao se aumentar a concentração de nanopartículas na solução ocorre um decréscimo na taxa de resfriamento máxima. Já ao comparar as taxas dessa tabela, nas situações com e sem agitação, conclui-se, novamente, que para a água, o aumento da agitação a 800rpm resulta em um aumento significativo na taxa de resfriamento, porém a 500rpm ela não sofre mudança significativa, permanecendo praticamente inalterada. Ao analisar os nanofluidos, nota-se que ao se aumentar a agitação, as taxas de resfriamento diminuem. Tal comportamento pode ser explicado devido à adesão das nanopartículas na superfície da sonda, a qual ocorre devido ao maior volume de solução que entra em contato com a superfície da sonda por causa do aumento da agitação. Comparando ainda com as outras temperaturas de banho, observa-se que na temperatura de 45°C são apresentadas as menores taxas de resfriamento, podendo-se concluir que com o aumento da temperatura de banho ocorre uma diminuição da taxa de resfriamento.

4.5 Cálculo dos coeficientes de transferência de calor

Determinado o procedimento de cálculo, os coeficientes foram calculados de acordo com as temperaturas de banho empregadas, podendo ser analisados nas Tabelas 8 a 10.

Lembrando que a partir das curvas e taxas de resfriamento, podem ser extraídos os seguintes parâmetros:

C_R = Taxa de resfriamento, a 700°C, 300°C e 200°C.

t = Tempo para atingir a temperatura de 700°C, 300°C e 200°C.

Para o tratamento térmico de têmpera em aços, tais parâmetros são de fundamental importância e a partir deles também se calcula o coeficiente de transferência de calor que estão representados nas Tabelas 8 a 10. Com o uso dessas tabelas, a comparação das taxas e dos tempos de resfriamento é facilitada.

Ao analisar a Tabela 8, pode-se concluir com relação às taxas de transferência de calor e os tempos de resfriamento, que: para as taxas de transferência de calor a 700°C, as maiores taxas são obtidas pela água e os nanofluidos vêm na sequência em ordem crescente, de forma que quanto menor a concentração de nanopartículas, maior é a taxa de resfriamento; para as taxas de transferência de calor a 300°C, a água deixa de ser predominante e os nanofluidos passam a apresentar taxas superiores ou muito próximas às obtidas pela água; o mesmo acontece para as taxas de transferência de calor a 200°C, o que é curioso, pois espera-se que os fluidos que têm maior eficiência a altas temperaturas, também provoquem um aumento na retirada de calor na faixa de transformação martensítica (300°C-200°C); com relação aos tempos de resfriamento, os nanofluidos apresentam uma transferência de calor mais eficiente e rápida do que água no casos sem agitação, já para os casos com agitação, a água passa a ter os menores tempos de resfriamento, pois suas taxas de transferência de calor tornam-se bem superiores e há ausência de camada de vapor ao longo de seu resfriamento.

Já com relação aos coeficientes de transferência de calor, a água apresenta os maiores coeficientes a 700°C sendo bem superior aos coeficientes obtidos para os nanofluidos, mas em temperaturas de 300°C, seus coeficientes são muito próximos aos dos nanofluidos (diferenças em torno de 300 W/m²K), e a 200°C, seus coeficientes são inferiores aos dos nanofluidos. Cabe destacar que comparando os coeficientes de transferência de calor a 25°C, tanto sem, quanto com agitação, à correlação entre concentração e o aumento da transferência de calor não pode ser verificada.

Tabela 8 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transferência de calor nas temperaturas 200°C, 300°C e 700°C em temperatura de banho de 25°C.

Temperatura de banho: 25°C		Cr700°C (°C/s)	Cr300°C (°C/s)	Cr200°C (°C/s)	T700°C (s)	T300°C (s)	T200°C (s)	Coeficiente de transferência de calor a 700°C (W/m ² K)	Coeficiente de transferência de calor a 300°C (W/m ² K)	Coeficiente de transferência de calor a 200°C (W/m ² K)	
Soluções	Sem agitação	Água destilada	220,51	85,57	36,30	4,89	7,35	8,79	6954,63	6067,76	3484,07
		ZnO [0,01%vol]	213,62	85,19	39,22	3,20	5,63	7,12	6628,97	5937,19	3897,18
		ZnO [0,05%vol]	193,75	81,69	38,86	1,90	4,50	6,13	5744,58	5614,61	3843,74
		ZnO [0,10%vol]	202,76	88,24	41,89	3,20	5,63	7,13	6136,18	6396,85	4302,27
	Com agitação de 500rpm	Água destilada	223,81	84,98	42,76	2,00	4,38	5,90	7117,11	5997,09	4441,43
		ZnO [0,01%vol]	206,72	88,01	45,52	2,62	5,00	6,62	6312,63	6368,70	4903,11
		ZnO [0,05%vol]	207,78	84,27	46,12	2,63	5,13	6,62	6360,52	5912,39	5009,01
		ZnO [0,10%vol]	203,18	83,70	44,92	2,19	4,75	6,25	6154,68	5846,40	4799,94
	Com agitação de 800rpm	Água destilada	233,14	88,24	48,61	2,30	4,63	5,88	7586,94	6397,17	5468,16
		ZnO [0,01%vol]	203,52	87,73	50,61	4,50	7,00	8,40	6169,82	6333,32	5864,63
		ZnO [0,05%vol]	211,75	88,48	50,30	2,60	5,00	6,50	6542,04	6427,23	5800,06
		ZnO [0,10%vol]	204,99	87,61	49,95	2,75	5,25	6,63	6234,59	6318,12	5730,73

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Ao aumentar a temperatura de banho para 35°C (Tabela 9), os principais pontos de destaque são: a taxa de resfriamento a 700°C da água com agitação de 500rpm é bem inferior às dos nanofluidos, mas nos casos sem agitação e com agitação de 800rpm, a água ainda possui a maior taxa de transferência de calor, o que implica também nos tempos de resfriamento, onde a água tem tempos maiores que os nanofluidos de [0,01%vol] e [0,05%vol] sem agitação, maior que todos os nanofluidos com agitação de 500rpm e menor que todos ao aplicar uma agitação de 800rpm; comparando com a tabela anterior, na qual a temperatura de banho é equivalente a 25°C, os tempos para atingir a temperatura de 700°C são maiores (em torno de 2s) e as taxas de transferência de calor são menores para todos os meios de resfriamento empregados, o principal motivo para estas mudanças é o aumento da temperatura de banho.

Com relação aos coeficientes de transferência de calor, a água apresenta os maiores coeficientes a 700°C quando o ensaio é realizado sem agitação ou com agitação de 800rpm, sendo bem superior aos coeficientes obtidos para os nanofluidos, mas quando o ensaio é realizado sob agitação de 500rpm, a água passa a ter o menor coeficiente de transferência de calor dentre os fluidos analisados. Já em temperaturas de 300°C, novamente seus coeficientes são muito próximos aos dos nanofluidos (diferenças em torno de 400 W/m²K), e a 200°C, seus coeficientes são superados pelos nanofluidos. Ao comparar mais uma vez os coeficientes de transferência de calor a 35°C, tanto sem, quanto com agitação, a correlação entre concentração e o aumento da transferência de calor não pode ser verificada.

Tabela 9 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transferência de calor nas temperaturas 200°C, 300°C e 700°C em temperatura de banho de 35°C.

Temperatura de banho: 35°C		Cr700°C (°C/s)	Cr300°C (°C/s)	Cr200°C (°C/s)	T700°C (s)	T300°C (s)	T200°C (s)	Coeficiente de transferência de calor a 700°C (W/m ² K)	Coeficiente de transferência de calor a 300°C (W/m ² K)	Coeficiente de transferência de calor a 200°C (W/m ² K)	
Soluções	Sem agitação	Água destilada	166,09	85,55	35,48	4,53	7,06	8,77	4740,77	6465,35	3669,29
		ZnO [0,01%vol]	150,54	85,87	39,50	4,15	6,85	8,48	4164,69	6508,03	4303,60
		ZnO [0,05%vol]	137,75	88,53	41,57	4,23	6,94	8,50	3717,95	6857,65	4660,20
		ZnO [0,10%vol]	162,63	89,53	43,14	4,78	7,39	8,90	4609,08	7001,67	4944,11
	Com agitação de 500rpm	Água destilada	114,81	86,71	41,27	3,89	6,56	8,17	2971,52	6621,13	4605,18
		ZnO [0,01%vol]	177,94	83,29	45,40	2,02	4,74	6,32	5207,34	6172,08	5381,15
		ZnO [0,05%vol]	138,84	87,05	44,66	3,60	6,39	7,93	3755,14	6667,98	5235,32
		ZnO [0,10%vol]	154,92	84,60	44,52	3,20	6,06	7,62	4322,39	6340,68	5207,86
	Com agitação de 800rpm	Água destilada	231,02	86,22	46,43	2,62	4,99	6,53	7656,88	6555,35	5591,21
		ZnO [0,01%vol]	181,10	86,60	48,82	4,02	6,62	8,12	5335,90	6605,61	6102,53
		ZnO [0,05%vol]	167,87	85,57	46,35	2,53	5,22	6,76	4809,02	6468,80	5574,72
		ZnO [0,10%vol]	124,34	86,17	47,57	4,47	7,47	8,98	3273,81	6548,70	5832,60

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Por fim, ao analisar os dados dos fluidos com ensaios realizados com temperatura de banho equivalente a 45°C (Tabela 10), nota-se que: as taxas de resfriamento são menores do que com as outras temperaturas de banho, permitindo concluir que este fator, afeta diretamente nas taxas de transferência de calor; com exceção da situação em que a agitação do ensaio equivale a 800rpm, os nanofluidos superam as taxas de resfriamento da água tanto em 700°C, quanto nas temperaturas de transformação martensítica (300°C – 200°C); com o aumento da temperatura de banho, os tempos de resfriamento também aumentam (cerca de 2s novamente) e o nanofluido de [0,01%vol] apresenta os menores tempos de resfriamento dentre os meios analisados.

Comparando novamente os coeficientes de transferência de calor, com exceção dos ensaios com agitação de 800rpm, os nanofluidos em maiores temperaturas de banho apresentam coeficientes de transferência de calor maiores do que a água nas três temperaturas analisadas (700°C, 300°C e 200°C). E novamente, observa-se que não é possível, por meio desta análise, determinar uma correlação entre a concentração dos nanofluidos e os coeficientes de transferência de calor, como foi realizado para as máximas taxas de resfriamento.

Tabela 10 – Taxa de resfriamento, tempo de resfriamento e coeficiente de transferência de calor nas temperaturas 200°C, 300°C e 700°C em temperatura de banho de 45°C.

Temperatura de banho: 45°C		Cr700°C (°C/s)	Cr300°C (°C/s)	Cr200°C (°C/s)	T700°C (s)	T300°C (s)	T200°C (s)	Coeficiente de transferência de calor a 700°C (W/m²K)	Coeficiente de transferência de calor a 300°C (W/m²K)	Coeficiente de transferência de calor a 200°C (W/m²K)	
Soluções	Sem agitação	Água destilada	109,16	83,14	35,21	6,10	9,00	10,74	2848,10	6578,88	3975,48
		ZnO [0,01%vol]	119,09	85,15	39,31	6,10	8,97	10,61	3163,54	6852,36	4708,45
		ZnO [0,05%vol]	119,92	90,35	42,72	7,97	10,75	12,28	3190,55	7637,05	5395,95
		ZnO [0,10%vol]	100,63	85,44	40,81	6,86	9,88	11,49	2585,41	6889,04	5002,11
	Com agitação de 500rpm	Água destilada	42,27	85,69	39,46	4,91	8,19	9,85	989,78	6920,07	4737,85
		ZnO [0,01%vol]	142,76	85,91	43,83	4,28	7,12	8,69	3966,34	6954,83	5639,44
		ZnO [0,05%vol]	140,88	86,02	45,66	6,43	9,34	10,90	3899,33	6977,61	6059,32
		ZnO [0,10%vol]	70,20	88,10	44,90	5,37	8,87	10,39	1715,53	7310,14	5880,51
	Com agitação de 800rpm	Água destilada	112,48	85,69	42,06	5,88	8,69	10,30	2952,32	6920,41	5256,90
		ZnO [0,01%vol]	100,66	84,18	46,10	5,47	8,52	10,08	2587,57	6726,87	6153,62
		ZnO [0,05%vol]	107,32	85,45	44,88	6,31	9,37	10,92	2791,30	6889,99	5876,13
		ZnO [0,10%vol]	95,94	86,45	47,80	4,44	7,63	9,13	2446,29	7053,26	6590,47

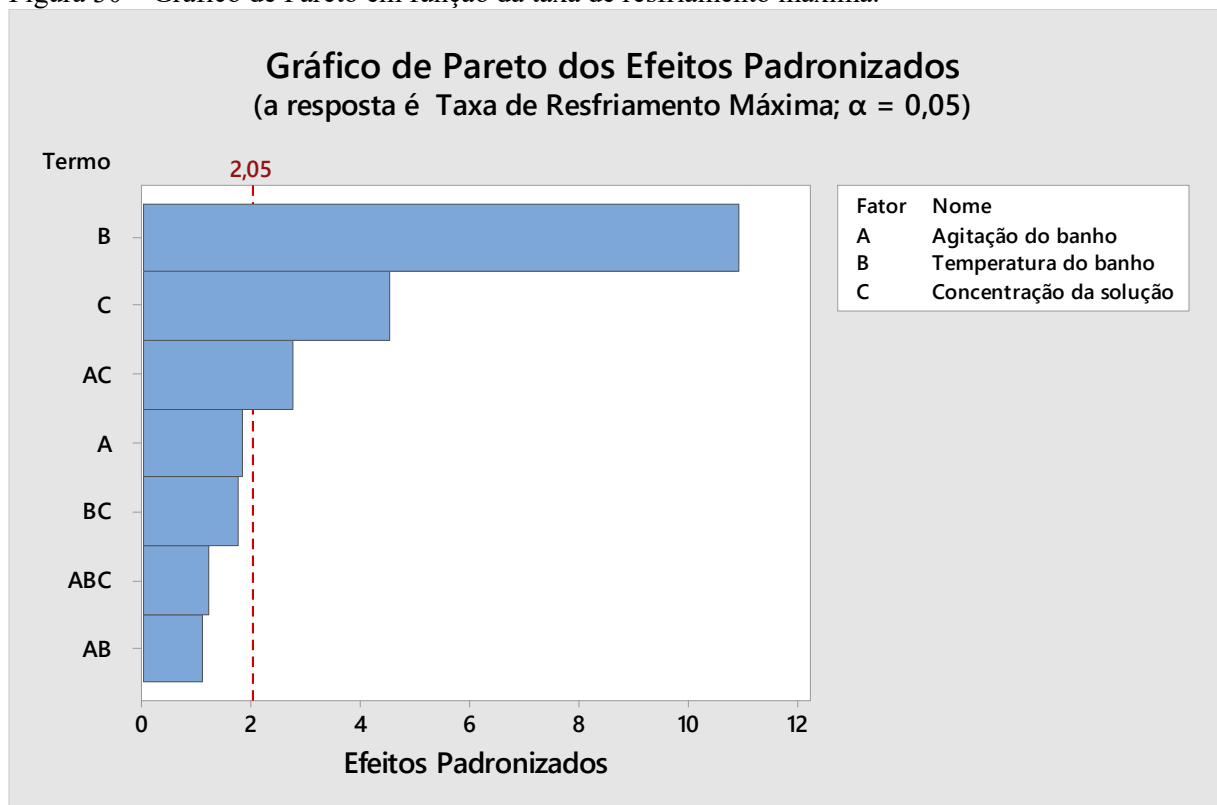
Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

4.6 Análise estatística dos parâmetros

Com os dados de taxas de resfriamento e os parâmetros definidos, pode-se realizar a análise fatorial multinível por meio de um DOE, verificando assim as influências dos parâmetros analisados (agitação do banho, temperatura do banho e concentração das soluções) sobre o resultado (taxa de resfriamento máxima).

O primeiro resultado dessa análise é o gráfico de Pareto, que mostra quais parâmetros ou combinação de parâmetros tem mais influência sobre a taxa de resfriamento. Assim verificam-se na Figura 30, os fatores que possuem maior efeito sobre a taxa de resfriamento máxima são a temperatura do banho, como efeito principal, a concentração da solução, uma combinação entre a agitação do banho e a concentração da solução.

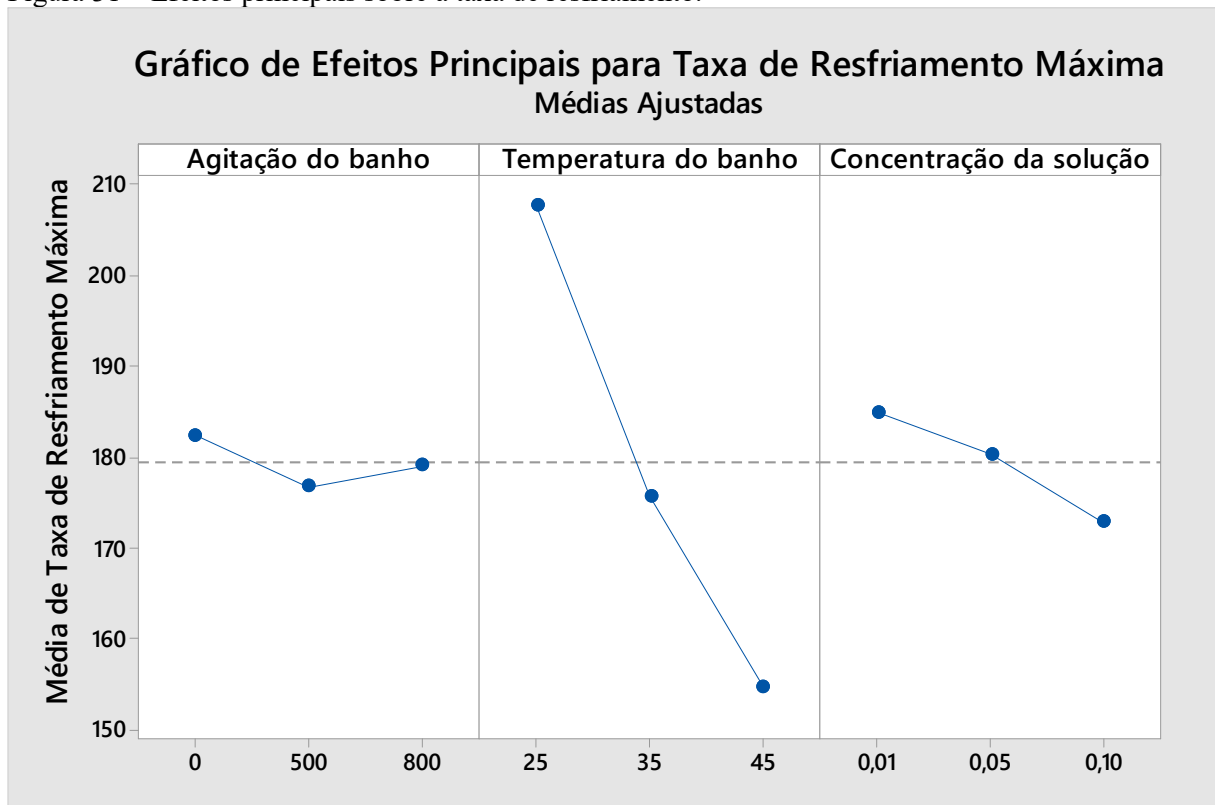
Figura 30 – Gráfico de Pareto em função da taxa de resfriamento máxima.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Além do gráfico de Pareto, pode-se traçar também um gráfico de efeitos principais sobre a taxa de resfriamento, e um de interações entre os parâmetros. Tais gráficos podem ser encontrados nas Figuras 31 e 32.

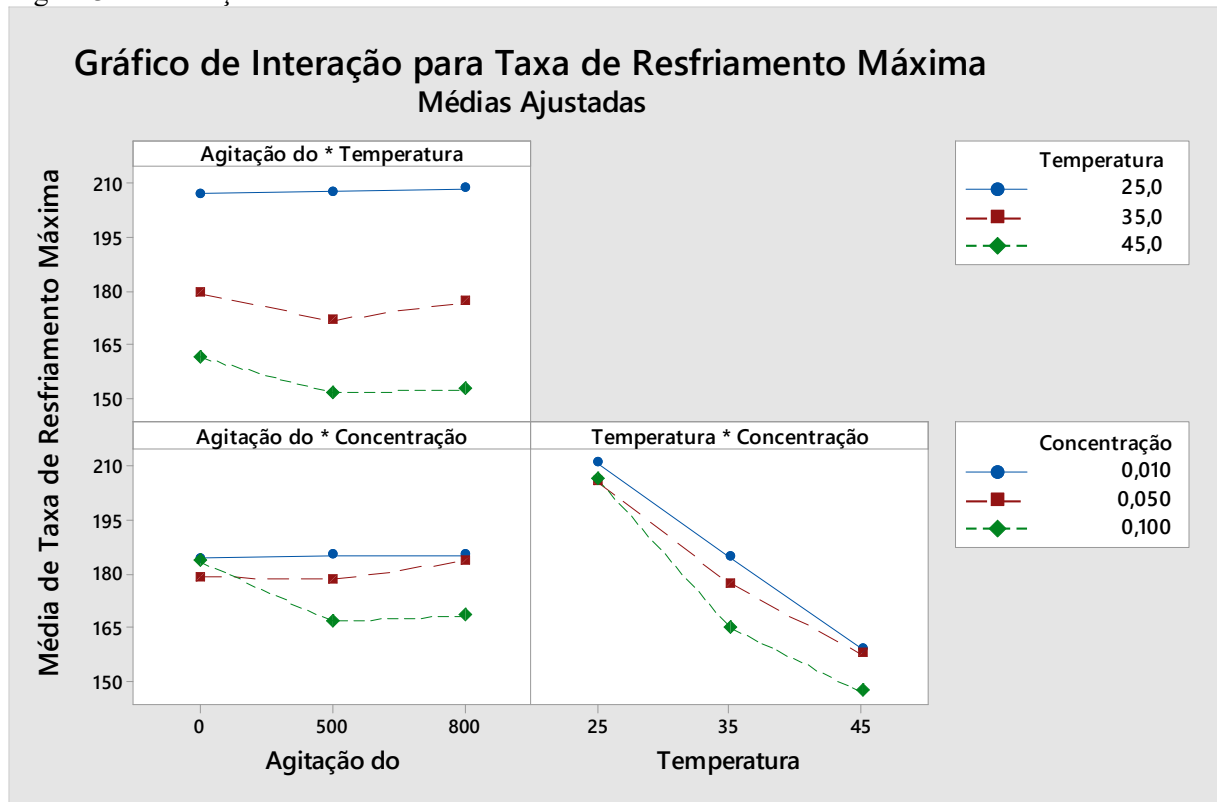
Figura 31 – Efeitos principais sobre a taxa de resfriamento.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Analisando o gráfico dos efeitos principais (Figura 31), pode-se destacar que para os nanofluidos de óxido de zinco, o fator que possui maior influência sobre a taxa de resfriamento é a temperatura do banho (maior grau de inclinação), de forma que temperaturas mais elevadas implicam em uma redução da taxa de resfriamento. A concentração da solução aparece como o segundo fator mais importante e indica que a solução com menor concentração, no caso o nanofluido [0,01%vol] deve possuir as maiores taxas, enquanto ao aumentar a concentração da solução, a taxa de resfriamento deverá diminuir. O fator de menor influência e de mais difícil análise é a agitação do banho. A partir dos resultados obtidos do gráfico de efeitos principais, pode-se afirmar que as maiores taxas de resfriamento deverão corresponder aos ensaios realizados sem agitação e destaca-se que o que geralmente ocorre, com base em literatura, é o oposto, ou seja, tratamentos realizados sob maiores agitações geralmente apresentam as maiores taxas de resfriamento, o que não é mostrado nesta análise. Nota-se ainda que ao aumentar a agitação para 800rpm, a taxa de resfriamento volta a aumentar.

Figura 32 – Interação dos fatores na taxa de resfriamento.



Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Já ao analisar a interação entre os fatores, Figura 32, observa-se as variações na taxa a partir da variação de um único parâmetro, ou seja, ao analisar o gráfico correspondente aos fatores temperatura do banho e concentração, observa-se que para uma mesma concentração se a temperatura de banho for variada, a taxa sofrerá um amplo decréscimo, assim como se pode observar no gráfico de interação entre a agitação do banho e a concentração da solução (decréscimo na taxa de resfriamento para o nanofluido [0,10%vol] com o aumento da agitação), mas ao analisar o gráfico correspondente aos fatores de agitação e temperatura do banho, vê-se que as mudanças que ocorrem nas taxas de resfriamento devido às variações na agitação do banho são mínimas.

Outro ponto muito interessante da análise estatística por meio de DOE, é que através desta análise, tem-se nos resultados, uma vez que a análise é otimizada (remoção dos fatores de entrada que não influenciam no resultado), uma equação de regressão, que permite estimar qual será a taxa máxima de resfriamento com uma precisão, nesse caso, de 89,23%. Assim, pode-se obter por meio da ferramenta '*response optimizer*' (otimizador de resposta), quais devem ser os valores dos parâmetros analisados para a obtenção de uma taxa de resfriamento

máxima. Utilizando esta função e selecionando que a mesma ofereça três formulações como respostas, têm-se como resultado, as formulações expressas na Tabela 11.

Tabela 11 – Formulações otimizadas para obtenção da máxima taxa de resfriamento.

Solução	Agitação do banho (rpm)	Temperatura do banho (°C)	Concentração da solução (%vol)	Taxa máxima de resfriamento (°C/s)
1	800	25	0,01	213,421
2	500	25	0,01	213,388
3	0	25	0,01	212,765

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Com isso, conclui-se mais uma vez que os parâmetros que mais influenciam na resposta da taxa de resfriamento, são a temperatura do banho e a concentração da solução de nanofluido, uma vez que dentre as três melhores respostas, o único fator que foi variado foi a agitação do banho, reforçando que esse fator, por si só, não é tão significativo, mas passa a influenciar de forma mais significativa a taxa de resfriamento, quando analisado a interação entre a agitação do banho com a concentração da solução.

5 CONCLUSÃO

Com relação às características e desempenho do nanofluido de óxido de zinco, pelos ensaios realizados notou-se que este apresenta uma possível deposição de nanopartículas sobre a superfície da sonda após a realização da têmpera. Observou-se também, que os nanofluidos, independente das concentrações e dos parâmetros de banho, apresentaram taxas máximas de resfriamento inferiores às apresentadas pela água, porém apresentaram taxas de resfriamento superiores e tempos de resfriamento inferiores nas faixas de temperatura de 300°C a 200°C, o que, no caso dos aços que apresentam transformação martensítica nessa faixa de temperatura, aumenta a possibilidade de ocorrerem distorções.

Quanto aos parâmetros envolvidos no processo de têmpera com nanofluido de óxido de zinco pode-se concluir que a temperatura de banho, é de fato, o fator principal de variação do desempenho, onde o aumento da temperatura diminui o desempenho dos fluidos devido a consequente diminuição da taxa de resfriamento quanto maior for a temperatura deste. O aumento da temperatura de banho ainda pode provocar o aparecimento da camada de vapor, devido à aproximação da temperatura de ebulição do fluido base (água). A concentração dos nanofluidos na solução mostra que o nanofluido de óxido de zinco na concentração de 0,01%vol é a que possui melhor desempenho como meio de resfriamento no tratamento de têmpera. Além disso, o aumento da concentração tende a diminuir os valores obtidos para as taxas de resfriamento. A agitação do fluido tem menor influência e, quanto maior a agitação, menor o tempo de resfriamento. Com relação a taxa de resfriamento, não é possível encontrar um padrão de comportamento, mas nota-se que sua influência ocorre em conjunto com o parâmetro de concentração.

Por fim, a análise estatística permitiu concluir que o fator que possui maior influência sobre a taxa de resfriamento é a temperatura do banho, concentração da solução, seguido pela interação da concentração de nanopartículas com a agitação do banho e, por último a agitação do fluido durante a têmpera.

REFERÊNCIAS

ASM INTERNATIONAL. **Heat Treating: volume 4**, Materials Park, Ohio, 1991, 1012 p.

ASTM D6482 – 06, **Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Aqueous Polymer Quenchants by Cooling Curve Analysis with Agitation (Tensi Method)**, ASTM International, West Consohocken, PA, 2016. DOI: 10.1520/D6482-06R16

CHOI, S. U. S. EASTMAN, J. A. **Enhancing Thermal Conductivity of Fluids with Nanoparticles**. Developments and Applications of Non-Newtonian Flows, FED-vol. 231/MD-vol. 66, 1995. p. 99-105.

CILOGLU, D.; BOLUKBASI, A. The Quenching Behavior of Aqueous Nanofluids Around Rods with High Temperature. **Nuclear Engineering And Design**, Erzurum, Turquia, p. 2519-2527, 2011.

EASTMAN, J. A. et al. Thermal Transport in Nanofluids. **Annual Review Of Material Research**, USA, p. 219-246, 2004.

KIM, H. et al. Nanoparticle Deposition Effects on the Minimum Heat Flux Point and Quench Front Speed During Quenching in Water-based Alumina Nanofluids. **International Journal Of Heat And Mass Transfer**, Massachusetts Institute Of Technology, Cambridge, USA, p. 1542-1553, 2009b.

_____. On the Quenching of Steel and Zircaloy Spheres in water-Based Nanofluids with Alumina, Silica, and Diamond Nanoparticles. **International Journal Of Multiphase Flow**, Massachusetts Institute Of Technology, Cambridge, USA, p. 427-438, 21 fev., 2009a.

KIM, S. J. et al. Surface wettability change during pool boiling of nanofluids and its effect on critical heat flux. **International Journal Of Heat And Mass Transfer**, Massachusetts, p. 4105-4116, 2007.

KONDARAJU, S.; **Analysis of Thermophysical Properties of Nanofluids Using Discrete Particle Modeling**, 2009.

LEE, S. et al., Measuring Thermal Conductivity of Fluids Containing Oxide Nanoparticles, **J. Heat Transfer**, 121 (2), p. 280-289, 1999.

OGHENEVWETA, E. J.; ASUKE, F. Hardening and Characterisation of 0.45%C Steel Using Clay/Water Media as Quenchant. **International Journal of Materials Science and Applications**, V. 4, Issue 1, p. 59-64, January, 2015.

ÖZERİNÇ, S. **Heat Transfer Enhancement with Nanofluids**. 2010. 168f. Thesis. (Master of Science in Mechanical Engineering Department), Mechanical Engineering Department, 2010.

PRABHU, K. N.. Wetting Kinetics and Quench Severity of Selected Vegetable Oils for Heat Treatment. In: LIŠČIĆ, B. et al. **Quenching Theory and Technology**, Boca Renton, Fl, USA: CRC Press, 2010. p. 205-228.

PRABHU, K. N.; JAGANNATH, V.. Severity of Quenching and Kinetics of Wetting of Nanofluids and Vegetable Oils. **Journal Of Astm International**, Mangalor, India, p. 1-9, 2009.

PRABHU, K. N.; RAMESH, G. A Dimensional Parameter for Prediction of Cooling Performance of Quenchants. **Materials Performance and Characterization**, 2014. DOI: 10.1520/MPC20140002

RAJESH, E.; PRABHU, K. N. Enhancement of Heat Transfer Characteristics of Transformer Oil by Addition of Aluminium Nanoparticles. **Journal Of Astm International**, Karnataka, India, p. 1-11, 2010.

RAMESH G.; PRABHU, N. K. Review of Thermo-Physical Properties, Wetting and Heat Transfer Characteristics of Nanofluids and their Applicability in Industrial Quench Heat Treatment. **Nanoscale Research Letters**, Mangalor, India, p. 1-28, 2011.

RAMESH, G.; PRABHU, K. N. Effect of Polymer Concentration on Wetting and Cooling Performance During Immersion Quenching. **Metallurgical and Materials Transactions B**. v. 47. n. 2, p. 859-881, 2016.

SILVA, A. L. V. C; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 2ª Edição revista e ampliada. Editora: Edgard Blücher. São Paulo, 2006. 664p.

TAHARA, S. Planejamento de Experimentos (DOE). **Instituto de Gestão de Desenvolvimento de Produtos**, 2008. Disponível em: <
<http://www.portaldeconhecimentos.org.br/index.php/por/Conteudo/Planejamento-de-Experimentos-DOE>> .Acessoem: 17 Out. 2018.

TARABA, B. et al. Effect of Agitation Work on Heat Transfer during Cooling in Oil ISORAPID 277HM. **Strojníškivestnik - Journal of Mechanical Engineering**, v. 58, n. 2, p. 102-106, 2012. DOI:10.5545/sv-jme.2011.064.

TOTTEN, G. E.; TENSI, H. M. Using Conductance Data to Characterize Quenchants. **Heat Treating Progress**, USA, p. 39-42, jul, 2002.

TOTTEN, G.E.; BATES, C.E.; CLINTON, N.A.. Cooling Curve Analysis. In: TOTTEN, G.E.; BATES, C.E.; CLINTON, N. A. **Handbook of Quenchants and Quenching Technology**. Materials Park, OH: ASM Internacional, 1993. p. 69-128.

ANEXO A - Propriedades termo físicas do INCONEL 600 em diferentes temperaturas

Propriedade	Temperatura (°C)						
	100	200	300	400	500	600	700
Conductividade térmica – α (W/mK)	14.2	16	17.8	19.7	21.7	23.7	25.9
Difusividade térmica – λ (x 10^{-6} m ² /s)	3.7	4.1	4.3	4.8	5.1	5.4	5.6

ANEXO B - Correlação entre número de Biot generalizado (Bi_v), Critério de campo de temperatura (Ψ) e número de Kondratjev (Kn)

Bi_v	Ψ	Kn	Bi_v	Ψ	Kn	Bi_v	Ψ	Kn
0.00	1.00000	0.00000	0.68	0.64000	0.43536	1.95	0.36263	0.70712
0.01	0.99284	0.00993	0.70	0.63297	0.44308	2.00	0.35637	0.71274
0.02	0.98574	0.01971	0.72	0.62585	0.45061	2.05	0.35032	0.71816
0.04	0.97171	0.03887	0.74	0.61887	0.45796	2.10	0.34447	0.72338
0.06	0.95791	0.05747	0.76	0.61200	0.46513	2.15	0.33880	0.72841
0.08	0.94434	0.07555	0.78	0.60531	0.47214	2.20	0.33331	0.73328
0.10	0.93101	0.09310	0.80	0.59873	0.47898	2.25	0.32799	0.73797
0.12	0.91792	0.11015	0.82	0.59227	0.48566	2.30	0.32283	0.74251
0.14	0.90507	0.12671	0.84	0.58594	0.49319	2.35	0.31783	0.74690
0.16	0.89246	0.14279	0.86	0.57973	0.49857	2.40	0.31298	0.75115
0.18	0.88009	0.15842	0.88	0.57364	0.50480	2.45	0.30827	0.75525
0.20	0.86796	0.17359	0.90	0.56766	0.51089	2.50	0.30369	0.75923
0.22	0.85607	0.18833	0.92	0.56179	0.51851	2.55	0.29925	0.76309
0.24	0.84441	0.20266	0.94	0.55604	0.52268	2.60	0.29493	0.76682
0.26	0.83298	0.21657	0.96	0.55039	0.52837	2.65	0.29074	0.77045
0.28	0.82178	0.23010	0.98	0.54484	0.53395	2.70	0.28665	0.77396
0.30	0.81081	0.24324	1.00	0.53940	0.53940	2.75	0.28268	0.77737
0.32	0.80007	0.25602	1.05	0.52622	0.55253	2.80	0.27882	0.78069
0.34	0.78954	0.26844	1.10	0.51362	0.56498	2.85	0.27505	0.78390
0.36	0.77923	0.28052	1.15	0.50157	0.57680	2.90	0.27139	0.78703
0.38	0.76913	0.29227	1.20	0.49003	0.58804	2.95	0.26782	0.79007

0.40	0.75923	0.30369	1.25	0.47898	0.59873	3.00	0.26434	0.79302
0.42	0.74954	0.31481	1.30	0.46839	0.60891	3.05	0.26095	0.79590
0.44	0.74005	0.32562	1.35	0.45823	0.61861	3.10	0.25764	0.79870
0.46	0.73076	0.33615	1.40	0.44848	0.62787	3.15	0.25442	0.80142
0.48	0.72166	0.34640	1.45	0.43911	0.63672	3.20	0.25127	0.80407
0.50	0.71274	0.35637	1.50	0.43011	0.64517	3.25	0.24820	0.80665
0.52	0.70401	0.36608	1.55	0.42146	0.65326	3.30	0.24520	0.80917
0.54	0.69545	0.37555	1.60	0.41312	0.66100	3.35	0.24228	0.81162
0.56	0.68708	0.38476	1.65	0.40510	0.66842	3.40	0.23942	0.81402
0.58	0.67887	0.39374	1.70	0.39737	0.67553	3.45	0.23662	0.81635
0.60	0.67082	0.40249	1.75	0.38992	0.68236	3.50	0.23389	0.81863
0.62	0.66294	0.41103	1.80	0.38273	0.68892	3.55	0.23122	0.82085
0.64	0.65522	0.41934	1.85	0.37580	0.69523	3.60	0.22862	0.82302
0.66	0.64766	0.42745	1.90	0.36910	0.70129	3.65	0.22606	0.82513