

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ – UNIFEI
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
MESTRADO ACADÊMICO

Everaldo Takeu da Silva

PROJETO DE UM SISTEMA DE HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO PARA
NIÓBIO

Itajubá-MG

2025

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ – UNIFEI
INSTITUTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
MESTRADO ACADÊMICO

Everaldo Takeu da Silva

**PROJETO DE UM SISTEMA DE HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO PARA
NIÓBIO**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Projeto, Materiais e Processos.

Orientador: Dr. Gilbert Silva.

Coorientador: Dr. Alexandre Nogueira Ottoboni Dias.

Itajubá-MG

2025

AGRADECIMENTOS

A minha esposa Anna Júlia de Faria Silva, e as minhas filhas Marianna Hellyodora de Faria Silva e Michelle Theodora de Faria Silva pela paciência, amor e companheirismo nos momentos mais difíceis e de alegria.

A minha família, pelo apoio e incentivo, sempre acreditou que esse sonho seria possível tornar realidade.

Ao meu orientador e amigo, Prof. Dr. Gilbert Silva, pela sua paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho, nesses anos de mestrado com sua competência profissional.

Aos meus amigos de laboratório, que sem a ajuda deles não seria possível este trabalho Claudemiro Luz Teodoro e Marcos Cirilo dos Santos.

Aos amigos da universidade, em especial Elioenai Levi Barbedo, Marcos Lázaro Batista, Rafael Augusto Gomes e Sebastião Bruno Vilas Bôas obrigado pelos bons momentos que vivemos nesta caminhada, pela ajuda prestada e pela amizade.

À CAPES pela concessão da bolsa de mestrado.

E a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

“Aprenda como se você fosse viver para sempre. Viva como se você fosse morrer amanhã.”

Mohandas Karamchand Gandhi.

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de um sistema de hidrogenação-desidrogenação (HDH) para nióbio (Nb), com foco no projeto e dimensionamento do sistema. A hidrogenação de metais refratários, como tântalo (Ta), nióbio (Nb), tungstênio (W) e molibdênio (Mo), é um processo tecnicamente desafiador, uma vez que envolve a introdução de hidrogênio em materiais de alta resistência térmica, alterando suas propriedades físicas e mecânicas. Esse processo desempenha um papel fundamental na facilitação de etapas subsequentes de fabricação, especialmente na produção de pós metálicos para aplicações industriais, onde a obtenção de partículas finas e homogêneas é essencial para a qualidade do material final. Para garantir a viabilidade técnica do sistema, foram desenvolvidos modelos do sistema HDH em 3D e 2D, permitindo uma análise detalhada da estrutura, identificação de possíveis falhas e verificação da compatibilidade entre os componentes. O projeto contemplou a especificação criteriosa dos principais elementos do sistema, incluindo um forno resistivo de alta eficiência térmica para a etapa de hidrogenação, um reator projetado para suportar as condições operacionais de temperatura e pressão, além de um sistema de vácuo baseado em uma bomba difusora, essencial para controlar a atmosfera do processo e evitar contaminações, com material proposto para o projeto, o aço AISI 316. O isolamento térmico do sistema foi dimensionado para minimizar perdas de calor e garantir estabilidade na operação, enquanto sensores e sistemas de controle foram incorporados para monitoramento preciso das variáveis do processo. A metodologia adotada assegurou uma abordagem integrada e precisa, resultando em um sistema funcional e alinhado às exigências operacionais e normativas. Além disso, o estudo proporcionou uma análise aprofundada dos desafios envolvidos no desenvolvimento de um sistema HDH eficiente, desde a escolha dos materiais até o desempenho térmico e mecânico dos componentes, oferecendo subsídios técnicos para futuras aplicações na metalurgia do pó e no processamento de materiais refratários.

Palavras-chaves: Projeto, Hidrogenação-Desidrogenação, HDH, Metais Refratários, Nióbio.

ABSTRACT

The present work aims to develop a hydrogenation-dehydrogenation (HDH) system for niobium (Nb), focusing on the design and sizing of the system. The hydrogenation of refractory metals, such as tantalum (Ta), niobium (Nb), tungsten (W), and molybdenum (Mo), is a technically challenging process, as it involves introducing hydrogen into materials with high thermal resistance, altering their physical and mechanical properties. This process plays a fundamental role in facilitating subsequent manufacturing steps, especially in the production of metal powders for industrial applications, where obtaining fine and homogeneous particles is essential for the quality of the final material. To ensure the technical feasibility of the system, 3D and 2D models of the HDH system were developed, allowing for a detailed structural analysis, identification of possible failures, and verification of component compatibility. The project included careful specification of the main system elements, including a high-efficiency resistive furnace for the hydrogenation stage, a reactor designed to withstand operational temperature and pressure conditions, and a vacuum system based on a diffusion pump, essential for controlling the process atmosphere and preventing contamination. The proposed material for the project was AISI 316 stainless steel. The system's thermal insulation was designed to minimize heat losses and ensure operational stability, while sensors and control systems were incorporated for precise monitoring of process variables. The adopted methodology ensured an integrated and accurate approach, resulting in a functional system aligned with operational and regulatory requirements. Additionally, the study provided an in-depth analysis of the challenges involved in developing an efficient HDH system, from material selection to the thermal and mechanical performance of the components, offering technical support for future applications in powder metallurgy and the processing of refractory materials.

Keywords: Design, hydrogenation-dehydrogenation, HDH, refractory metals, niobium.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma Hidrogenação-Desidrogenação.....	22
Figura 2 – Representação das etapas de interação entre o hidrogênio e a superfície metálica.	23
Figura 3 – Bolhas de Hidrogênio.....	25
Figura 4 – Ataque de hidrogênio em alta temperatura.	26
Figura 5 – Fragilização por formação de hidretos.....	26
Figura 6 – Fluxograma Metalurgia do pó.....	28
Figura 7 – Esquema do processo de moagem.	30
Figura 8 – Moinho Planetário de Bolas.....	34
Figura 9 – Diagrama de fases H-Nb, com concentração em fração atômica.....	36
Figura 10 – Sistema de hidrogenação-desidrogenação.....	38
Figura 11 – Sistema de vácuo.....	40
Figura 12 – Bombas de vácuo e classificação de transferência de gás.....	42
Figura 13 – Desenho em corte da bomba de palhetas rotativas.....	44
Figura 14 – Funcionamento da bomba de palhetas rotativas.....	45
Figura 15 – Vista explodida da bomba de palhetas rotativas.....	45
Figura 16 – Gráfico de curvas da velocidade de bombeamento.....	46
Figura 17 – Sistema de vácuo com bomba mecânica e bomba difusora.	47
Figura 18 – Esquema de uma bomba difusora de três estágios.	49
Figura 19 – Funcionamento do estágio da bomba difusora.....	50
Figura 20 – Gráfico curva da velocidade x pressão da bomba difusora.....	51
Figura 21 – Bomba difusora com <i>Baffle</i>	52
Figura 22 – Esquema de bombas difusora de três estágios.	54
Figura 23 – Diagrama isotérmico da bomba difusora.	55
Figura 24 – Gráfico geométrico para componentes sob cargas externas ou compressivas.	57
Figura 25 – Gráfico para determinar a espessura do casco de componentes sob pressão externa desenvolvido para aço austenítico 16Cr–12Ni–2Mo, tipo 316.	58
Figura 26 – Sistema de vácuo.....	60
Figura 27 – Bomba difusora.	61
Figura 28 – Esquema de corrente elétrica.	64
Figura 29 – Transferencia de calor por condução através de uma parede.....	68
Figura 30 – Transferencia de calor por convecção.....	69
Figura 31 – Parede composta em série.....	71
Figura 32 – Sensor térmico blindado.....	73

Figura 33 – Reator de hidrogenação.....	76
Figura 34 – Diagrama de corpo livre do vaso de pressão.....	77
Figura 35 – Valores de Tensão Admissível, Aço Inoxidável 316.	79
Figura 36 – Desenho do projeto de Hidrogenação-Desidrogenação.	83
Figura 37 – Sistema de vácuo.....	84
Figura 38 – Bomba de palhetas rotativas.	84
Figura 39 – Bomba Difusora.	85
Figura 40 – Desenho técnico da bomba difusora completa.....	86
Figura 41 – Peça 1 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.....	87
Figura 42 - Peça 2 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.	88
Figura 43 - Peça 3 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.	89
Figura 44 – Peça 4 conectada a saída para o forno-reator.	89
Figura 45 - Peça 5 conectada a saída para o forno-reator.....	90
Figura 46 - Peça 6 conectada a saída para o forno-reator.....	91
Figura 47 – Peça 7 corpo da bomba difusora.	92
Figura 48 – Sistema forno-reator.....	94
Figura 49 – Forno elétrico resistivo.....	95
Figura 50 – Forno-reator e seus componentes condutores.....	97
Figura 51 – Forno-reator e seus componentes isolantes.....	98
Figura 52 – Resistencia elétrica do forno-reator.....	101
Figura 53 – Reator de hidrogenação-desidrogenação.....	102
Figura 54 – Tampo do reator em detalhes.	103
Figura 55 – Esboço do corpo do reator.....	104

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades físicas e mecânicas do Nióbio.	20
Tabela 2 – Diferentes tipos de bombas e seus respectivos limites de operação.	41
Tabela 3 – Parâmetros iniciais dos materiais do forno.	96

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLA

A	Ampere
A	Área (m ²)
Abs	Absorção
Ads	Adsorção
AISI	American Iron and Steel Institute – Instituto Americano de Ferro e Aço
Al	Alumínio
ACP	Agente de Controle de Processo
ASME	American Society of Mechanical Engineers
atm	Atmosfera
C	Cromo
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
CH ₄	Metano
D	Diâmetro (mm)
Dif	Difusão
DIN	Deutsches Institut für Normung – Instituto Alemão de Normalização
Fe	Ferro
g	Gramma
H	Hidrogenio
H ₂	Molécula de Hidrogênio
HDH	Hidrogenação-desidrogenação
HF	Ácido Fluídico
Hg	Mercúrio
HNO ₃	Ácido Nítrico
HRC	Dureza Rockwell
HTHA	High Temperature Hydrogen Attack
I	Corrente
J	Joule
K	Kelvin
kg	Quilograma
kJ	Quilojoule
L	Comprimento
ln	Logaritmo Natural – Logaritmo Neperiano

m	Metro
mm	Milímetro
m ²	Metro quadrado
m ³	Metro cúbico
mbar	Milibar
mm ²	Milímetro quadrado
mm ³	Milímetro cúbico
MA	Liga Mecânica - Mechanical Alloying
MAE	Moagem de Alta Energia
MIBK	Metil-Isobutilcetona
MM	Mechanical Milling - Moagem Mecânica
Mo	Molibdênio
MP	Metalurgia do Pó
MPa	Mega Pascal
n	Rotação
Nb	Nióbio
Nb ₂ O ₅	Óxido de Nióbio
NbH _x	Hidreto de Nióbio
Ni	Níquel
O ₂	Oxigênio
P	Potência
P	Pressão
P _∞	Pressão Máxima
Pa	Pascal
\dot{Q}	Taxa de Transferência de Calor
R	Resistência
r	Raio
rpm	Rotação por minuto
S	Velocidade
s	Segundo
T	Temperatura
t	Espessura
t	Tempo
torr	Unidade de medida de Pressão $\cong 0,00131579$ atm

Ta	Tântalo
Ti	Titânio
V	Vanádio
V	Tensão
V	Volt
V	Volume
W	Tungstênio
W	Watt
Zr	Zircônio
°C	Grau Celsius
σ	Tensão Normal
μm	Micrometro
μV	Microvolt
Ω	Ohm
%	Porcentagem
%-IACS	International Annealed Copper Standard - Norma Internacional de Cobre Recozido
2D	Bidimensional
3D	Tridimensional

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	MOTIVAÇÃO	16
1.2	OBJETIVOS	16
1.2.1	<i>Objetivo Geral</i>	16
1.2.2	<i>Objetivos específicos</i>	16
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
2.1	NIÓBIO	18
2.1.1	<i>Obtenção do Nióbio</i>	18
2.1.2	<i>Propriedades Físicas e Mecânicas do Nióbio</i>	19
2.2	PROCESSOS DE PRODUÇÃO DO PÓ DE NIÓBIO.....	20
2.3	HIDROGENAÇÃO.....	21
2.3.1	<i>Hidrogênio nos metais</i>	22
2.4	METALURGIA DO PÓ	27
2.5	MOAGEM DE ALTA ENERGIA	29
2.5.1	<i>Variáveis do processo de moagem</i>	30
3	FUNCIONAMENTO DO SISTEMA DE HIDROGENAÇÃO- DESIDROGENAÇÃO	36
3.1	HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO	36
3.2	SISTEMA DE HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO.....	37
4	DESENVOLVIMENTO DO PROJETO HIDROGENAÇÃO- DESIDROGENAÇÃO	39
4.1	SISTEMA DE VÁCUO	39
4.1.1	<i>Princípio de funcionamento</i>	39
4.1.2	<i>Modelagem do sistema de vácuo</i>	40
4.2	TIPOS DE BOMBAS	41
4.2.1	<i>Bomba de pré-vácuo</i>	43
4.2.2	<i>Bomba mecânica de palhetas rotativas</i>	43
4.2.3	<i>Bomba de alto-vácuo</i>	47
4.2.4	<i>Bomba difusora</i>	48
4.2.5	<i>Dimensionamento da Bomba difusora – Pressão negativa</i>	55

4.2.6	<i>Montagem do sistema de vácuo</i>	59
4.3	SISTEMA DE FORNO-REATOR	63
4.3.1	<i>Forno</i>	63
4.3.2	<i>Forno elétrico resistivo</i>	63
4.3.3	<i>Processo de entrada de energia e temperatura do forno</i>	65
4.3.4	<i>Transferência de calor</i>	67
4.3.5	<i>Resistencia térmica do forno</i>	69
4.3.6	<i>Sistema de sensores de temperatura</i>	72
4.3.7	<i>Tipos de termopares</i>	73
4.3.8	<i>Termopares de Cromel-Alumel (Tipo K)</i>	74
4.3.9	<i>Isolamento térmico do forno</i>	75
4.3.10	<i>Reator de hidrogenação-desidrogenação</i>	75
4.3.11	<i>Dimensionamento da espessura da parede do reator – Pressão positiva</i>	77
4.3.12	<i>Parafusos do tampo do reator</i>	80
4.4	SISTEMA DE SEGURANÇA	82
5	EXECUÇÃO DO PROJETO	83
5.1	SISTEMA DE VÁCUO	83
5.1.1	<i>Bomba de pré-vácuo</i>	84
5.1.2	<i>Bomba Difusora de alto-vácuo</i>	85
5.1.3	<i>Dimensionamento da espessura e tensões na parede da bomba difusora</i>	86
5.2	SISTEMA FORNO-REATOR	94
5.2.1	<i>Forno elétrico resistivo</i>	95
5.2.2	<i>Dimensionamento dos componentes do forno</i>	96
5.2.3	<i>Reator de hidrogenação-desidrogenação</i>	101
5.2.4	<i>Dimensionamento da espessura e tensões na parede do reator de hidrogenação-desidrogenação</i>	103
6	CONCLUSÃO	107
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	108
	REFERÊNCIAS	109

1 INTRODUÇÃO

No Brasil, encontram-se cerca de 98,53% das reservas mundiais de óxido de nióbio (Nb_2O_5), seguido pelo Canadá, com 1,01%, e pela Austrália, com 0,46%. O nióbio (Nb) ocorre em minérios como a columbita e a tantalita, sendo extraído e submetido a complexos processos químicos para sua purificação. Devido às suas propriedades únicas, como elevada resistência à corrosão e alta estabilidade térmica, esse metal refratário é amplamente utilizado em setores como a indústria aeroespacial, automotiva e médica (LEITE; SANDIM; CINTHO, 2011; BRUZIQUESI *et al.*, 2019). O Brasil não apenas possui as maiores reservas do mundo, mas também lidera a produção global desse metal estratégico, com suas jazidas concentradas nos estados de Minas Gerais (Araxá e Tapira – 75,08%), Amazonas (São Gabriel da Cachoeira e Presidente Figueiredo – 21,34%) e Goiás (Catalão – 3,58%) (LEITE; SANDIM; CINTHO, 2011; FERRARI *et al.*, 2021).

Apesar da grande disponibilidade de nióbio, a obtenção de pós metálicos de alta qualidade ainda representa um desafio tecnológico, especialmente para aplicações em Metalurgia do Pó (MP). Entre os métodos utilizados na produção desses pós, o processo de Hidrogenação-Desidrogenação (HDH) se destaca por sua eficiência na fragilização do material, possibilitando sua posterior moagem e obtenção de partículas de granulometria controlada. No entanto, o desenvolvimento de um sistema HDH eficiente exige um controle rigoroso das variáveis do processo, bem como o uso de equipamentos adequados para garantir a qualidade do material final. O domínio desse processo é essencial para a ampliação das aplicações industriais do nióbio e para a otimização de sua produção.

O processamento do nióbio pode ser realizado por diversas técnicas, sendo a Metalurgia do Pó (MP) uma das mais relevantes, pois permite a obtenção de produtos com geometrias complexas e alta precisão dimensional. Entre os métodos de produção de pós metálicos, destaca-se o processo HDH, amplamente utilizado para elementos de transição como tântalo (Ta), titânio (Ti) e o próprio nióbio (Nb). Esse processo baseia-se na introdução de átomos de hidrogênio (H_2) nos interstícios da estrutura cristalina do metal, tornando-o frágil e facilitando sua posterior moagem. Em seguida, ocorre a desidrogenação, na qual o hidrogênio é removido sob condições controladas de temperatura e pressão, resultando em pós metálicos de alta pureza (THUMMLER E OBERACKER, 1994; SILVA, 2001; NASCIMENTO *et al.*, 2021). Entretanto, um dos desafios enfrentados nesse processo está na necessidade de um sistema

capaz de operar sob condições controladas de temperatura, pressão negativa e posterior pressão positiva, garantindo a eficiência na absorção e remoção do hidrogênio.

Diante da importância do HDH para a obtenção de pós de nióbio, este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de um sistema de Hidrogenação-Desidrogenação, projetado com equipamentos adequados para garantir a eficiência e a qualidade do material produzido. O sistema inclui um reator de hidrogenação capaz de operar sob atmosfera controlada de hidrogênio, permitindo a absorção e posterior remoção do gás de maneira eficiente. Além disso, o uso de sensores e controladores possibilita o ajuste preciso de variáveis como temperatura, pressão e tempo de reação, assegurando a estabilidade dos hidretos formados e a reprodutibilidade do processo. O resfriamento também desempenha um papel fundamental, pois influencia diretamente o estado final do material: a hidrogenação parcial ocorre em torno de 450°C, enquanto a hidrogenação completa se dá na faixa de 700 a 850°C (NASCIMENTO *et al.*, 2021).

A fragilização do metal via HDH favorece os processos subsequentes de moagem e peneiramento, permitindo a obtenção de pós com granulometria controlada. Esse material pode então ser utilizado na Metalurgia do Pó (MP), um método amplamente empregado na fabricação de componentes industriais devido ao seu baixo custo e alta eficiência na produção de peças complexas (SANTOS, 2018; JESUS, 2019). A MP é especialmente relevante para metais refratários como tungstênio (W), molibdênio (Mo), tântalo (Ta), titânio (Ti) e nióbio (Nb), cujos altos pontos de fusão inviabilizam métodos convencionais de conformação. Por exemplo, o tungstênio requer temperaturas superiores a 3400°C para fusão, tornando a rota da MP uma alternativa altamente viável para a fabricação de materiais resistentes ao calor e ferramentas de corte de extrema dureza (ASM, 1998; FIALHO, 2019).

O processo de MP baseia-se na compactação dos pós metálicos em moldes seguida de sinterização, etapa em que a peça é consolidada por aquecimento controlado. Esse método possibilita o controle preciso da composição química e das propriedades mecânicas, garantindo produtos com alto desempenho e qualidade. No caso do nióbio, a aplicação do processo HDH na obtenção do pó é essencial para viabilizar sua utilização na MP, otimizando sua produção e ampliando suas aplicações industriais (SURYANARAYANA, 2001; ZHANG *et al.*, 2024). As peças fabricadas por MP podem ser utilizadas em diversos setores da engenharia, como áreas automotiva em: amortecedores, bielas do motor, engrenagens, guias e assentos de válvulas, injeção eletrônica, motores elétricos, polias, sistemas de freio, aeroespacial: turbinas e na área médica: aparelhos cirúrgicos, aparelhos ortodônticos, próteses ortopédicas (FIALHO, 2019).

1.1 Motivação

O principal motivo para que se desenvolvesse o projeto HDH além de ser um método financeiramente acessível, devido ser destinado a metais que possuem um alto ponto de fusão, visto que para fundi-los seria necessário um forno de paredes muito espessas e alto consumo de energia. Além disso, o processo HDH não exige equipamentos complexos nem ambientes altamente controlados, como os processos de atomização. Este processo apresenta várias vantagens adicionais que o tornam atrativo para a produção de pós de metais refratários. Ele permite a obtenção de pós com alta pureza, uma característica essencial para aplicações em setores que exigem materiais de qualidade superior, como a indústria aeroespacial e biomédica. Outra vantagem significativa é a especificidade do processo, que pode ser aplicada a diferentes metais refratários, como Nb, Ta, Ti e Zr, ampliando as possibilidades de uso e mercado.

1.2 Objetivos

1.2.1 *Objetivo Geral*

O objetivo desta pesquisa é desenvolver um projeto mecânico detalhado de um sistema de hidrogenação-desidrogenação (HDH) do metal refratário Nb.

1.2.2 *Objetivos específicos*

- Desenvolver e especificar requisitos tanto técnicos quanto metodológicos para a elaboração do projeto de hidrogenação-desidrogenação;
- Criar modelos 3D e 2D do sistema de hidrogenação-desidrogenação, visando a construção do projeto;

- Selecionar materiais e dimensionar a bomba difusora e o forno-reator de hidrogenação componentes principais;

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Nióbio

O Nióbio (Nb) é um elemento químico metálico possui uma coloração acinzentada, de número atômico 41, este material é classificado como metal de transição pertencente ao grupo 5 da tabela periódica, com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), macio e dúctil, onde seu ponto de fusão é muito elevado (2468 °C), ele foi descoberto em 1801 pelo químico inglês Charles Hatchett (LEITE; SANDIM; CINTHO, 2011; BRUZIQUESI *et al.*, 2019)

O Nb por muitos anos foi confundido com outro metal, também refratário, o Tântalo (Ta) devido a sua semelhança tanto geoquímica quanto propriedades químicas, o que leva a sua ocorrência conjunta na natureza, o Nb então vem se tornando uma alternativa interessante para substituir o pó de Ta (FERRARI *et al.*, 2021; NASCIMENTO *et al.*, 2021).

2.1.1 Obtenção do Nióbio

A obtenção do Nb até a década de 1950, ocorria predominantemente como um subproduto decorrente da produção de Columbita e Tantalitas, minerais que tinham uma demanda relativamente pequena na natureza, resultando em um custo elevado para sua obtenção. No entanto, durante a década de 1960, foram identificadas reservas substanciais de pirocloro no Brasil e no Canadá, onde então essa descoberta teve um impacto significativo, podendo impulsionar avanços e investimentos no desenvolvimento de métodos comerciais mais eficientes para a extração de Nb (FERRARI *et al.*, 2021).

O Brasil possui cerca de 98,53% da reserva de Óxido de Nióbio (Nb₂O₅) disponível no mundo todo, logo em seguida vem o Canadá com 1,01% e Austrália com 0,46%. As reservas estão situadas nos estados de Minas Gerais em Araxá e Tapira com o total de 75,08%. No estado do Amazonas em São Gabriel da Cachoeira e Presidente Figueiredo com 21,34%. E por fim no estado de Goiás em Catalão com cerca de 3,58% das reservas nacionais (LEITE; SANDIM; CINTHO, 2011; FERRARI *et al.*, 2021).

Desde sua descoberta em 1801, levaram quase 60 anos para que fosse desenvolvidas as técnicas necessárias para o refino e processamento deste metal. O minério pode ser processado de três maneiras possíveis: tratamento carbotérmico, tratamento aluminotérmico ou por eletrólise em via seca, com produto resultando na forma de metal esponja ou pó metálico. Os processos subsequentes para refino e obtenção de produto semiacabado se dão pelas técnicas de metalurgia do pó ou metalurgia de fusão (FERRARI *et al.*, 2021).

2.1.2 *Propriedades Físicas e Mecânicas do Nióbio*

O Nb possui diversas propriedades notáveis e apresenta um considerável potencial sob uma perspectiva científica e tecnológica. Há características que podem ser ressaltadas como elevado ponto de fusão, fazendo com que sua resistência quando em processos de altas temperaturas seja boa, é um material que possui resistência à deformação e corrosão. Além disso, o Nb ainda apresenta excelente condutividade elétrica e possui propriedades supercondutoras a baixas temperaturas. Por possuir essas características, faz com que ele seja amplamente utilizado em dispositivos supercondutores magnéticos e dispositivos eletrônicos avançados (NASCIMENTO *et al.*, 2021).

A abrangência do metal é ampliada por sua facilidade de compatibilidade com outros materiais, consolidando seu papel em tecnologias de ponta e como componente essencial em ligas de alta performance. Além de ampla empregabilidade, o Nb desempenha um papel importante como elemento de liga em diversas ligas metálicas e aços. Sua presença contribui para a melhoria das propriedades mecânicas, resistência à tração, ductilidade e tenacidade em aços estruturais, atuando também como refinador de grãos (ALVES e COUTINHO; 2015).

O Nb demonstra um comportamento inferior em relação ao do Ta e superior em relação a de ligas como aço inoxidável ou ligas à base de Níquel (Ni), devido à sua combinação única de resistência mecânica, ductilidade e excelente resistência à corrosão. Características físicas e propriedades mecânicas tornam o Nb um material estratégico em aplicações de alta tecnologia. Suas características para grau técnico de pureza 99,9% estão descritas na Tabela 1 (FERRARI *et al.*, 2021).

Tabela 1 – Propriedades físicas e mecânicas do Nióbio.

Propriedades físicas e mecânicas do Nióbio	
Constante de treliça a 20 °C (m)	3.3004 x 10 ⁻¹⁰
Raio atômico (nm)	142,9
Densidade (g/cm ³)	8,56
Ponto de fusão (°C)	2468
Ponto de ebulição (°C)	4927
Calor específico 20 °C (J/kg K)	270
Capacidade térmica (J/kg K)	25,2
Calor de fusão (J/kg)	298,5 x 10 ³
Coefficiente linear de expansão 1/K	7,2 x 10 ⁻⁶
Condutividade térmica (W/m K)	52,25
Condutividade elétrica (%-IACS)	13,3
Dureza HV10 recozido/com trabalho	60-110/110-180
Resistência atração (Mpa) recozido/com trabalho	250-350/350-500
Alongamento (%) recozido/com trabalho	25-40/5-25
Temperatura de Recristalização (°C)	900-1527

Fonte: Ferrari *et al.*, 2021.

2.2 Processos de Produção do Pó de Nióbio

Para produzir o pó de Nb, há várias etapas, sendo a extração do mineral contendo Nb, como o pirocloro, columbita e a tantalita. Após a extração, o minério será processado para concentrar o Nb. Isso geralmente envolve moagem do minério e separação dos minerais de interesse por processos físicos e químicos. Onde o Nb concentrado passará por um processo de purificação com o intuito de remover impurezas e contaminantes (NETÉ; PURCELL; NEL, 2014).

Entre os métodos mais comuns empregados na fabricação de materiais metálicos em pó, podemos destacar vários processos, cada um com suas particularidades e finalidades específicas. Destes procedimentos mais usuais pode-se citar os processos químicos, conhecido

também como redução de óxidos, processos físicos que envolve a atomização, onde metais líquidos são convertidos em partículas finas utilizando jatos de água ou gás, eletrodeposição que é um processo que utiliza a eletrólise para depositar uma camada metálica a partir de uma solução líquida, formando pó metálico no eletrodo. Processos mecânicos que tem como característica a redução em estado sólido, onde materiais são moídos ou triturados até alcançarem a forma de pó (ASM, 1998). Por fim, a hidrogenação sendo a fragilização pelo gás Hidrogênio (H_2). Esse processo aproveita a capacidade do hidrogênio de penetrar nos metais, alterando suas propriedades mecânicas e tornando-os mais fáceis de moer ou pulverizar (GABRIEL *et al.*, 2012).

Os pós de Nb provém da usinagem do lingote de Nb, onde os cavacos com espessuras variadas serão hidrogenados. Entretanto, uma hidrogenação de cavacos menos espessos ocorre mais rápido que a hidrogenação de cavacos mais espessos. Após a usinagem, os cavacos que surgiram são enrolados manualmente, garantindo um formato de malha, e em seguida é feito o processo de limpeza da amostra para remoção de fluido de usinagem (SILVA, 2001).

Logo em seguida os cavacos passarão por uma lavagem alternando com acetona, metil-isobutilcetona (MIBK) e água. Depois desse processo, o óleo já não está mais na superfície do cavaco, e então é realizado o processo de decapagem química através de uma solução ácida de HF : HNO_3 : H_2O (1:1:1), para evitar a formação de uma camada de óxido espessa, que irá impedir o rendimento da hidrogenação (SILVA, 2001). Depois os cavacos são prensados em uma matriz, chamado de briquetes, aí é inserido no reator.

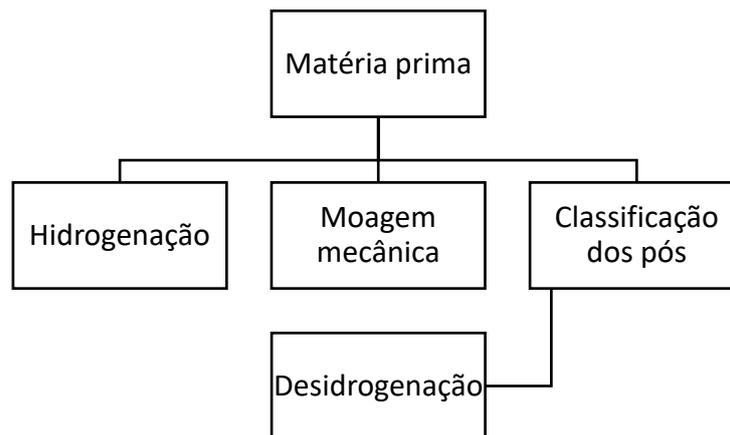
2.3 Hidrogenação

O processo de produção de pó de Nb por hidrogenação é um processo em que ocorre a fragilização por H_2 . Este método é utilizado para produzir pós de Nb com alta pureza e tamanho de partícula controlado. As partículas de Nb são submetidas a um processo de hidrogenação, onde são expostas a uma atmosfera de H_2 em alta temperatura (GABRIEL *et al.*, 2011). O Nb reage com o H_2 para formar hidretos de nióbio (NbH_x), geralmente NbH_3 . Após a hidrogenação, o material é submetido a um processo de fragilização por H_2 . Neste processo, o Nb hidrogenado é resfriado rapidamente, resultando na quebra das partículas em pó fino. Após a fragilização, o pó de Nb hidrogenado é submetido a um processo de desidrogenação, onde o H_2 é removido

das partículas de Nb. Isso é feito aquecendo o pó a uma temperatura adequada para liberar o H₂ (GABRIEL *et al.*, 2011; NASCIMENTO *et al.*, 2021).

O pó de Nb desidrogenado é então moído para obter o tamanho de partícula desejado e é classificado para garantir a uniformidade das partículas. Em alguns casos, o pó pode passar por processos adicionais de purificação para remover quaisquer impurezas residuais. O processo de hidrogenação e fragilização por H₂ é usado principalmente para produzir pós de Nb de alta qualidade, especialmente para aplicações onde a pureza e o tamanho de partícula controlado são essenciais (NASCIMENTO *et al.*, 2021) .A Figura 1 identifica o passo a passo do processo.

Figura 1 – Fluxograma Hidrogenação-Desidrogenação.



Fonte: Adaptado Fialho, 2019.

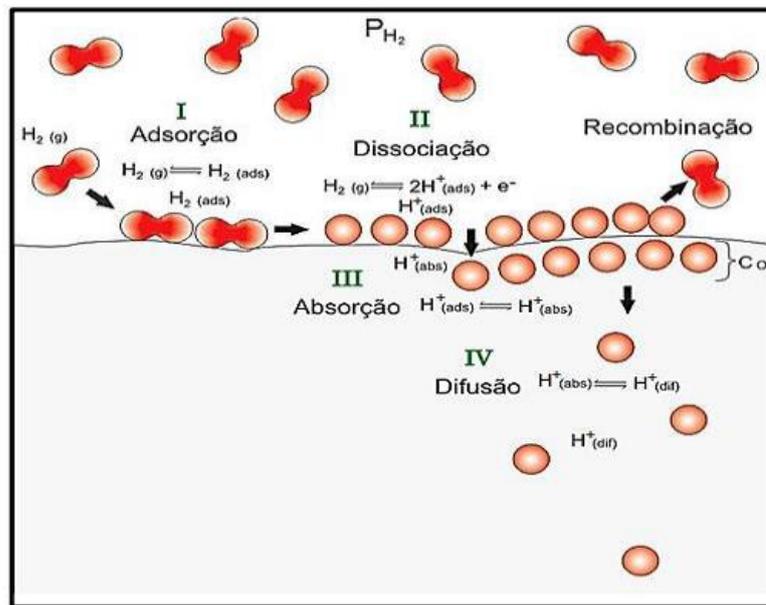
2.3.1 Hidrogênio nos metais

O hidrogênio é um dos elementos mais abundantes no universo, com característica de ser um gás seguro, limpo e de alto valor calorífico, é o elemento mais simples, com seu átomo formado por um elétron e um próton. Entretanto, apesar de sua abundância no universo há pouco hidrogênio livre na terra, pelo fato de que suas moléculas são tão leves e sua movimentação tão rápida, a tendência é que escapem da gravidade do nosso planeta. Este elemento na maioria das vezes é encontrado na forma de composto químico que são seus

pequenos átomos que se difunde nos metais através da estrutura cristalina, de maneira intersticial (JUNIOR; BIEHL; VOLCANOGLO, 2014; KUMAR *et al.*, 2022).

Diversas fontes podem ocasionar a interação dos átomos de hidrogênio com a microestrutura dos metais. Em seu estado gasoso, possui volume muito elevado para que possa se difundir na grande variedade dos metais. Já em sua forma atômica, se difunde de maneira mais rápida que qualquer outro átomo intersticial ou substitucional, levando em conta que seu coeficiente de difusão é elevado e possui baixa energia de ativação, esses fatores estão diretamente ligados ao fato de sua massa ser pequena (JUNIOR; BIEHL; VOLCANOGLO, 2014). Entretanto, antes que a difusão ocorra, primeiro vem a interação metal-meio, é o processo no qual o hidrogênio sofre a adsorção e absorção na superfície do metal, logo após esse processo ele será então difundido para o interior da rede cristalina (FERRIN *et al.*, 2012). A Figura 2 representa um esquema com as seguintes etapas da dissolução do Hidrogênio.

Figura 2 – Representação das etapas de interação entre o hidrogênio e a superfície metálica.

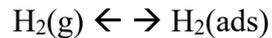


Fonte: Teles, 2019.

O processo no qual se denomina por dissolução, é necessário que a superfície do metal esteja em contato direto com o gás hidrogênio, e este processo é formado por quatro etapas, nas quais são: adsorção física (fisissorção), adsorção química (quimissorção), penetração e difusão, podendo ser descritas das seguintes maneiras a seguir (JUNIOR; BIEHL; VOLCANOGLO, 2014):

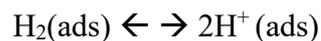
- **Adsorção Física**

Nesta etapa as moléculas do gás são ligadas fracamente a superfície do material, pelo modo denominado de forças de Van der Waals. Vale ressaltar que neste tipo de interação não ocorre transferência de carga entre o substrato e o adsorvido, e por isso pode-se afirmar que esta então não é uma ligação química.



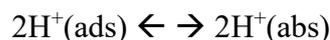
- **Adsorção Química (dissociação de moléculas de gás)**

Esta etapa é onde ocorre fortes interações envolvendo as moléculas adsorvidas e os átomos da superfície do material, havendo trocas de elétrons entres eles, gerando então uma reação química na superfície.



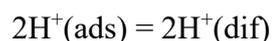
- **Absorção na superfície metálica**

Para que esta etapa ocorra no processo, é preciso que os átomos adsorvidos se difundam, começando pelos sítios de dissociação até os locais na superfície onde possuam baixa barreira de potencial, sendo necessário que os átomos de hidrogênio vençam essa barreira de potencial para que então possa ter acesso ao interior da rede cristalina do material.



- **Difusão e dissolução no metal**

Os átomos de Hidrogênio se difundem para o interior do material.



A fragilização por hidrogênio pode-se definir a princípio como redução da ductilidade do metal assim que este elemento é introduzido no material. Entretanto, todos os outros tipos de danos que o hidrogênio possa vir a trazer com sua entrada no metal são chamados de um grosso modo de fragilização por hidrogênio. Quando se conhece o tipo de efeito causado pelo

hidrogênio em relação às propriedades mecânicas do metal, esse processo de fragilização tem duas maneiras de serem classificados, podendo ser ou não reversíveis.

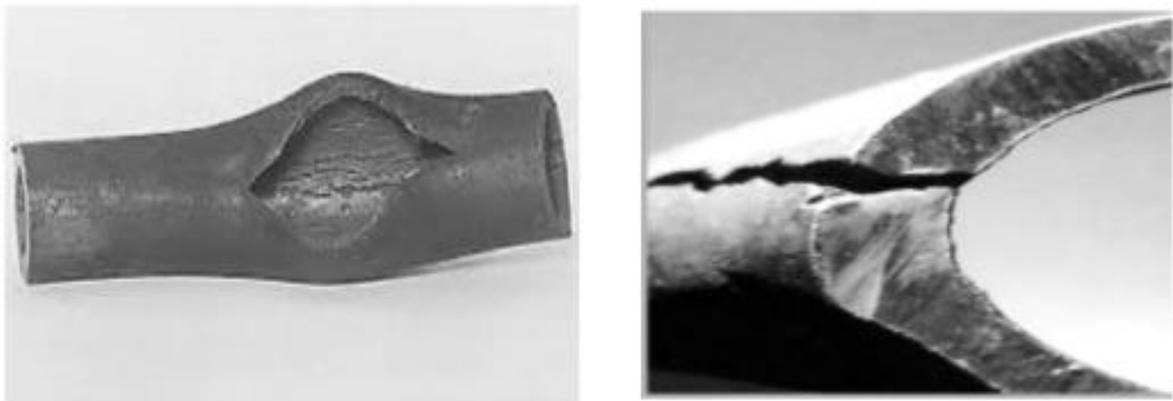
A fragilização reversível ocorre quando um material perde sua ductilidade devido à presença de hidrogênio, mas essa perda pode ser revertida depois que o hidrogênio é removido. O grau de fragilização depende da quantidade de hidrogênio no material e da sua resistência.

Na fragilização irreversível, o hidrogênio absorvido causa danos graves ao metal, reduzindo sua ductilidade e resistência. Mesmo após a remoção completa do hidrogênio, esses danos permanecem. Alguns exemplos dessa fragilização são: (RENGASWAMY e RAJAGOPALAN, 1980 *apud* DUVAIZEM, 2009):

- **Bolhas - *Blistering***

Blistering é o defeito na superfície do metal que ocorre a temperatura ambiente, hidrogênio nos vazios ou descontinuidades formam bolhas, aumentando a pressão causando tensões fazendo com que abra fissuras e trincas conforme a Figura 3.

Figura 3 – Bolhas de Hidrogênio.



Fonte: Ghosh, 2024.

- **Ataque de Hidrogênio em alta temperatura**

Ataque de hidrogênio em alta temperatura (High Temperature Hydrogen Attack - HTHA) é a perda de resistência causada pelo hidrogênio que reage com as partículas de carboneto no metal, formando CH_4 . Esse tipo de fragilização está mais suscetível em equipamentos que trabalham em ambientes de altas temperaturas. Pode-se citar como exemplo, os reatores que são recipientes utilizados para reações químicas, em altas temperaturas e

sofrendo pressão que geralmente são em conjunto com o H_2 . A Figura 4 representa o ataque de hidrogênio na superfície do metal (ALI, 2020).

Figura 4 – Ataque de hidrogênio em alta temperatura.

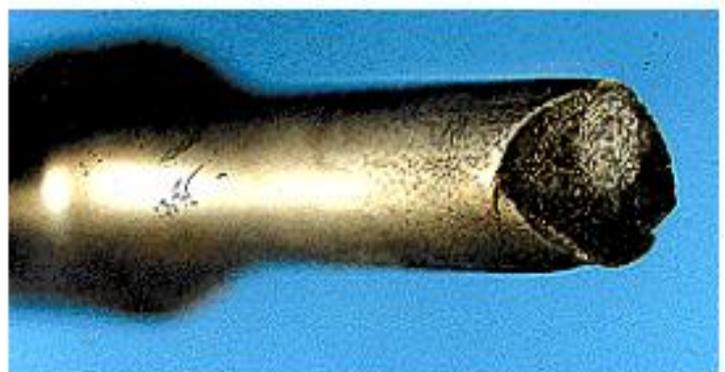


Fonte: R-Tech Materials, 2024.

- **Fragilização por formação de hidretos**

A Figura 5 representa a fragilização por hidrogênio, ocorre em metais ou ligas de alta resistência que absorvem grandes quantidades de H, como Zr, Ti, V, Ta e Nb. Nesses casos, os átomos de hidrogênio irreversíveis fazem com que os hidretos formados se tornem partículas frágeis e de baixa resistência, que causam quebras e fraturas no metal (GHOSH, 2024).

Figura 5 – Fragilização por formação de hidretos.



Fonte: Silva, 2007.

2.4 Metalurgia do Pó

A Metalurgia do Pó (MP) é um processo no qual se possibilita a fabricação de peças, componentes e ferramentas a partir da moagem de materiais metálicos, não metálicos e cerâmicos na forma de cavaco ou pó, seguido de prensagem e sinterização. Este tipo de processo se difere da fundição convencional pelo fato de utilizar temperaturas mais baixas, sendo assim, não contém materiais em sua fase líquida (DELFORGE *et al.*, 2007; ANGELO, SUBRAMANIAN, RAVISANKAR, 2008).

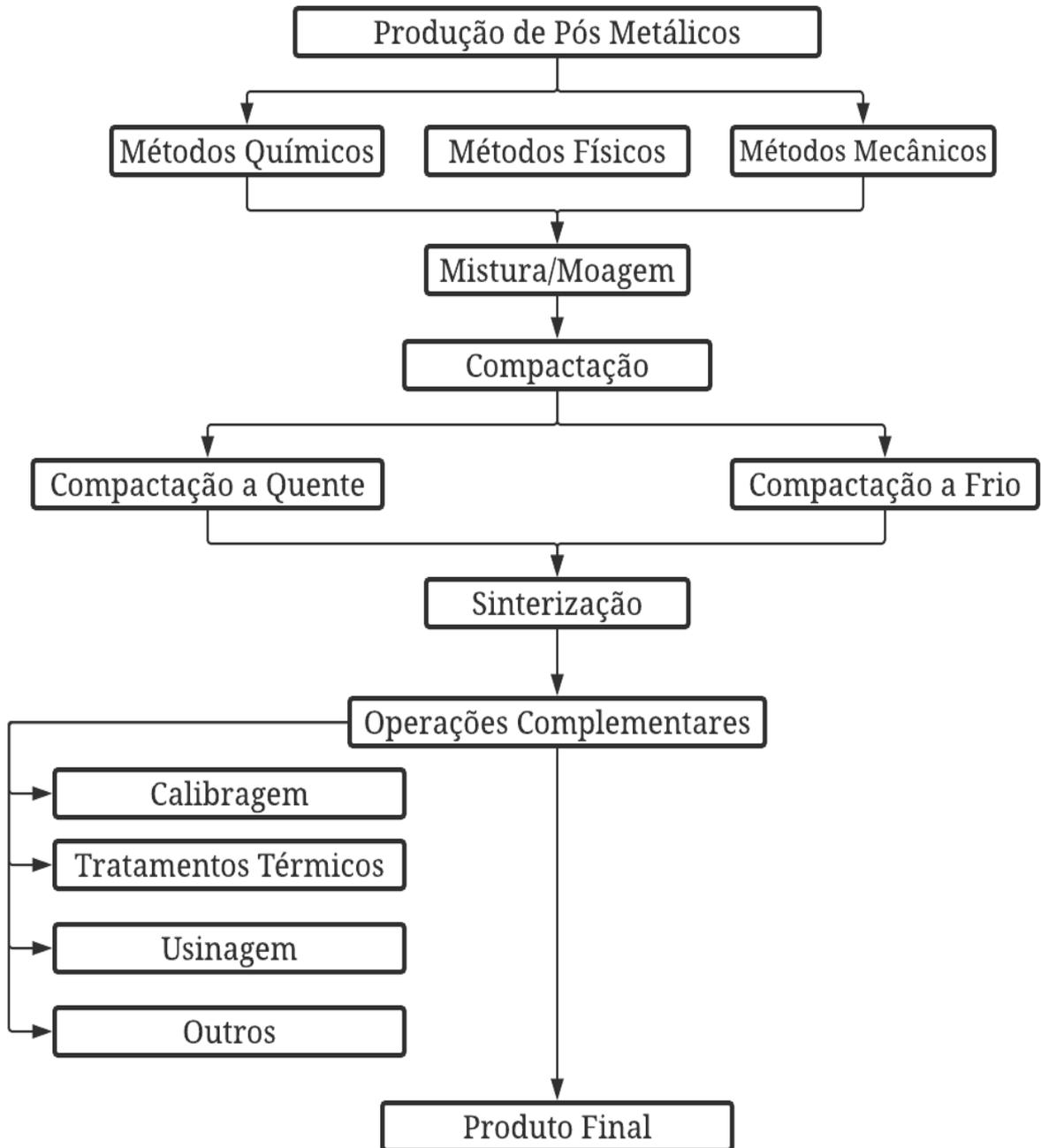
As peças que são produzidas a partir do processo de MP podem ser empregadas em vários setores da engenharia. Na indústria automotiva, elas são utilizadas em componentes como amortecedores, bielas de motor, engrenagens etc. No setor aeroespacial, a MP é importante para a produção de turbinas, e outros equipamentos que possuem alta resistência. Já na área médica, o processo é aplicado na fabricação de instrumentos cirúrgicos e próteses ortopédicas. No geral, uma vasta variedade de materiais pode ser processada pela MP devido a sua alta aplicabilidade nas indústrias (FIALHO, 2019).

A MP é o método ideal para fabricação de metais refratários, como W, Mo, Ta e Nb, que são fundamentais na produção de materiais resistentes ao calor e ferramentas de alta dureza. Devido aos elevados pontos de fusão desses metais e ao custo de fornos convencionais (MATTE, 2018), a MP surge como uma alternativa mais viável (FIALHO, 2019). Embora ainda represente uma pequena parcela da indústria metalúrgica mundial, a MP destaca-se por oferecer benefícios como a eficiência no uso da matéria-prima (97%) (AZEVEDO; SERRENHO; ALLWOOD, 2018). As principais vantagens deste processo, incluem a produção de peças com formas quase finais, alta eficiência energética, controle microestrutural e de porosidade (TALEGHANI, 2014).

O processo MP é composto por cinco etapas principais interligadas: produção de pós, mistura, compactação, sinterização e operações complementares, cada uma desempenhando um papel crucial na definição das propriedades finais dos materiais. A produção de pós determina características fundamentais, como granulometria, morfologia e pureza, que impactam diretamente a processabilidade e o desempenho do material. A etapa de mistura assegura a distribuição homogênea dos componentes, enquanto a compactação confere densidade e forma inicial ao material. Na sinterização, o aquecimento controlado promove a difusão atômica, resultando na densificação e no fortalecimento da estrutura. Por fim, as operações complementares, como tratamentos térmicos, usinagem ou aplicação de revestimentos, ajustam

características específicas e aprimoram o acabamento do produto, de acordo com a Figura 6. (FIALHO, 2019).

Figura 6 – Fluxograma Metalurgia do pó.



Fonte: Fialho, 2019.

2.5 Moagem de Alta Energia

A Moagem de Alta Energia (MAE) ou High Energy Milling, foi desenvolvida na década de 1960, é uma técnica na área de processamento de materiais, utilizada para a produção de materiais homogêneos, por meio de misturas de pós elementares em moinhos. As partículas dos pós que são submetidos a impactos ao se chocarem com bolas de metal dentro de um jarro fechado, podendo ser em diferentes tipos de moinhos, resultam em mudanças nas suas propriedades físicas e estruturais (SURYANARAYANA, 2001). Existem dois termos diferentes para o processo de MAE: *Mechanical Alloying* (MA) que consiste em uma liga homogênea através de uma mistura de pós de diferentes metais ou ligas e *Mechanical Milling* (MM) que é um processo em que produz o pó a partir de metais puros, cavacos, intermetálicos ou ligas (SURYANARAYANA, 2001).

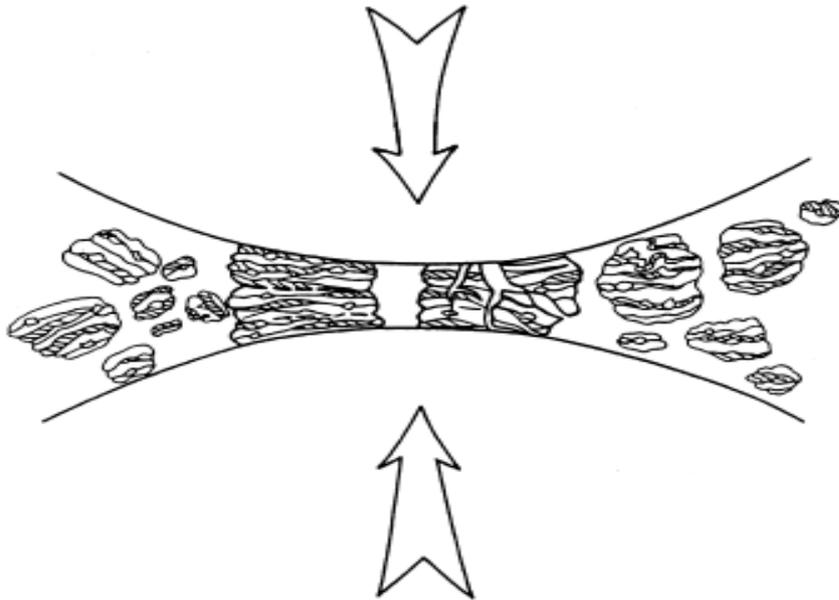
No processo de MAE dois ou mais tipos de pós podem ser misturados, e entre as mudanças que podem ocorrer nos materiais dentro do moinho, não só apenas a fragmentação, mas também intensas deformações plásticas, fazendo com que ocorra a soldagem a frio, fratura e re-soldagem, assim o processo continua repetidamente, resultando em pós com distribuição uniforme e ou em uma microestrutura mais fina. Outro ponto interessante da moagem de alta energia é sua capacidade de criar ligas de metais que normalmente não se misturariam. Isso ocorre porque a energia gerada pelos impactos é alta o suficiente para romper barreiras energéticas que, em condições normais, evitariam a combinação entre esses metais (SURYANARAYANA, 2001).

No processo MAE, as mudanças na morfologia dos pós estão diretamente ligadas às propriedades dos materiais envolvidos, que podem ser classificados como dúctil-dúctil ou dúctil-frágil. Nos materiais dúcteis, a deformação resulta em partículas achatadas e lamelares, que tendem a se unir devido à soldagem a frio, um efeito indesejado que aumenta o tamanho das partículas. Em misturas dúctil-frágil, as partículas frágeis geralmente são envolvidas pelas dúcteis durante a moagem, ficando encapsuladas. Esse encapsulamento, combinado com a intensa deformação, aumenta a fragilidade do material e frequentemente ocasiona fraturas excessivas das partículas (SURYANARAYANA, 2001). A Figura 7 representa um esquema das partículas do pó se chocando com as bolas de moagem.

Um aspecto fundamental da MAE é sua versatilidade, que permite a produção de materiais com propriedades únicas, como ligas metálicas com alta resistência mecânica, pós nanocristalinos e até compósitos com matrizes metálicas ou cerâmicas. Essa técnica se destaca

por sua capacidade de operar em condições controladas, como atmosferas inertes, reduzindo a contaminação dos pós e ampliando suas aplicações. Além disso, a MAE é essencial para a síntese de novos materiais que atendam a demandas industriais e tecnológicas crescentes, promovendo avanços significativos na ciência dos materiais (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 7 – Esquema do processo de moagem.



Fonte: Suryanarayana, 2001.

2.5.1 Variáveis do processo de moagem

De acordo com Suryanarayana (2001) o processo de moagem de alta energia depende de diversas variáveis, que estão ligadas entre si e influenciam diretamente na microestrutura final e as fases do material que se deseja obter. Dessa forma, para que se possa garantir o sucesso do processo, é preciso que haja um ajuste correto do conjunto extenso de variáveis interligadas, que são elas:

- **Agente de Controle de Processo (ACP)**

Durante o processo de moagem, as partículas de pó são submetidas a choques extremos pelas esferas metálicas, resultando em deformações mecânicas que podem levar tanto à soldagem a frio quanto à fratura. Esse comportamento depende diretamente das características

e propriedades dos materiais em processamento, sendo mais comum em materiais dúcteis, que apresentam maior tendência à soldagem a frio (SURYANARAYANA, 2001). O ACP na maioria das vezes é utilizado no processo de mistura dos pós na moagem na proporção de 1 a 2% em peso, e tem como principal função diminuir a soldagem a frio das partículas, impossibilitando a aglomeração entre elas. Para materiais que são do tipo dúcteis, o ACP mais utilizado no processo é o ácido esteárico (ZHAO e CHANG, 2013; HOSSEINI-GOURAJOUBI *et al.*, 2015).

- **Proporção bola-pó**

A proporção entre massa de esferas e massa de pó é um parâmetro importante, que está diretamente relacionado à eficiência do processo de moagem. Segundo Suryanarayana (2001), essa proporção pode variar entre 1:1 220:1, dependendo do volume do recipiente de moagem a ser utilizado no processo. Para moinhos que possuem maior capacidade, a proporção adequada varia entre 50:1 e 100:1. Já em jarros com menor capacidade, normalmente trabalha com proporções menores, como 10:1, que é 10 gramas de esferas para cada 1 grama de pó. A proporção bola-pó é inversamente proporcional ao tempo de moagem, quanto maior for a relação entre as esferas e a massa de pó, menor será o tempo necessário da moagem até chegar ao tamanho de partículas desejado, isso se deve ao maior número de colisões que ocorre entre as esferas e as partículas. É recomendado que pelo menos um terço do jarro esteja livre para que possa ocorrer as colisões com uma energia maior (TEODORO, 2018).

Neste processo, a utilização de diferentes tamanhos de esferas eleva o número de colisões com as partículas do pó, causando maior energia de impacto, o que favorece a quebra de partículas maiores e o refinamento das menores (SALILI *et al.*, 2011). A proporção entre as esferas e pó é classificada de modo que as esferas de diâmetros maiores sejam utilizadas para moer partículas maiores e mais duras, enquanto as esferas de diâmetros menores são utilizadas para o refinamento da mistura de pós.

- **Atmosfera de moagem**

O pó a ser processado, não estará livre de contaminação, devido a atmosfera presente no interior do jarro onde será feito a moagem e este é o principal fator que se deve evitar. Quando o material é processado em atmosfera ambiente, ele pode sofrer oxidação devido o contato com o oxigênio (O₂), gerando uma camada de óxido. A oxidação pode afetar as propriedades do material, como a resistência e a pureza, prejudicando a qualidade do pó. Além disso, a formação de óxido pode dificultar processos subsequentes, como a sinterização ou a

compactação do pó, interferindo no desempenho do produto final (SURYANARAYANA, 2001).

O interior do recipiente de moagem geralmente possui sua atmosfera em meio a vácuo ou preenchido com um gás inerte, podendo ser argônio ou hélio. Entre eles o argônio de alta pureza é o mais viável devido sua eficiência para evitar contaminação e oxidação do pó, sendo amplamente utilizado em processos de moagem e tratamento térmico. A utilização de gases inertes também contribui para melhorar a consistência do processo e garantir a homogeneidade e pureza do material processado (SURYANARAYANA, 2001).

- **Velocidade de moagem**

A velocidade de moagem é um parâmetro muito importante para ser definido no processo, detém um papel fundamental para a eficiência, pois irá influenciar diretamente na energia das colisões entre as esferas e o pó e conseqüentemente no tempo de moagem necessário (SURYANARAYANA, 2001). A velocidade de certa maneira ao estar relacionada com a influência do processo, também se relaciona a temperatura. Ao utilizar velocidades mais altas no processo, pode acontecer que a temperatura se eleve no interior do jarro de moagem, em alguns casos este fator pode favorecer a difusão, homogeneização e formação de ligas. Entretanto, em alguns casos a temperatura pode ser prejudicial, causando tanto reduções metaestáveis, quanto soluções supersaturadas podendo aumentar o risco de haver contaminações nos pós (MOUMENI *et al.*, 2013).

Velocidades não condizentes, sendo relativamente baixas tornam o processo de moagem mais demorado, o que está ligado diretamente a sua eficiência, sendo assim a energia cinética das colisões é baixa para poder causar deformação mecânica necessária nas partículas. Todavia, velocidades muito altas nem sempre é sinônimo de eficiência no processo, visto que podem levar a um aquecimento excessivo, podendo resultar em formação de fases indesejadas, sem contar que o desgaste das esferas vai ser maior (SONI, 2001).

- **Tempo de moagem**

O tempo de moagem é um parâmetro importante do processo de moagem, já que ele desempenha um papel que influencia na moagem dos materiais. Esse parâmetro deve ser ajustado de tal modo que haja o equilíbrio entre a fratura do material e a soldagem a frio, levando em consideração fatores como o tipo de moinho empregado, a velocidade de moagem, a proporção entre massa e esfera, além do tipo de pó a ser trabalhado levando em consideração suas características (SURYANARAYANA, 2001).

Com o aumento do tempo de moagem, o pó sofre alterações significativas em suas características, modificando o formato e o tamanho das partículas, além de influenciar a porosidade dos componentes e peças finais produzidos a partir desse material (JESUS, 2019). No entanto, um tempo excessivamente prolongado deve ser evitado, pois pode causar desgaste nos componentes do moinho, resultando na contaminação do material processado e possibilitando o surgimento de fases indesejadas, que comprometem as propriedades finais do produto (SURYANARAYANA, 2001).

- **Tipos de moinhos**

No processo de moagem há diversos tipos de moinhos, sua empregabilidade varia de acordo com a capacidade de produção de pó por moagem, eficiência e mecanismo de operação. Os moinhos atritores, planetários e vibratórios são os mais utilizados, e sua empregabilidade depende dos tipos de materiais e características, se são dúcteis ou frágeis, levando em conta também o objetivo que se deseja chegar na moagem (SALGADO, 2002).

O moinho planetário de bolas é mais utilizado, ele recebe este nome pois seu movimento é similar ao de um planeta. Ele possui uma base que rotaciona em torno de um eixo principal. Nesta base são fixados os recipientes contendo o material a ser moído (jarros), e os jarros rotacionam em torno de seu próprio eixo em sentido diferente, conforme Figura 8, causando assim o movimento de translação e rotação dos jarros. Os pós em conjunto com as esferas dentro do jarro sofrem uma força centrífuga oriunda do movimento de rotação e translação do moinho, esta força causa impactos entre os corpos no interior do jarro, proporcionando a moagem do material (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 8 – Moinho Planetário de Bolas.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

O recipiente de moagem, conhecido como jarro, é um componente essencial no processo de moagem, influenciando diretamente a qualidade e a eficiência do material processado. Para evitar contaminações indesejadas, ele deve ser fabricado com materiais altamente resistentes, preferencialmente mais duros que o pó a ser moído. Materiais como aço inoxidável, aço-ferramenta e aço cromado são frequentemente utilizados devido à sua capacidade de suportar os impactos das esferas de moagem.

A escolha do material do jarro também deve considerar a compatibilidade química com o pó processado, pois interações indesejadas podem comprometer as propriedades do produto final. Estudos recentes demonstram que a seleção inadequada dos materiais pode introduzir impurezas que alteram a composição química do pó, prejudicando suas características físicas e mecânicas. Além disso, a resistência mecânica do jarro deve ser suficiente para suportar longos períodos de operação sem desgaste excessivo, garantindo um processo mais eficiente e controlado (SURYANARAYANA, 2001).

Com o prolongamento do tempo de moagem, o desgaste do jarro pode se tornar um problema significativo, levando à contaminação do material processado e à introdução de elementos indesejados no pó. Esse efeito é especialmente crítico em materiais de alta dureza, onde a abrasão dos componentes metálicos do jarro pode ser mais intensa. Para minimizar esse impacto, é recomendável que tanto o jarro quanto as esferas de moagem sejam confeccionados com o mesmo material, reduzindo a heterogeneidade do desgaste e garantindo maior uniformidade ao pó produzido. Além disso, estratégias como a otimização dos parâmetros de moagem e a utilização de agentes de controle de processo podem contribuir para a redução do desgaste e da contaminação (PAULA *et al.*, 2014).

Dessa forma, a escolha adequada do jarro e dos demais componentes do sistema de moagem é fundamental para assegurar a integridade do processo e a qualidade do produto final.

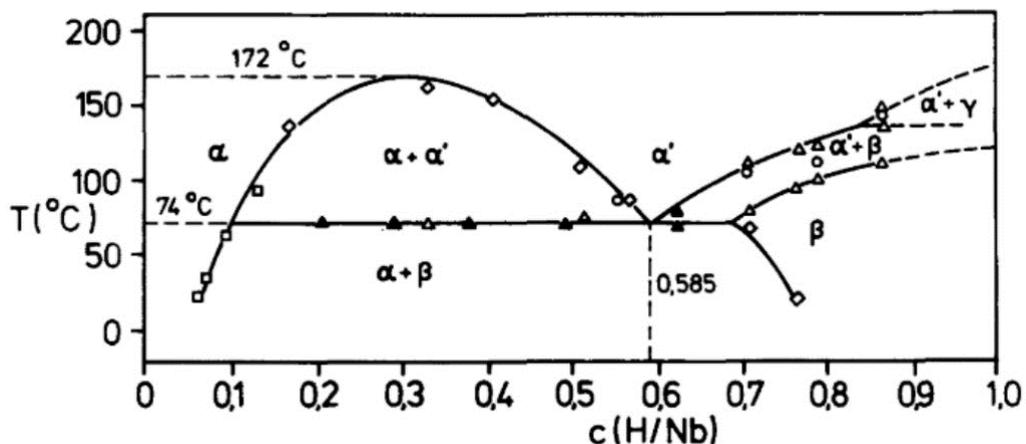
3 FUNCIONAMENTO DO SISTEMA DE HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO

3.1 Hidrogenação-Desidrogenação

Os pós originados de metais refratários como Nb e suas ligas podem ser obtidos pelo processo conhecido como hidrogenação-desidrogenação (HDH). Durante a etapa de hidrogenação, hidretos frágeis serão formados a partir da dissolução do hidrogênio nos sítios intersticiais da estrutura metálica cúbica de corpo centrado (CCC), esses hidretos são responsáveis pela fragilização do metal (GABRIEL *et al.*, 2012). Entre os elementos do grupo 5 A, o Nb é o elemento que demonstra maior permeabilidade ao hidrogênio, mas ao mesmo tempo apresenta baixa resistência à fragilização pelo hidrogênio (KOMIYA *et al.*, 2005).

O hidrogênio forma junto com o Nb um “pseudo-hidreto”. A quantidade total de hidrogênio absorvido diminui quando a temperatura vai aumentando, isto acontece devido à natureza exotérmica da formação do hidreto, este processo é denominado oclusão exotérmica. Para estes casos, condições de equilíbrio do sistema metal-hidrogênio podem ser representadas pelo diagrama de fases, o que é bem parecido ao usual para representar sistemas normais de ligas metálicas (COTTERILL, 1961). A Figura 9 representa o diagrama de fases H-Nb. Os átomos formados nos sítios intersticiais de hidrogênio fazem com que aumente a rede do Nb, sendo ela proporcional à concentração de hidrogênio (ZABEL *et al.*, 1975).

Figura 9 – Diagrama de fases H-Nb, com concentração em fração atômica.



Fonte: Zabel *et al.*, 1975.

As principais características de sua fase são:

- **Fase α e α'** – São fases desordenadas, também chamadas de soluções desordenadas de H em Nb, que têm estrutura cúbica de corpo centrado, com baixas e altas concentrações de hidrogênio, respectivamente. Em temperaturas superiores a 200°C a fase presente é somente α' .
- **Fase β** – É uma fase ordenada, também conhecida como solução sólida intersticial ordenada de Hidrogênio, que têm estrutura ortorrômbica de face centrada. Esta fase corresponde ao hidreto de nióbio, NbH_{1-x} , e sua fragilidade é extremamente alta.
- **Fase $\alpha' + \gamma$** – Não resulta do ordenamento das vacâncias de hidrogênio na fase β -NbH não estequiométrica, que é conhecida por apresentar uma ocupação parcial de hidrogênio nos interstícios da rede cristalina do Nb (MANGHNANI e MARIELLA, 1975).

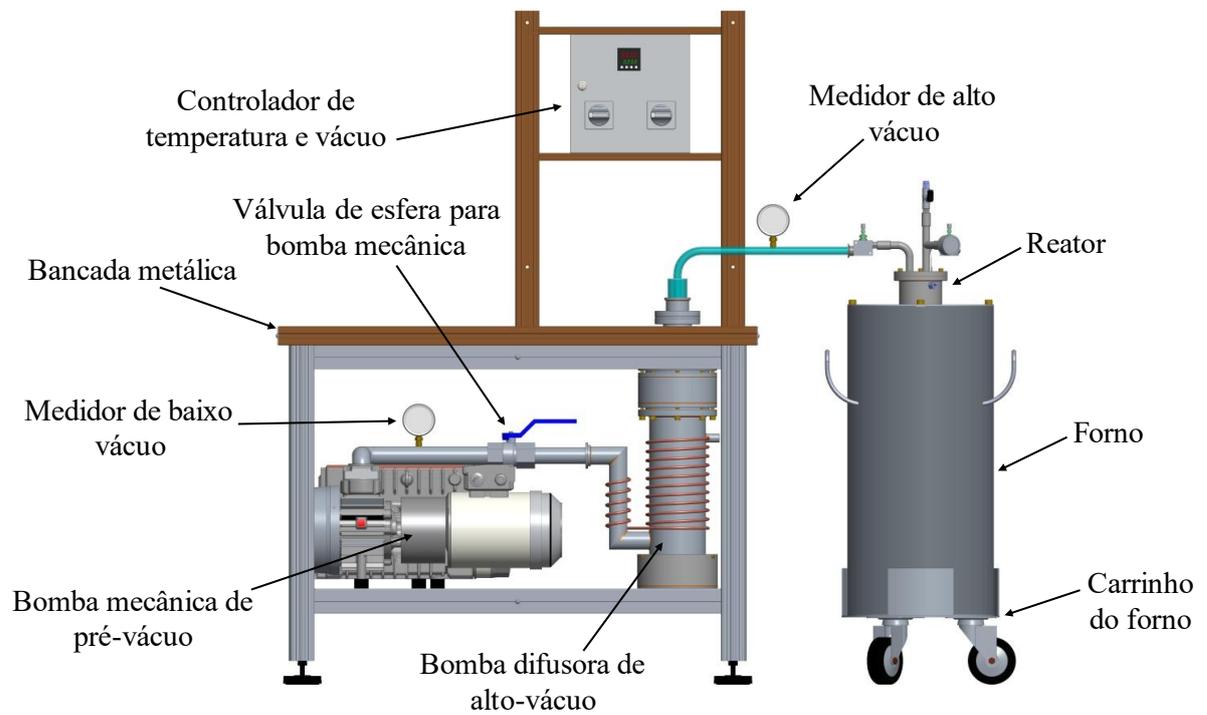
No processo HDH, que é composto por duas etapas, o metal depois de hidrogenado passa pela moagem mecânica sendo reduzido para a forma de pó, logo após a moagem, sofre a segunda etapa, a desidrogenação, onde este material é aquecido sob vácuo para obter o pó metálico correspondente. A grande vantagem do processo HDH deve-se ao baixo custo comparado a outras técnicas, como atomização ou eletrólise em sais fundidos (GABRIEL *et al.*, 2012).

3.2 Sistema de Hidrogenação-Desidrogenação

No sistema HDH para a produção de pó de Nb é composto de equipamentos específicos para realizar cada etapa do processo de forma eficiente. Na primeira etapa são realizados procedimentos para que haja a hidrogenação do material, logo após é realizado os procedimentos para a obtenção dos pós de hidreto de Nb, classificação dos pós e por fim será realizado a desidrogenação dos pós. O material é transferido para um forno de desidrogenação. Este forno é aquecido a uma temperatura adequada para que haja a liberação do hidrogênio dos hidretos de Nb, resultando na formação do pó de Nb desidrogenado (NASCIMENTO *et al.*,

2021). O sistema HDH envolve várias etapas, com seu conjunto de componentes composta de um forno, tubo reator, bomba de vácuo difusora de acordo com a Figura 10. Este sistema proporcionará a hidrogenação no material.

Figura 10 – Sistema de hidrogenação-desidrogenação.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

A amostra de material a ser hidrogenada é inserida no interior do tubo reator em conjunto com o forno, onde a temperatura, pressão e fluxo de hidrogênio devem ser controlados.

4 DESENVOLVIMENTO DO PROJETO HIDROGENAÇÃO-DESIDROGENAÇÃO

O processo HDH é composto por etapas que estão relacionadas aos seus respectivos componentes, que são importantes para que haja a absorção e liberação controlada do hidrogênio nos metais refratários (NASCIMENTO *et al.*, 2021). As etapas são:

4.1 Sistema de Vácuo

Nesta etapa de hidrogenação, é incluso no sistema o vácuo para remover o oxigênio e outros gases residuais presentes na câmara do reator dentro do forno. Isso é importante para que se possa garantir a eficácia da hidrogenação no material que está sendo trabalhado. Uma bomba rotativa de palhetas é utilizada para gerar o pré-vácuo no sistema. A bomba difusora para gerar o alto vácuo.

4.1.1 Princípio de funcionamento

A tecnologia de vácuo é fundamental em diversos processos industriais e de pesquisa, sendo aplicada tanto na fabricação de produtos quanto em pesquisas científicas, abrangendo desde áreas básicas até as mais especializadas. Os sistemas de vácuo podem variar consideravelmente em tamanho e formato, dependendo da natureza das tarefas e das quantidades de gases envolvidas. Além disso, há processos que, embora ocorram em pressões atmosféricas ou mais altas, utilizam a tecnologia de vácuo para remover e adicionar gases ou vapores ao sistema. A grande variedade desses sistemas torna os cálculos e projetos distintos. A escolha adequada dos equipamentos de vácuo depende do conhecimento profundo dos princípios de bombeamento a baixa pressão, sendo essencial para otimizar a instrumentação utilizada (VACUUM, 2008; DEGASPERI, 2021).

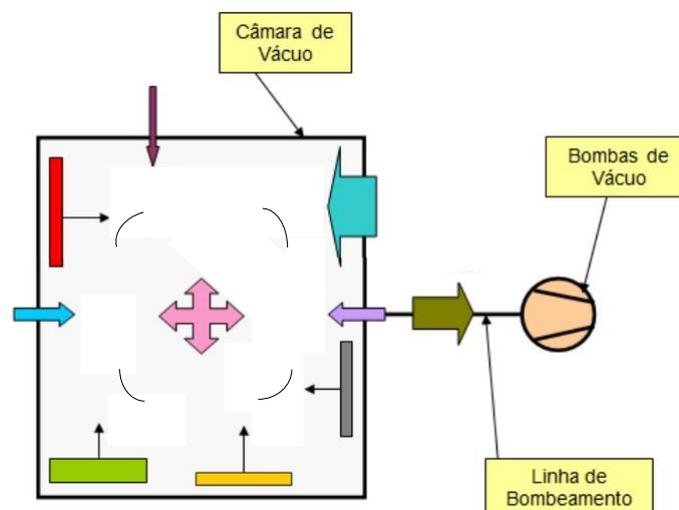
Como os sistemas de vácuo geralmente envolvem custos elevados com seus componentes, é necessário realizar um estudo minucioso do processo, incluindo modelagem e cálculos, para garantir a escolha correta dos equipamentos. Deficiências em projetos de sistemas de vácuo, como a especificação inadequada de bombas, frequentemente surgem devido a simplificações excessivas, o que pode gerar custos adicionais e atrasos. A remoção total de moléculas de gás ou vapor em um sistema de vácuo é fisicamente impossível, o que é uma limitação natural do processo. Por isso, um estudo aprofundado dos sistemas de vácuo é essencial para justificar o investimento e garantir o sucesso do processo (DEGASPERI, 2021).

4.1.2 Modelagem do sistema de vácuo

Os sistemas de vácuo são projetados para criar uma pressão inferior à pressão atmosférica local. Em alguns casos, o vácuo é utilizado para remover parte do gás contido em um recipiente, seguido pela introdução controlada de um gás específico para um determinado processo (DEGASPERI, 2021).

A Figura 11 apresenta um esquema ilustrativo de um sistema de vácuo, destacando suas três partes principais: a câmara de vácuo, onde o processo sob vácuo é realizado; a linha de bombeamento, responsável pelo transporte dos gases; e a bomba de vácuo, que desempenha a função de capturar os gases do sistema (DEGASPERI, 2021).

Figura 11 – Sistema de vácuo.

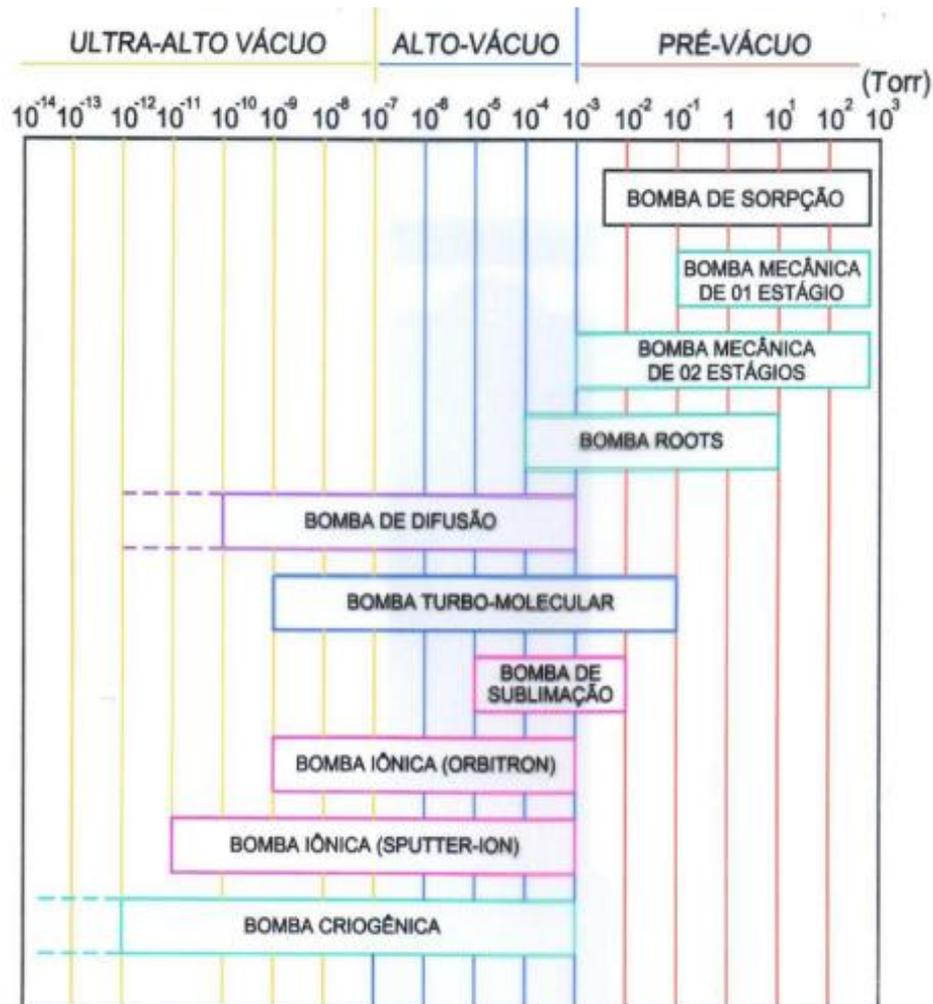


Fonte: Adaptado de Amorim, 2012.

4.2 Tipos de bombas

As bombas de vácuo se classificam de três modos: bombas de ultra-vácuo, alto-vácuo e pré-vácuo conforme Tabela 2.

Tabela 2 – Diferentes tipos de bombas e seus respectivos limites de operação.



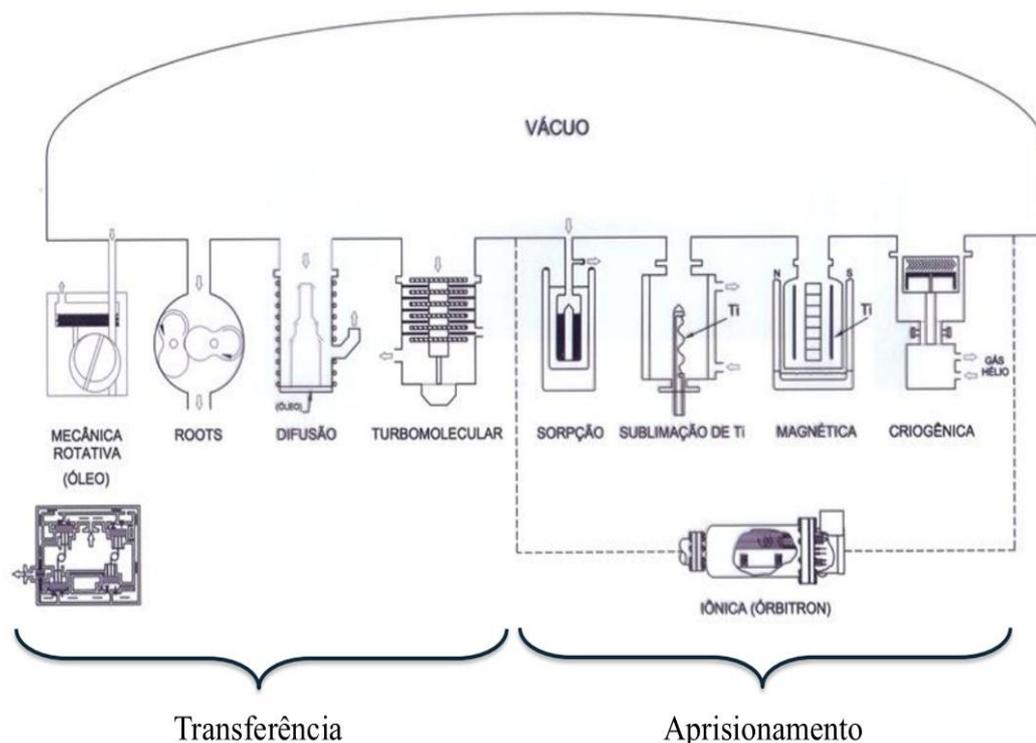
Fonte: Alberton, Medina e Aguiar, 2023.

As bombas classificadas como de pré-vácuo, são aquelas que iniciam seu funcionamento a partir da pressão atmosférica e têm a capacidade de gerar vácuo nas faixas de 10^{-2} a 10^{-3} torr. Essas bombas são fundamentais em diversos processos industriais e laboratoriais que requerem a criação de um vácuo inicial antes de atingir níveis mais baixos de pressão. Exemplos comuns de bombas de pré-vácuo incluem as bombas mecânicas, que operam com

pistões ou rotores para reduzir a pressão do sistema, e as bombas de sorção, que utilizam materiais capazes de adsorver moléculas de gases para criar vácuo. Ambas as tecnologias são amplamente utilizadas devido à sua eficiência em alcançar níveis de vácuo intermediários, sendo frequentemente empregadas em sistemas que necessitam de pressões não tão baixas, mas ainda assim controladas, como em processos de fabricação e na preparação de sistemas para aplicação de vácuo mais profundo (WEISLER e CARLSON, 1980).

A transferência de gás em sistemas de vácuo pode ser classificada em duas categorias principais: direcionamento de gás e aprisionamento de gás, conforme a Figura 12. O direcionamento de gás consiste no transporte em direção a um fluxo preferencial, utilizando sistemas mecânicos ou fluidos em movimento para conduzi-lo ao longo do sistema, isso tende a facilitar sua remoção. Já o aprisionamento de gás, esse processo envolve a captura das moléculas gasosas em substratos ativos, com exemplos como sorção a baixas temperaturas, quimissorção em superfícies reativas, o uso de ligas altamente reativas e materiais microporosos. Esses métodos de aprisionamento frequentemente requerem regeneração periódica, garantindo que o substrato mantenha sua eficácia ao longo do tempo. Ambas as abordagens são complementares e essenciais para a manutenção do vácuo eficiente em diversas aplicações (ALBERTON; MEDINA e AGUIAR, 2023).

Figura 12 – Bombas de vácuo e classificação de transferência de gás.



Há categorias de bombas distintas, como bombas de compressão ou rotatórias que são as bombas mecânicas, roots, por membranas, bombas de transferência de momentum como turbo bombas, difusoras e as bombas de adsorção que são as criogênicas, bombas iônicas. Apesar dessa diversidade de bombas, objetivo final sempre é retirar o gás livre de um recipiente.

4.2.1 Bomba de pré-vácuo

Existem diversos tipos de bombas de pré-vácuo, que também são denominadas mecânicas, cada uma com características específicas que atendem a diferentes necessidades. Alguns exemplos delas são: bombas de palhetas rotativas, bombas de diafragma, e bombas de Roots, são particularmente eficazes para pressões na faixa de 10^{-2} torr e são amplamente usadas em sistemas industriais e de pesquisa que requerem pressões mais baixas. A escolha do tipo de bomba depende de uma série de fatores, como a aplicação específica, o tipo de fluido a ser bombeado e as condições operacionais do sistema de vácuo (WEISSLER e CARLSON, 1980).

4.2.2 Bomba mecânica de palhetas rotativas

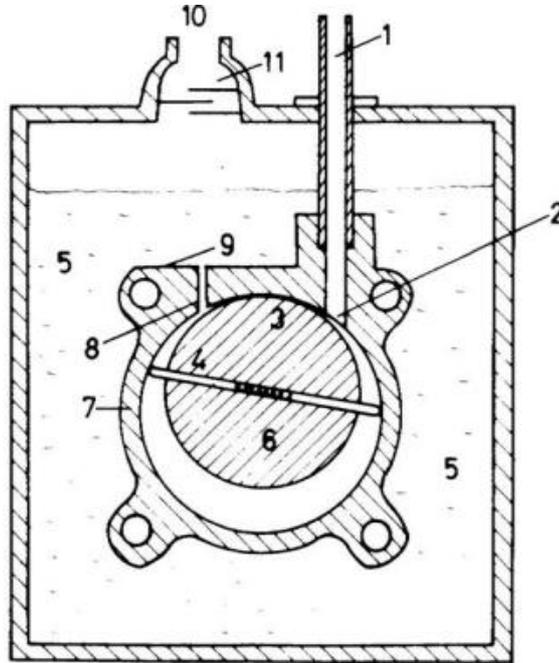
As bombas rotativas, também chamadas de bombas de palheta rotativa, são extremamente versáteis e utilizadas em diversas aplicações, desde laboratoriais até industriais.

Esse tipo de bomba é composto por um estator com formato cilíndrico, no qual é inserido um rotor montado de forma excêntrica conforme a Figura 13. O rotor possui duas fendas diametrais onde estão inseridas palhetas móveis, que são pressionadas contra a superfície interna do estator por meio de molas ou pela força centrífuga gerada pela rotação do rotor. Esse movimento gera um aumento na pressão e na vazão do fluido bombeado (GAMA, 2002).

Tanto o estator quanto o rotor são fabricados em aço, enquanto as palhetas podem ser confeccionadas em aço ou em materiais compósitos poliméricos, dependendo das características do fluido e das condições de operação. As extremidades do estator são seladas por placas que também suportam o eixo do rotor, garantindo a estanqueidade e a durabilidade

do sistema. O estator é projetado com orifícios que servem como entrada e saída de gás, facilitando a transferência do fluido de forma eficiente (GAMA, 2002).

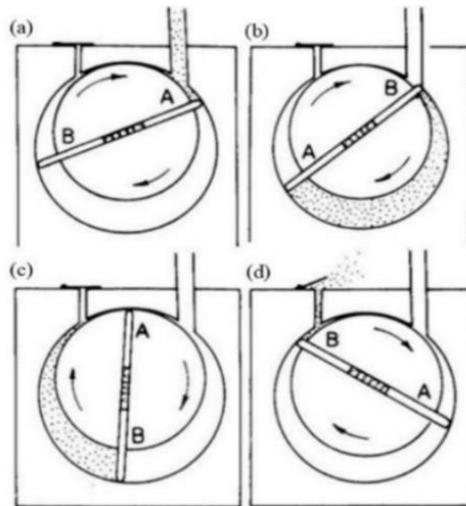
Figura 13 – Desenho em corte da bomba de palhetas rotativas.



Fonte: Gama, 2002.

A entrada da bomba é conectada ao sistema a ser evacuado por meio de tubulações adequadas, geralmente equipadas com filtros de pó para garantir a remoção de partículas indesejadas. Esses filtros ajudam a proteger os componentes do sistema, como válvulas e bombas, de contaminação, prolongando sua vida útil. Já a saída é direcionada para um sistema de exaustão, sendo controlada por uma válvula, que pode ser feita de metal ou borracha, e funciona dobrando-se lateralmente. Em muitos casos ela é submersa em óleo, visando reduzir o desgaste causado pela fricção e fornece uma instalação eficiente, impedindo vazamentos de gás (GAMA, 2002). Na Figura 14 contém um esquema com o princípio de funcionamento da bomba. A sua ordem de funcionamento é: (a) é amostragem, (b) e (c) é compressão e (d) expulsão.

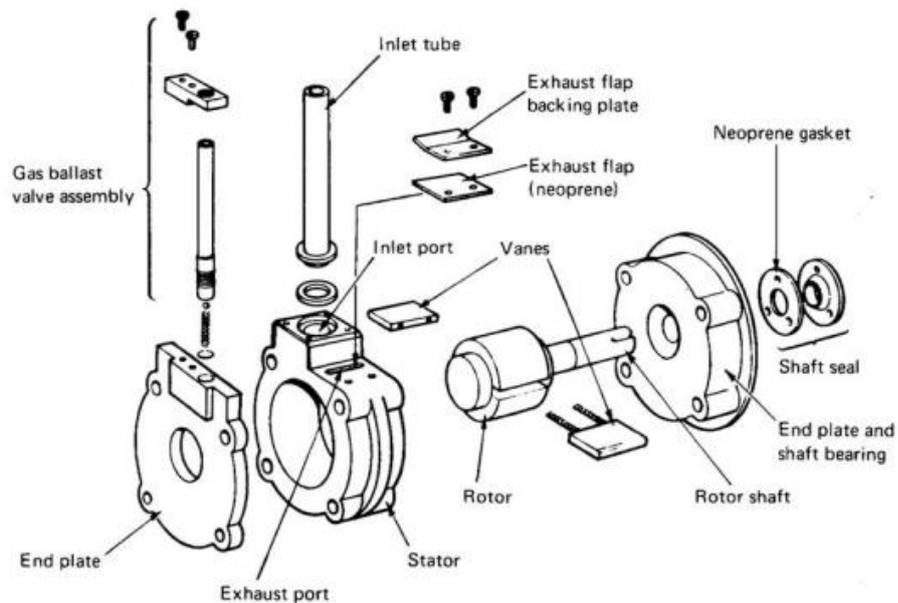
Figura 14 – Funcionamento da bomba de palhetas rotativas.



Fonte: Gama, 2002.

A Figura 15 detalha uma visão explodida do conjunto formado pelo estator e rotor.

Figura 15 – Vista explodida da bomba de palhetas rotativas.



Fonte: Gama, 2002.

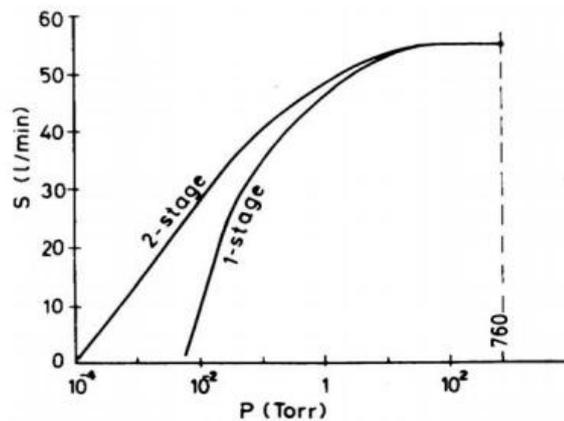
O rotor de uma bomba de palhetas é um cilindro excêntrico em relação ao estator, criando uma câmara dividida em duas zonas de pressão: baixa, para admissão de gás, e alta, para compressão até atingir a pressão necessária para abrir a válvula de saída. A distância entre

o rotor e o estator é extremamente pequena, cerca de 2 a 3 μm , e é selada por um filme de óleo, que também serve para lubrificação e isolamento sonoro nas laterais. As palhetas, que se movem dentro de fendas do rotor, são mantidas em contato com o estator por molas e precisam de lubrificação contínua para evitar desgaste (GAMA, 2002).

O sistema é imerso em óleo, que proporciona lubrificação, vedação e resfriamento. O processo de bombeamento ocorre conforme as palhetas se movem, criando uma diferença de pressão e permitindo a exaustão do gás após a compressão. A pressão mínima que pode ser atingida depende do volume morto da câmara, e quando a pressão se torna suficientemente baixa, o gás não é mais evacuado, mas apenas recirculado. Esse fator pode comprometer a eficácia do processo. A taxa de especificação da bomba é a razão entre a pressão de exaustão e a de entrada, sendo que para alcançar pressões de 10^{-2} torr, é necessário ter uma bomba com uma taxa de especificação de 10^5 . A conexão de sistemas em paralelo ou em série pode alterar a velocidade e a pressão mínima da bomba, dependendo da configuração do sistema e das características de cada estágio. Em uma configuração de dois estágios, a bomba pode alcançar pressões muito baixas, como 10^{-4} torr (McLeod) ou 2×10^{-3} torr (Pirani), com a velocidade de bombeamento variando conforme a pressão interna (GAMA, 2002).

As curvas de velocidades de bombeamento para bombas de palhetas rotativas de um e de dois estágios está demonstrada na Figura 16. Essas curvas ilustram a variação da capacidade de bombeamento em função da pressão interna do sistema, permitindo uma comparação entre o desempenho das bombas em diferentes configurações. No que se apresenta no gráfico é que as bombas de dois estágios possuem um desempenho superior, e com uma capacidade de bombeamento maior em pressão mais baixa em relação às bombas de um único estágio. Isso se deve à capacidade adicional do segundo estágio em reduzir ainda mais a pressão interna.

Figura 16 – Gráfico de curvas da velocidade de bombeamento.



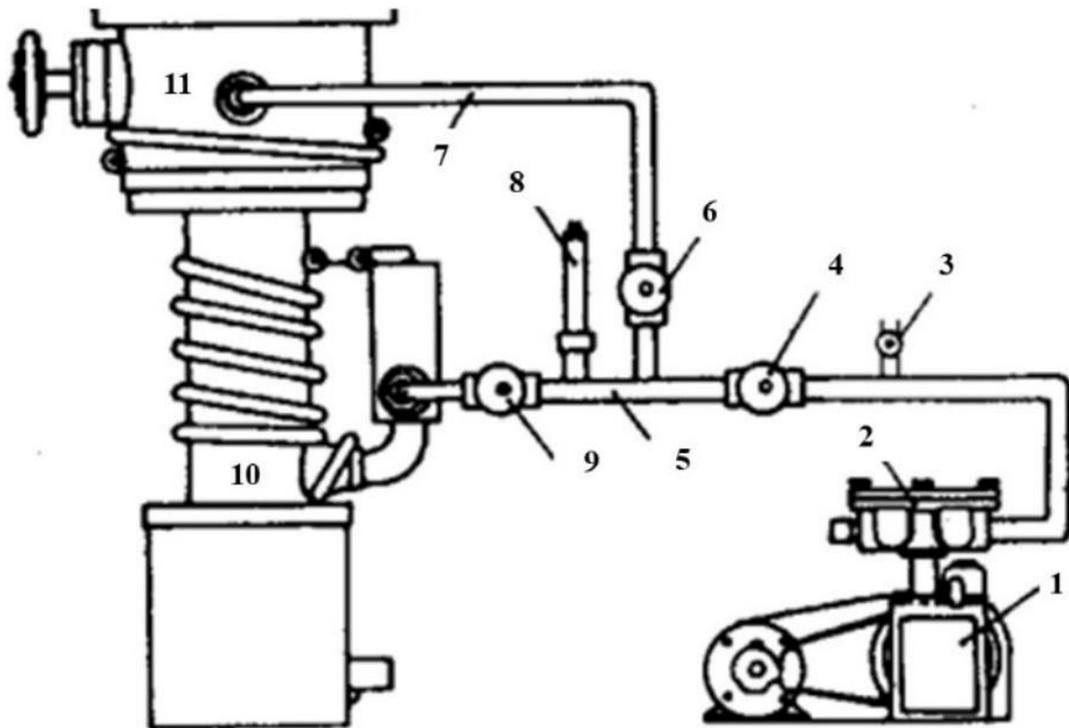
Fonte: Gama, 2002.

4.2.3 Bomba de alto-vácuo

As bombas de alto-vácuo são aquelas projetadas para operar exclusivamente em condições de pressão inferiores à atmosférica, sendo capazes de alcançar níveis de vácuo extremamente baixos, que variam de 10^{-6} a 10^{-10} torr. Exemplos dessas bombas incluem a bomba de difusão, que utiliza um fluido condutor de vapor para capturar e remover as moléculas de gás; a bomba iônica, que ioniza as moléculas de gás para depois capturá-las com um campo elétrico; a bomba criogênica, que usa temperaturas extremamente baixas para condensar os gases em sólidos ou líquidos; e a bomba turbo-molecular, que emprega rotores de alta velocidade para acelerar as moléculas de gás e expulsá-las para o sistema de exaustão. Para que esses tipos de bombas funcionem de maneira eficiente, elas geralmente requerem a assistência de uma bomba de pré-vácuo, que reduz a pressão inicial do sistema para níveis que permitam o funcionamento adequado das bombas de alto-vácuo (WEISSLER e CARLSON, 1980).

A Figura 17 detalha um esquema destacando alguns componentes, onde a bomba de alto-vácuo (difusora) trabalha em conjunto com uma bomba de pré-vácuo.

Figura 17 – Sistema de vácuo com bomba mecânica e bomba difusora.



Fonte: Adaptado de Weissler e Carlson, 1980.

Onde:

- 1 – bomba rotativa;
- 2 – armadilha para vapores;
- 3 – válvula de entrada de ar;
- 4 – válvula de isolamento;
- 5 – linha de pré-vácuo;
- 6 – válvula de pré-vácuo;
- 7 – linha de pré-vácuo inicial;
- 8 – medidor de pressão;
- 9 – válvula de pré-vácuo da bomba difusora;
- 10 – bomba difusora;
- 11 – válvula de alto-vácuo.

A Figura 17 é um sistema de vácuo para experimentos, no qual a câmara é bombeada por uma bomba difusora, que por sua vez é respaldada por uma bomba mecânica de palhetas rotativas. No início da evacuação do sistema, quando a câmara tem gás a pressão atmosférica, a bomba difusora é isolada da câmara pela válvula 11 e da bomba mecânica pela válvula 9, e o gás começa a ser retirado pela bomba primária através da válvula 6. Quando a pressão atinge valores no intervalo de 10^{-2} torr, a válvula 6 é fechada, e as válvulas 11 e 9 são abertas, e a câmara passa a ser evacuada pela bomba difusora, que por sua vez é bombeada pela bomba primária (GAMA, 2002).

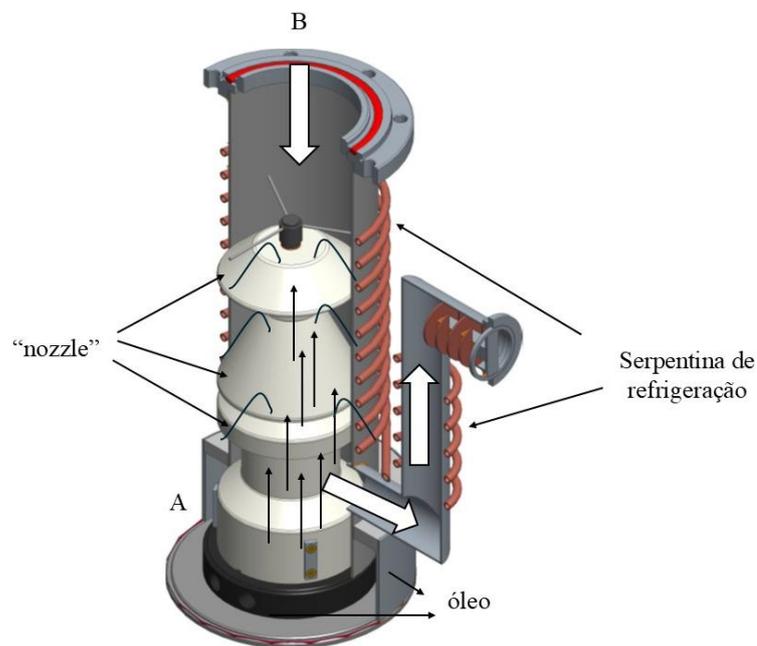
4.2.4 Bomba difusora

A bomba de difusão ou difusora é um equipamento de alto vácuo amplamente utilizado para atingir pressões extremamente baixas. Seu princípio de funcionamento baseia-se no uso de um fluido, geralmente óleo, que é aquecido até vaporizar. O vapor gerado é direcionado a altas velocidades para capturar e remover moléculas de gás do sistema em que a bomba está conectada. A estrutura da bomba consiste em uma carcaça cilíndrica que abriga seus principais componentes. Na base da bomba, o fluido de trabalho é aquecido, transformando-o em vapor. Esse vapor sobe por uma coluna difusora, uma estrutura interna projetada com várias aberturas que direcionam o vapor para formar jatos de alta velocidade. Esses jatos colidem com as

moléculas de gás presentes no sistema, empurrando-as para a parte inferior da bomba (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Na entrada superior, também chamada de flange de entrada, as moléculas de gás provenientes do sistema evacuado são capturadas pelos jatos de vapor. Após serem direcionadas para a base da bomba, essas moléculas são expelidas por uma saída conectada a uma bomba de pré-vácuo, essencial para manter a pressão de operação da bomba de difusão. O vapor de óleo, por sua vez, atinge as paredes internas da bomba, que são resfriadas por água ou outro método. Isso faz com que o vapor condense, retornando ao estado líquido e ao reservatório para reutilização. Esse equipamento é extremamente eficiente para aplicações que exigem vácuo profundo e altas taxas de bombeamento, mas seu funcionamento depende de uma bomba de pré-vácuo para preparar as condições de pressão ideais na saída (WEISSLER e CARLSON, 1980). A Figura 18 demonstra um esquema de princípio de funcionamento de uma bomba difusora de três estágios.

Figura 18 – Esquema de uma bomba difusora de três estágios.



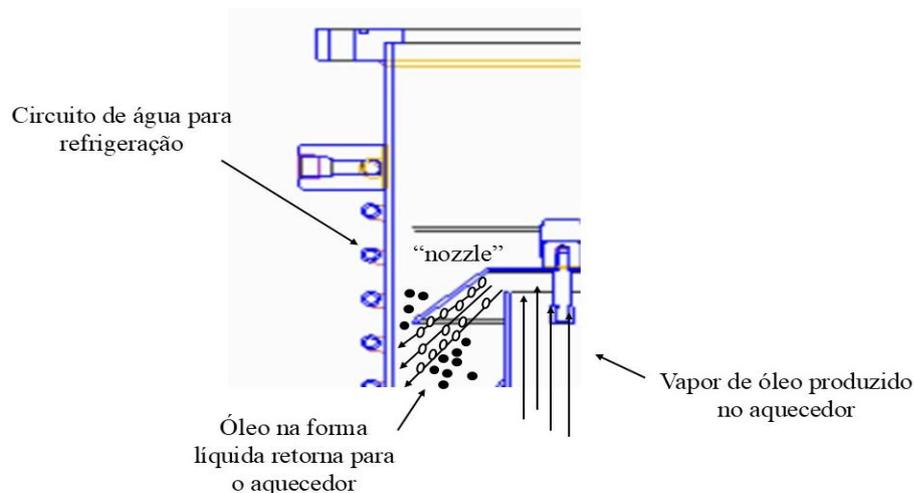
Fonte: Próprio Autor, 2025.

Um jato de vapor com alta velocidade na direção A exerce força sobre as moléculas de gás, fazendo com que as moléculas se desloquem do ponto B para A. Esse processo cria um gradiente de pressão, onde $P_a > P_b$. Esse princípio foi aproveitado no desenvolvimento das bombas de difusão, nas quais o jato de vapor é gerado a partir do óleo em ebulição. Em uma

bomba de difusão típica, o vapor de óleo aquecido sobe pela chaminé e é liberado através de um bocal, conhecido também por *nozzle*, com velocidade supersônica direcionada para baixo. Ao colidir com as moléculas de gás presentes no sistema, o vapor transfere a elas um momento, comprimindo o gás na parte inferior da bomba. A partir dessa região, uma bomba mecânica auxilia na remoção do gás para fora do sistema (WEISSLER e CARLSON, 1980).

As paredes internas da bomba de difusão são resfriadas com ar ou água, o que promove a condensação do vapor de óleo. Esse resfriamento é essencial para evitar que o vapor continue subindo e entre no sistema de vácuo, assegurando a eficiência do processo e o isolamento do sistema. A condensação do óleo nas paredes internas também ajuda a evitar a contaminação do sistema, mantendo o isolamento de impurezas. Na Figura 19 está o processo de como o resfriamento das paredes internas da bomba contribui para a condensação do vapor e eficiência do sistema de vácuo. Esse procedimento é fundamental para garantir o bom funcionamento da bomba difusora em operações de vácuo alto (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Figura 19 – Funcionamento do estágio da bomba difusora.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Onde:

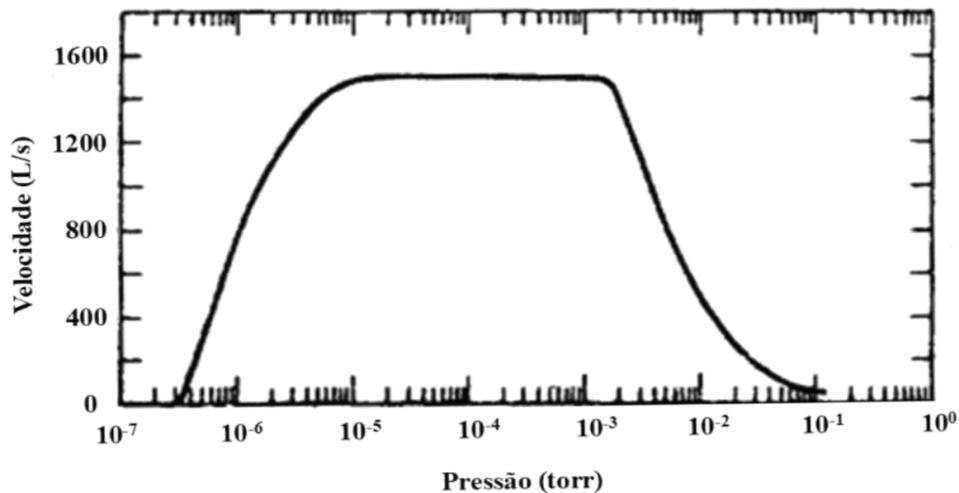
○ : representa as moléculas de vapor de óleo;

● : representa as moléculas de gás.

A velocidade de bombeamento se determina por meio da abertura da entrada da bomba e a distância entre o *nozzle* do último estágio e a parede interna. Quanto maior for essa distância, maior será a velocidade de bombeamento. Esta velocidade de bombeamento tende a permanecer

constante para pressões menores de 10^{-3} torr até 10^{-7} 10^{-8} torr, dependendo das características da bomba. Isto é, nesse intervalo de pressão, a bomba mantém uma eficiência estável, independente de pequenas variações na pressão. O gráfico da velocidade em função da pressão está representado na Figura 20 (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Figura 20 – Gráfico curva da velocidade x pressão da bomba difusora.



Fonte: Weissler e Carlson, 1980.

Quando começou utilizar bombas difusoras, o mercúrio era o único fluido empregado. Apesar de sua funcionalidade, o mercúrio apresentava desvantagens, sendo o principal problema o alto valor tóxico de seus vapores. Além disso, sua pressão de vapor à temperatura da água de resfriamento era relativamente alta, cerca de 10^{-3} torr, o que exigia a instalação de uma armadilha criogênica entre a bomba e a câmara de vácuo para garantir uma pressão de vapor suficientemente baixa.

Atualmente, as bombas difusoras que utilizam mercúrio são restritas a aplicações muito específicas, como em instrumentos de datação por carbono-14 ou em situações em que a câmara a ser evacuada já contém vapor de mercúrio, como em retificadores a arco de mercúrio, dispensando a necessidade de uma armadilha refrigerada. Os fluidos mais comuns nas bombas difusoras incluem óleos minerais de alto peso molecular, óleos de silicone e éteres polifenílicos, que oferecem maior segurança e desempenho.

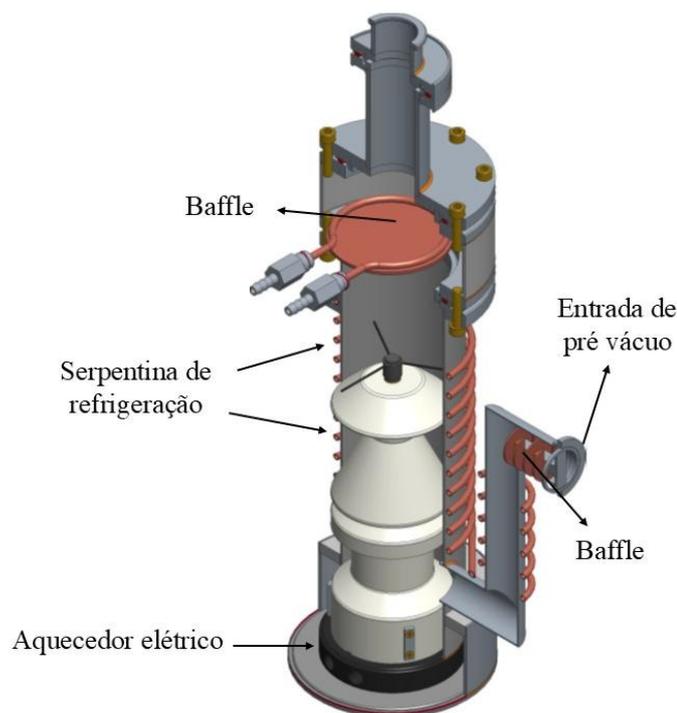
- **Retrocesso - *Backstreaming***

O *backstreaming* em uma bomba de difusão refere-se ao fenômeno no qual, durante o processo de bombeamento, uma pequena quantidade de gás ou vapor pode fluir de volta para a

câmara de pressão mais alta, ao invés de ser evacuado corretamente para o vácuo. Isso pode ocorrer quando a bomba não consegue manter a direção do fluxo ou quando há falhas em componentes que ajudam a manter a eficiência do processo. Esse fenômeno é indesejável, pois pode reduzir a eficiência da bomba e comprometer o vácuo desejado (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Uma forma comum de evitar o *backstreaming* é o uso de um *baffle*, ou anteparo, localizado na boca da bomba. Esse dispositivo atua como uma barreira para reduzir o risco de retorno dos gases para a câmara de alta pressão. O anteparo pode ser de diferentes tipos, sendo o mais simples um disco preso por duas hastes finas na boca da bomba. Entretanto, qualquer tipo de anteparo pode reduzir a velocidade de bombeamento entre 30% e 50%, devido à resistência adicional que ele impõe ao fluxo de gases. Além disso, armadilhas de ar líquido são usadas para conter o *backstreaming* ao condensar o vapor de óleo nas paredes e também ajudar na remoção do vapor de água. Essas armadilhas têm a função de reduzir a pressão no sistema ao bombearem o vapor d'água. Um exemplo típico de armadilha de ar líquido, devido à sua alta resistência, pode reduzir a velocidade de bombeamento em cerca de 50%, o que contribui para diminuir a incidência de *backstreaming* no sistema (WEISSLER e CARLSON, 1980). A Figura 21 representa a bomba de difusão com o *baffle*.

Figura 21 – Bomba difusora com *Baffle*.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

No uso de uma bomba de difusão, é essencial adotar precauções para evitar que ela opere em condições de pressão elevada enquanto o óleo permanece aquecido. Isso ocorre porque, em altas temperaturas e pressões, as moléculas do óleo se decompõem com facilidade, gerando gases que podem comprometer o desempenho e a integridade do sistema. Para evitar esses problemas, é necessário realizar um pré-vácuo utilizando uma bomba mecânica até atingir aproximadamente 10^{-2} mmHg antes de acionar a bomba de difusão. Esse procedimento garante que a pressão interna seja suficientemente baixa para que o óleo da bomba de difusão não se decomponha, garantindo a integridade do sistema (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Outro cuidado indispensável é garantir que o sistema de refrigeração da bomba esteja em operação. A função do resfriamento é impedir que o vapor do óleo, gerado pelo aquecimento durante o funcionamento, escape para o sistema de vácuo, o que poderia resultar na contaminação do ambiente interno e comprometer os processos sensíveis realizados sob vácuo. Caso o vapor de óleo entre o sistema de vácuo, ele pode afetar a pureza do vácuo, prejudicando a eficácia das operações, e contaminar a análise de materiais. O resfriamento adequado também prolonga a vida útil do óleo e da própria bomba, reduzindo a necessidade de manutenção frequente. Assim, o controle rigoroso da sequência de operação e das condições de temperatura e pressão é fundamental para o bom desempenho do sistema de difusão (WEISSLER e CARLSON, 1980).

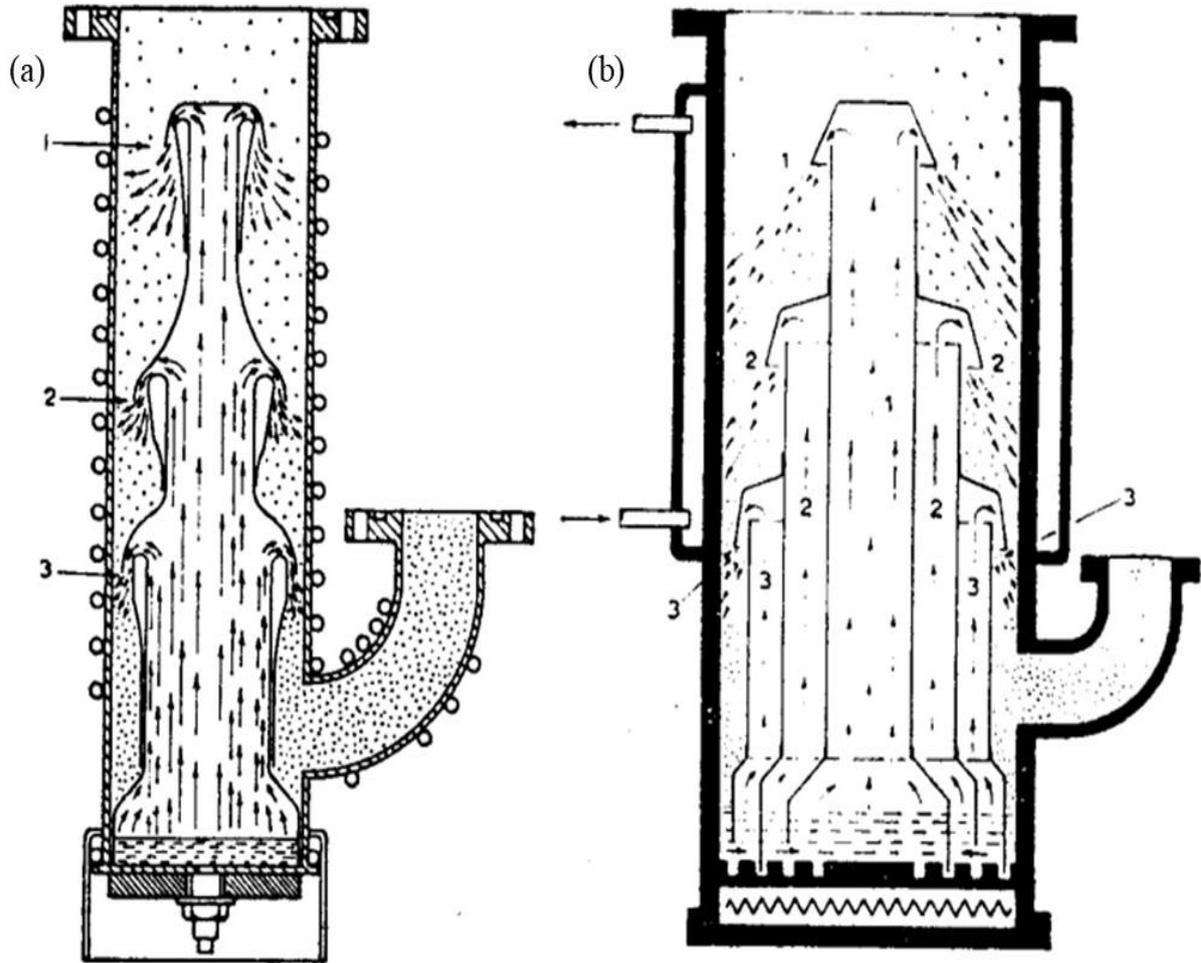
Na Figura 22 Weissler e Carlson (1980), relatam um esquema onde a difusora de três estágios está em funcionamento, neste esquema o foco é a ação do óleo em seu interior.

Onde:

Em (a) é apresentado o efeito do óleo quando é aquecido, porém não sofre nenhum processo de purificação.

Em (b) tubos concêntricos permite a purificação do óleo por meio de destilação fracionada. Neste processo, o vapor de óleo mais aquecido e limpo sai pelo *nozzle* 1, garantindo que o óleo seja continuamente purificado e que o sistema possa estar em funcionamento de maneira eficiente e sem contaminação.

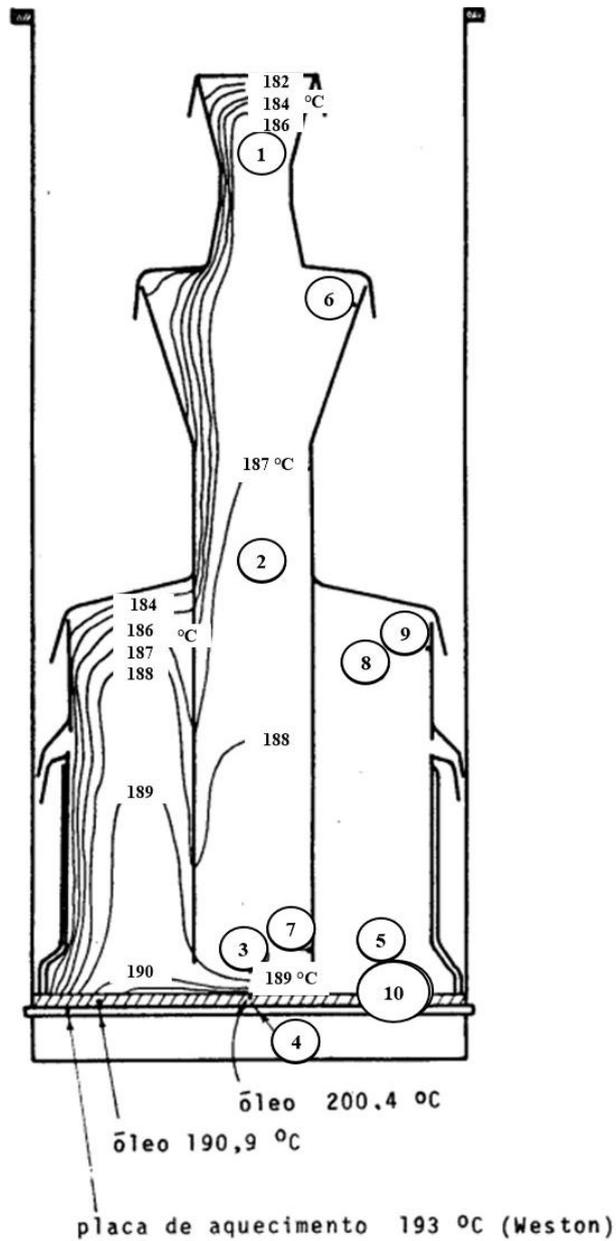
Figura 22 – Esquema de bombas difusora de três estágios.



Fonte: Weessler e Carlson, 1980.

Na Figura 23 é apresentado um diagrama isotérmico, no qual foram estrategicamente posicionados termopares com o objetivo de monitorar a temperatura da bomba de difusão durante o funcionamento. Os pontos numerados no diagrama correspondem às localizações específicas onde os termopares foram instalados, permitindo a coleta precisa de dados de temperatura em diferentes áreas da bomba. Essa configuração facilita a análise detalhada do comportamento térmico do equipamento em operação, assegurando um controle mais eficiente das condições de trabalho (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Figura 23 – Diagrama isotérmico da bomba difusora.



Fonte: Weissler e Carlson, 1980.

4.2.5 Dimensionamento da Bomba difusora – Pressão negativa

Para dimensionar um vaso de pressão negativa (vácuo) de acordo com a ASME (2023) é fundamental seguir os requisitos estabelecidos pela norma, que trata do dimensionamento, seleção de materiais, métodos de fabricação, e garantias de segurança necessárias para que haja a integridade do equipamento. Um vaso de pressão negativa é aquele projetado para operar sob

pressões internas inferiores à pressão atmosférica, ou seja, quando é submetido a condições de vácuo (pressão negativa). Esse tipo de recipiente apresenta desafios específicos no projeto, pois as paredes do vaso são comprimidas pela pressão externa (pressão atmosférica), exigindo um cuidado especial na escolha do material e no dimensionamento da espessura das paredes para evitar o colapso estrutural.

No que se refere ao dimensionamento do vaso, a norma fornece dados necessários para calcular a espessura mínima das paredes do recipiente. Para vasos de pressão negativa, é crucial calcular a espessura considerando a pressão interna reduzida e o risco de flambagem, que ocorre quando a carga compressiva aplicada ao recipiente ultrapassa a carga crítica de flambagem, que é a carga máxima que o vaso pode suportar antes que sua estrutura se deforme drasticamente. Para calcular essa carga, são levados em consideração fatores como o diâmetro do vaso, a espessura da parede, e as propriedades do material conforme Equação 1 (ASME, 2023).

$$P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} \quad (1)$$

Onde:

P_{α} : pressão máxima de vácuo (MPa);

B: fator de resistência (varia de acordo com o material);

D_o : diâmetro externo (mm);

t: espessura (mm).

A Figura 25 representa o gráfico para determinar a espessura dos componentes sob pressão externa para aço 316 (ASME, 2023). Além disso, o gráfico passa informações importantes como equações para determinar fatores que serão necessárias para a Equação 1. A relação entre o diâmetro externo expressa pela Equação 2 em conjunto com relação entre comprimento e diâmetro externo expressa pela Equação 3 a se determina o Fator A.

$$\frac{D_o}{t} \quad (2)$$

Onde:

D_o : diâmetro externo (mm);

t: espessura da parede (mm).

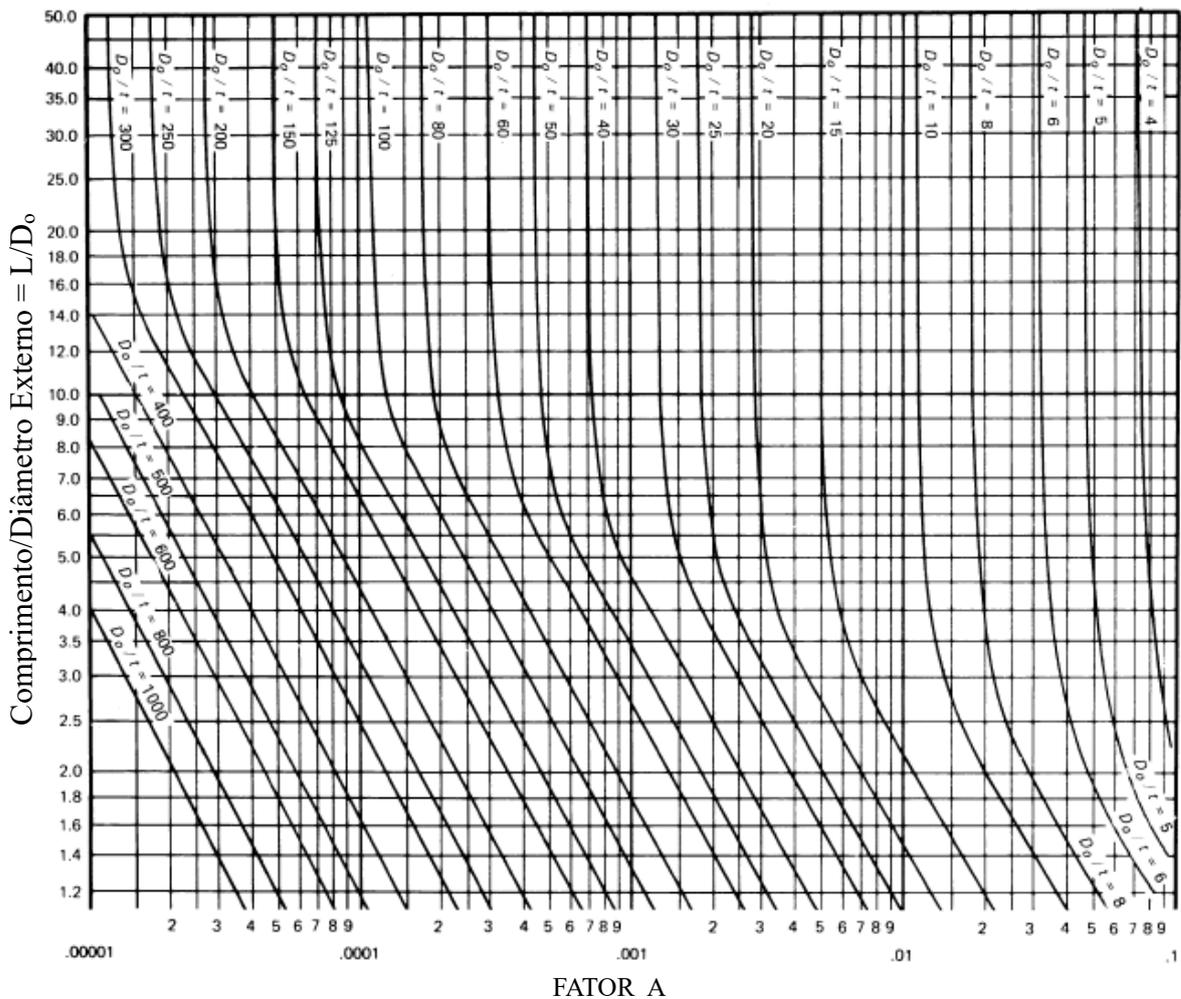
$$\frac{L}{D_o} \quad (3)$$

Onde:

L: comprimento (mm);

D_o : diâmetro externo (mm).

Figura 24 – Gráfico geométrico para componentes sob cargas externas ou compressivas.

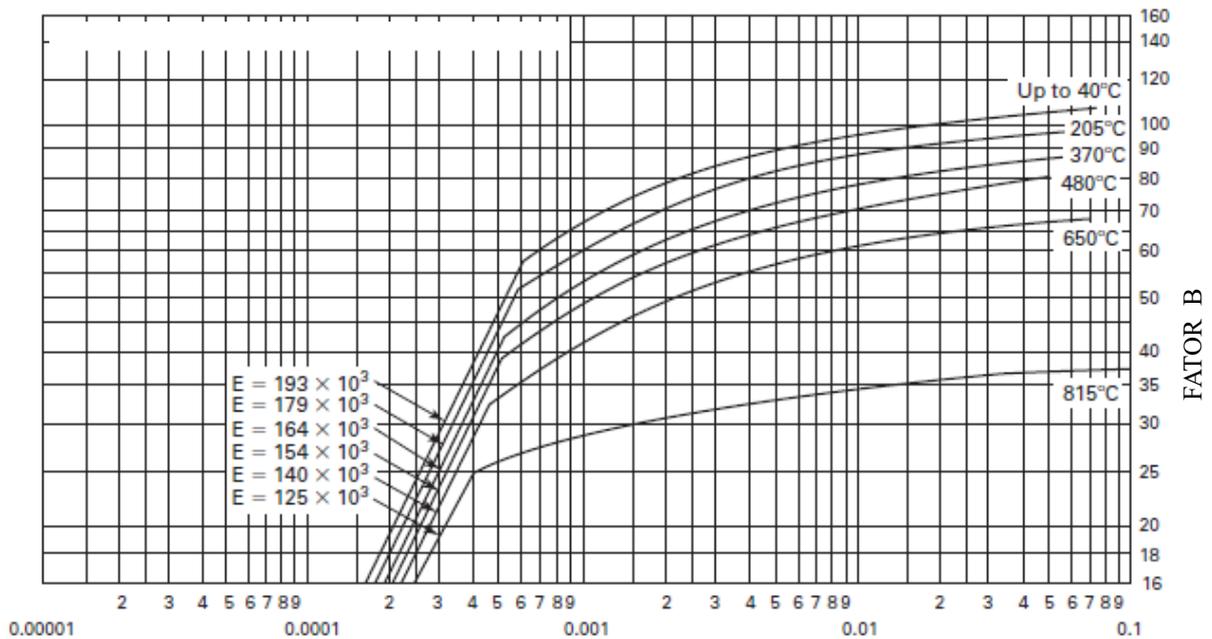


Fonte: ASME, 2023.

Além disso, a Figura 25 apresenta um gráfico geométrico para componentes sob cargas externas ou compressivas abrangendo todos os tipos de materiais, que auxilia no cálculo das cargas aplicadas em componentes, também deve ser considerado para garantir a integridade estrutural do vaso. O cálculo da espessura mínima das paredes de um vaso de pressão negativo geralmente envolve o uso de um fator de segurança, garantindo que o vaso seja capaz de suportar as condições operacionais sem falha (ASME, 2023). Após achar o Fator A no gráfico

acima pode-se obter o Fator B no gráfico abaixo. Esses Fatores serão necessários para a Equação 1.

Figura 25 – Gráfico para determinar a espessura do casco de componentes sob pressão externa desenvolvido para aço austenítico 16Cr–12Ni–2Mo, tipo 316.



Fonte: ASME, 2023.

A norma ASME (2023) define como materiais permitidos para a construção de vasos de pressão, levando em consideração as propriedades mecânicas necessárias para suportar as pressões internas ou externas. Para vasos de pressão negativa, os materiais devem ser escolhidos de modo a garantir resistência à flambagem (colapso) e deformações excessivas. Entre os materiais mais comuns estão os aços carbono, aços inoxidáveis e aços de alta resistência. O aço AISI 316, é mais adequado para condições corrosivas. A norma especifica que esses materiais devem possuir propriedades mecânicas suficientes, como um limite de escoamento adequado, para evitar falhas ao longo da operação do vaso.

Além dos materiais, há métodos de fabricação recomendados. As soldas utilizadas na construção de vasos de pressão devem ser realizadas com processos adequados e inspecionadas rigorosamente. A soldagem a arco e a soldagem por resistência são os métodos mais comuns, e as juntas de solda devem ser testadas por inspeção radiográfica ou ultrassônica para garantir que não há defeitos que possam comprometer a integridade da estrutura. A norma também

especifica os métodos de teste para garantir a qualidade da solda e a resistência do vaso durante a fabricação (ASME, 2023).

A inspeção e testes também são aspectos essenciais para a conformidade com a norma ASME. O vaso de pressão deve passar por testes como a pressurização hidráulica, para verificar sua resistência e estanqueidade, e deve ser inspecionado para garantir que todas as soldas e componentes estejam em conformidade com os requisitos de qualidade. A inspeção radiográfica ou ultrassônica das soldas é especialmente importante em vasos de pressão negativa, pois qualquer defeito nas soldas pode levar ao colapso do recipiente sob as condições de vácuo.

4.2.6 Montagem do sistema de vácuo

O sistema de vácuo é projetado para funcionar de forma integrada, combinando os componentes para alcançar e manter as condições de vácuo necessárias. O processo começa com a bomba mecânica, que é responsável pelo pré-vácuo inicial. Ela reduz a pressão do sistema até um nível de 10^{-2} mmHg, permitindo que a bomba de difusão funcione de maneira eficiente. Esse pré-vácuo é essencial porque a bomba de difusão não opera adequadamente em pressões mais altas.

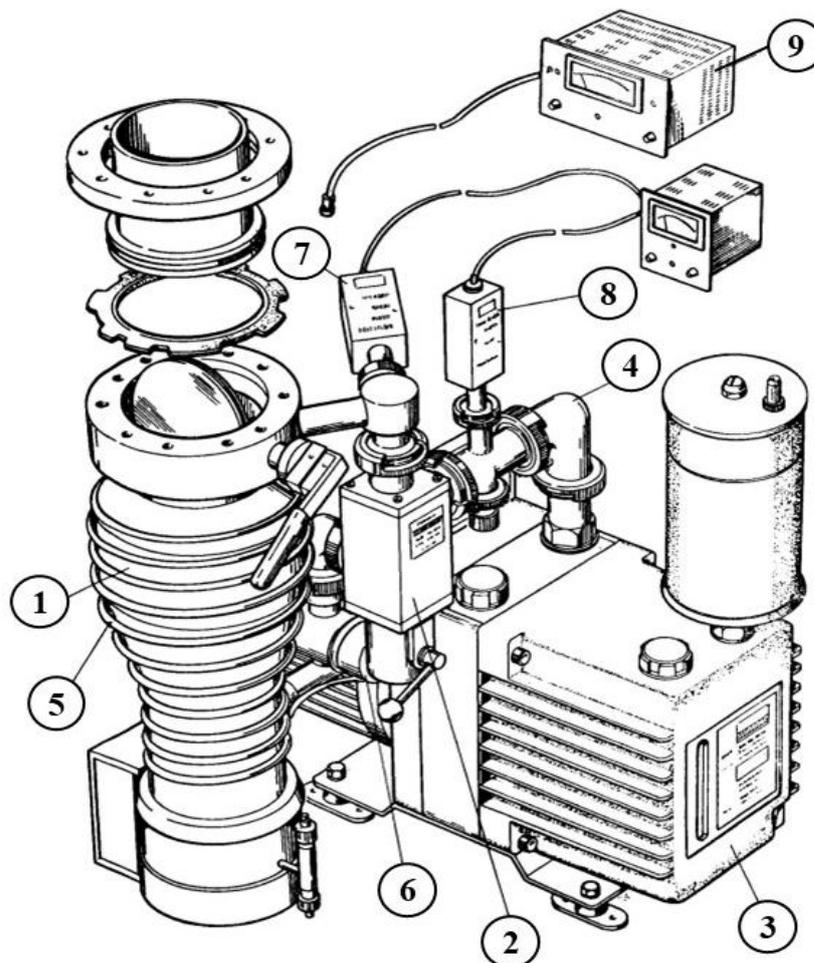
Para controlar o fluxo entre as diferentes etapas, utiliza-se uma válvula de isolamento de três vias. Durante o pré-vácuo, essa válvula direciona os gases para a bomba mecânica. Após atingir a pressão adequada, ela redireciona o fluxo para a bomba de difusão, isolando a bomba mecânica e evitando interferências. A bomba de difusão, por sua vez, utiliza vapor de óleo aquecido para capturar moléculas de gás residual e reduzi-las a pressões extremamente baixas, na faixa de 10^{-6} mmHg ou menores.

A serpentina de refrigeração desempenha um papel crucial no controle térmico durante o funcionamento da bomba de difusão. Enquanto o óleo é aquecido para gerar vapor, a serpentina remove o excesso de calor, garantindo que a temperatura da bomba permaneça dentro de limites seguros. Isso previne o fenômeno indesejável de *backstreaming*, que ocorre quando o vapor de óleo retorna ao sistema. Para garantir ainda mais segurança, o interruptor térmico monitor continuamente a temperatura do sistema. Caso ocorra superaquecimento, ele desliga automaticamente a bomba de difusão, protegendo o equipamento e prevenindo danos.

O monitoramento das condições de vácuo é realizado por medidores de pressão instalados em pontos estratégicos do sistema. Dois medidores de pré-vácuo do tipo Pirani

acompanham as etapas iniciais do bombeamento, enquanto o medidor de alto vácuo, localizado na câmara principal, verifica se o sistema atingiu o nível necessário para a aplicação específica. Esses instrumentos garantem precisão no controle do processo e ajudam a identificar qualquer desvio nas condições operacionais. Além disso, os componentes modulares oferecem flexibilidade ao sistema, permitindo que ele seja configurado de acordo com diferentes necessidades. Eles também facilitam a manutenção, tornando possível substituir peças ou realizar ajustes sem comprometer a funcionalidade geral. Esse conjunto de interações coordenadas assegura que o sistema de vácuo moderno opere de forma eficiente, confiável e segura, atendendo às demandas de processos industriais ou laboratoriais que exigem altos níveis de controle de pressão. A Figura 26 representa a montagem de um sistema de vácuo e seus componentes (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Figura 26 – Sistema de vácuo.



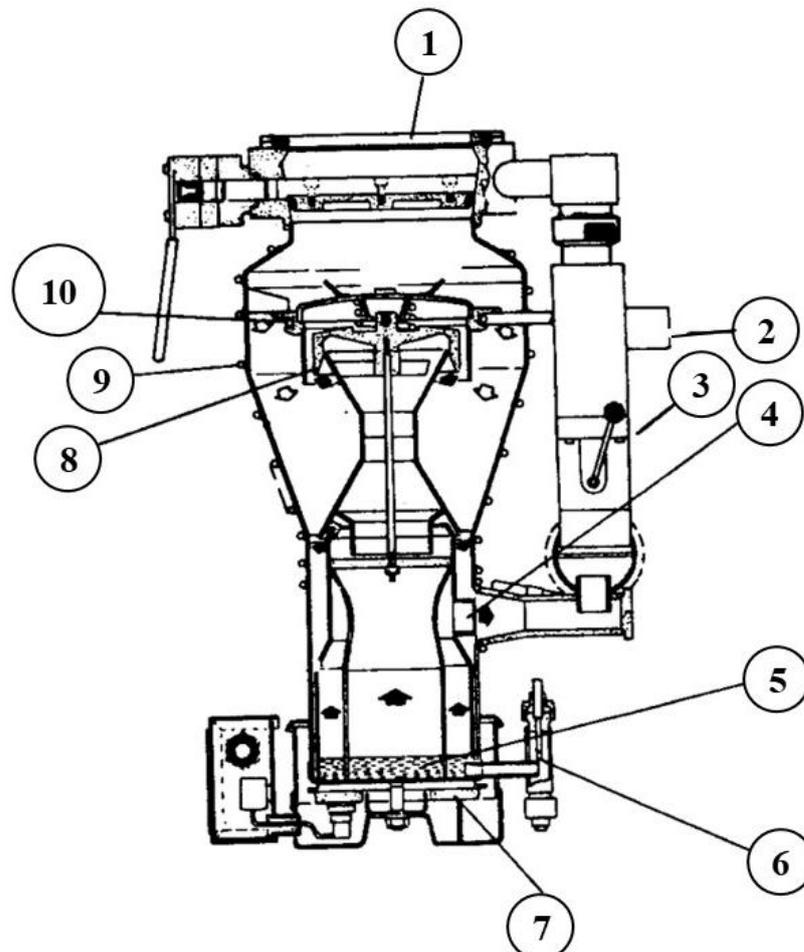
Fonte: Weissler e Carlson, 1980.

Onde:

- 1 – bomba difusora;
- 2 – válvula de isolamento de 3 vias;
- 3 – bomba mecânica com acoplamento direto;
- 4 – componentes modulares;
- 5 – serpentina de refrigeração;
- 6 – interruptor térmico;
- 7 – medidor de pré-vácuo;
- 8 – medidor de pré-vácuo;
- 9 – medidor de alto-vácuo com sensor na câmara.

A bomba difusora com válvula acoplada e seus componentes são apresentadas pela Figura 27, e logo em seguida é descrita seu funcionamento.

Figura 27 – Bomba difusora.



Fonte: Weissler e Carlson, 1980.

Onde:

- 1 – válvula de alto-vácuo (tipo borboleta);
- 2 – saída para a bomba rotativa;
- 3 – válvula de pré-vácuo;
- 4 – estágio ejetor;
- 5 – óleo aquecido;
- 6 – dreno para troca de óleo;
- 7 – aquecedor elétrico;
- 8 – *nozzle*;
- 9 – serpentina de refrigeração a água;
- 10 – *baffle* refrigerado a água .

A bomba difusora é um equipamento de alto desempenho projetado para criar e manter condições de alto vácuo. No desenho em corte, observa-se a integração dos seus componentes, começando pela válvula de alto-vácuo do tipo borboleta na parte superior, que isola o sistema principal quando necessário. Na base, uma saída conecta a bomba rotativa, responsável pelo pré-vácuo inicial, enquanto a válvula de pré-vácuo regula o fluxo de gases nessa etapa. O estágio ejetor no interior da bomba direciona o vapor de óleo aquecido, produzido por um aquecedor elétrico localizado na base. Esse óleo, vaporizado e projetado pelos *nozzles* em jatos precisos, captura moléculas de gás residual, e pode ser facilmente substituído através de um dreno estrategicamente posicionado (WEISSLER e CARLSON, 1980).

Para garantir eficiência térmica, a bomba conta com uma serpentina de refrigeração a água ao longo de sua estrutura, que remove o calor gerado durante a operação. Além disso, o *baffle* refrigerado a água, situado na saída superior, atua como uma barreira para evitar que o vapor de óleo retorne ao sistema, prevenindo contaminações. Ela trabalha em conjunto com um medidor de pressão, que fornece leituras contínuas e confiáveis, que permite acompanhar os níveis de pressão alcançados durante o processo. Esse equipamento é necessário no sistema, através das leituras é possível confirmar se os valores medidos estão dentro das especificações desejadas (WEISSLER e CARLSON, 1980).

4.3 Sistema de Forno-Reator

4.3.1 Forno

Nas indústrias, os fornos desempenham papéis importantes em diversos processos e são responsáveis por uma parte significativa do consumo de energia. Cada tipo de forno possui aplicações específicas, e seu projeto deve ser cuidadosamente planejado para maximizar a eficiência energética e atender as demandas operacionais (FILHO, 2017).

A distribuição da temperatura no reator dentro do forno é de suma importância, é necessário que haja uma excelente homogeneidade, visto que a hidrogenação depende da combinação de vários fatores e a temperatura é uma delas.

4.3.2 Forno elétrico resistivo

O forno elétrico resistivo é um equipamento que possui ampla atividade em processos industriais, incluindo tratamentos térmicos, sinterização e hidrogenação-desidrogenação. Ele utiliza o princípio do aquecimento resistivo, em que a passagem de corrente elétrica por um material condutor ou semicondutor gera calor devido à resistência elétrica, este efeito é conhecido como efeito Joule (FILHO, 2001).

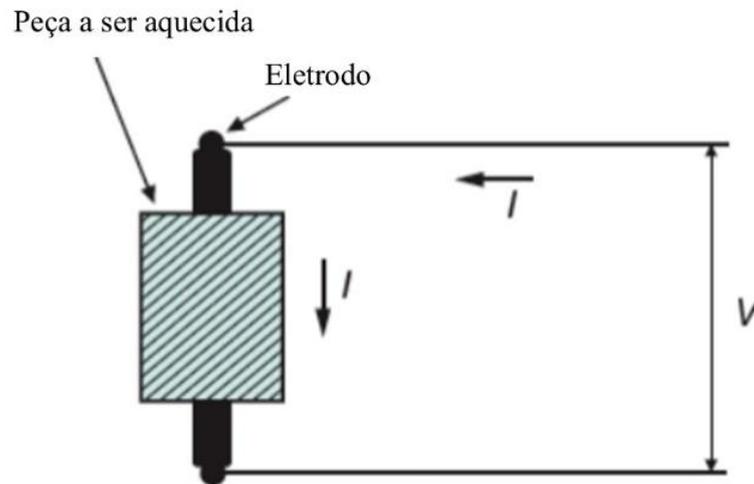
Este equipamento pode ser constituído de duas maneiras distintas, de modo que possa aproveitar o máximo de calor gerado, sendo elas: de aquecimento direto ou indireto.

- **Aquecimento direto**

Os fornos de resistência com aquecimento direto funcionam utilizando dois eletrodos, entre os quais a carga a ser aquecida é colocada entre eles. A corrente elétrica gerada percorre os eletrodos e passa diretamente pela carga, promovendo o aquecimento por meio do efeito Joule. Esse método exige um planejamento rigoroso na configuração dos eletrodos e na escolha da carga, garantindo uma distribuição uniforme do calor e evitando possíveis problemas

operacionais (FILHO, 2001). Um esquema de como a corrente percorre no material e retorna a fonte é representado na Figura 28.

Figura 28 – Esquema de corrente elétrica.



Fonte: Filho, 2017.

Esses fornos são menos comuns na indústria, sendo utilizados principalmente em aplicações muito específicas. Entre as suas principais utilizações estão o aquecimento de água para geração de vapor, a manutenção de temperaturas em processos de fusão, e a fabricação de eletrodos de grafite, que são amplamente usados em fornos a arco elétrico. Devido às suas características, esse tipo de forno é especialmente indicado para operações que demandam alta precisão e controle térmico. Além disso, os fornos de aquecimento direto oferecem vantagens em eficiência energética, principalmente em situações em que a carga atua como um condutor elétrico (FILHO, 2001).

- **Aquecimento indireto**

Ao contrário dos fornos de aquecimento direto, neste tipo de forno, o material a ser aquecido permanece em uma câmara termicamente isolada, sem contato direto com a corrente elétrica. O aquecimento ocorre pelo calor produzido nas resistências devido ao efeito Joule, sendo transferido ao material por meio de condução, convecção ou irradiação térmica.

A construção física desse forno requer atenção especial tanto no projeto das resistências quanto na escolha do material isolante para o revestimento da câmara térmica. Entre os cuidados fundamentais, destaca-se a necessidade de um material com alta temperatura de fusão, pelo menos 25% acima da temperatura de fusão do material processado. Além disso, ele deve ser

resistente à corrosão nas condições de operação, possuir alta resistividade elétrica e apresentar elevada dureza (DINIZ, 2018).

Diversos tipos de resistências são capazes de atender às características exigidas para aplicações industriais e de aquecimento. Entre os materiais mais comuns, destacam-se o Nicromo V (composto por 80% de Ni e 20% de Cr), o Cromax (uma liga que contém 30% de Ni, 20% de Cr e 50% de Fe), e o Kanthal (uma liga composta principalmente por Cr, Al, Co e Fe). Esses materiais são frequentemente utilizados em forma de fios ou fitas, sendo dispostos em espiral para otimizar a transferência de calor e garantir a eficiência no processo de aquecimento (FILHO, 2017).

Este modelo de forno resistivo é amplamente utilizado devido à sua versatilidade. Exemplos de aplicações incluem fusão de metais como chumbo e alumínio, secagem e cozimento de produtos, além de processos de tratamento térmico, entre outros (FILHO, 2001).

4.3.3 *Processo de entrada de energia e temperatura do forno*

- **Resistência elétrica**

A resistência elétrica pode ser definida como a habilidade dos materiais de restringir o fluxo de corrente elétrica, ou mais precisamente, o movimento de cargas elétricas através deles (NILSSON, 2009). Essa propriedade é fundamental em circuitos elétricos e desempenha um papel crucial no controle e distribuição de energia elétrica. A resistência é medida em ohms, representada pelo símbolo da letra grega ômega (Ω), e reflete a oposição que um material oferece ao fluxo de corrente (TEODORO, 2018).

A relação entre resistência, corrente e tensão é descrita pela lei de Ohm, expressa matematicamente pela Equação 4.

$$R = \frac{V}{I} \quad (4)$$

Onde:

R: resistência elétrica (Ω);

V: tensão (V);

I: corrente (A).

Além disso, a potência elétrica, que é a quantidade de energia transferida ou consumida por um sistema em um determinado período, pode ser calculada usando os valores de corrente e tensão, como indicado por Teodoro (2018) na Equação 5.

$$P = V \cdot I \quad (5)$$

Onde:

P: potência (W);

V: tensão (V);

I: corrente (A).

A compreensão dessas relações matemáticas é essencial para a análise e o projeto de circuitos elétricos, permitindo prever o comportamento de sistemas e dispositivos elétricos em diversas aplicações práticas.

- **Potência**

A potência do forno depende do tempo necessário para chegar à temperatura desejada no processo. Além disso, neste projeto o tempo será de acordo com estudos realizados por Nascimento et al., (2021) e Gabriel et al., (2011), que destacam a tempo do processo de hidrogenação em 30 e 60 minutos respectivamente. Outros autores como Duvaizem, Takiishi, Junior, (2006) e Harris, Noble, Bailey, (1985) relatam o tempo como indefinido. A potência é mostrada pela Equação 6.

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R} \quad (6)$$

Onde:

\dot{Q} : potência térmica (W);

ΔT : diferença de temperatura (K);

R: potência térmica (W).

- **Temperatura**

O processo começa com um forno elétrico resistivo tubular especialmente projetado para realizar a hidrogenação do material que está sendo trabalhado. Este forno junto com o reator é capaz de criar uma atmosfera controlada de H₂ em alta temperatura, permitindo que o Nb reaja com o H₂ para formar hidretos de Nb. O Nb pode sofrer oxidação facilmente em

ambiente aberto em temperaturas a partir de 200°. Porém, a reação não é rápida até que sua temperatura ultrapasse 500°C. O oxigênio é capaz de se difundir livremente através do metal, causando assim, a sua fragilização. A reação do nióbio com o nitrogênio é em temperaturas a partir de 350°C, e com dióxido de carbono, monóxido de carbono e o hidrogênio a partir de 250°C. Em certos casos, até mesmo em temperaturas de 100°C, já que o nióbio é inerte a grande maioria dos gases comuns existentes (SMALLWOOD, 1982).

Para garantir a eficiência da hidrogenação e desidrogenação, o sistema precisa ser capaz de ajustar e manter condições específicas de temperaturas, entre elas, temperaturas de 500, 600, 700, 800 ou 850°C (DUVAIZEM; TAKIISHI; JUNIOR, 2006; GABRIEL *et al.*, 2011; NASCIMENTO *et al.*, 2021).

4.3.4 *Transferência de calor*

O calor é uma forma de energia que se transfere espontaneamente entre dois sistemas ou entre um sistema e seu ambiente em razão de uma diferença de temperatura existente entre eles. Essa transferência de energia ocorre sempre do corpo de maior temperatura para o de menor temperatura, buscando atingir o equilíbrio térmico entre os sistemas envolvidos. O conceito de calor é fundamental na termodinâmica e na transferência de energia, sendo amplamente estudado e aplicado em diversos processos industriais, como refrigeração, aquecimento e transformação de energia (ÇENGEL e BOLES, 2013).

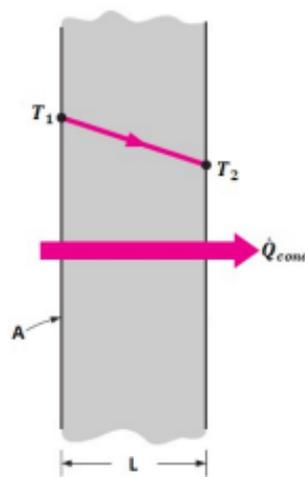
A transmissão de calor pode ocorrer de três maneiras distintas, cada uma com características e mecanismos específicos: condução, convecção e radiação. Esses modos de transferência são essenciais para entender e projetar sistemas térmicos eficientes na área da engenharia (ÇENGEL e GHAJAR, 2011).

- **Condução**

A condução se dá por meio do movimento microscópico das partículas dentro de um material ou entre materiais em contato, sem transporte de massa. A energia é transferida das partículas de maior energia para aquelas de menor energia dentro de uma substância. Esse fenômeno é característico de materiais sólidos, líquidos ou gases, sendo especialmente relevante em materiais sólidos devido à organização estrutural das partículas (SANTANA, 2022).

A condução desempenha um papel crucial em inúmeros processos industriais e naturais, como em sistemas de aquecimento, refrigeração e isolamento térmico. No caso específico da condução térmica, a taxa de transferência de calor é descrita matematicamente pela *Lei de Fourier*. Essa equação é válida sob condições específicas: fluxo de calor unidimensional, ausência de geração interna de energia, regime estacionário, material homogêneo e isotrópico, e com área superficial constante ao longo do caminho de condução. A transferência de calor é demonstrada pela Figura 29, em uma parede plana.

Figura 29 – Transferencia de calor por condução através de uma parede.



Fonte: Santana, 2022.

Onde:

$T_1 > T_2$: T_1 é maior que T_2 (°C);

L: espessura constante da parede (mm);

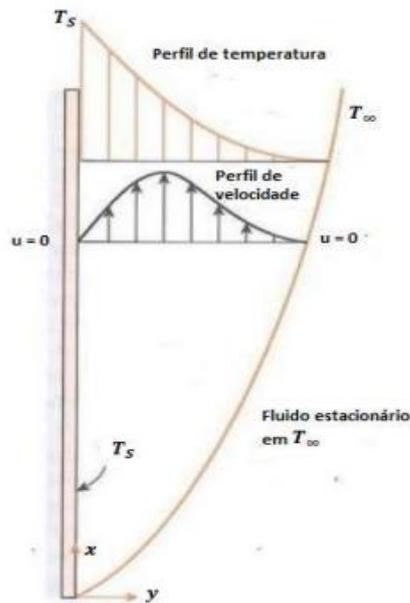
A: área transversal ao fluxo de calor (m²);

\dot{Q}_{cond} : taxa de transferência de calor por condução (W).

- **Convecção**

A transferência de calor por convecção conforme a Figura 30 combina dois mecanismos distintos, sendo eles a transferência de energia por meio do movimento aleatório das moléculas, conhecido como difusão, e a transferência causada pelo movimento global, ou macroscópico, do fluido. Esses processos ocorrem simultaneamente e são fundamentais para a análise térmica em sistemas envolvendo fluidos (SANTANA, 2022).

Figura 30 – Transferencia de calor por convecção.



Fonte: Santana, 2022.

Onde:

T_s : temperatura da placa ($^{\circ}\text{C}$);

T_∞ : temperatura do fluido parado ($^{\circ}\text{C}$).

4.3.5 Resistencia térmica do forno

Sobre seu princípio de funcionamento, assim como uma resistência elétrica está associada à condução de eletricidade, a resistência térmica pode ser considerada uma analogia para a condução de calor através de um material ou meio (SANTANA, 2022). A resistência térmica do meio depende de vários fatores, incluindo a geometria do material e suas propriedades térmicas, como a condutividade térmica e a espessura do material (ÇENGEL e GHAJAR, 2011).

Para aplicar o conceito de resistência térmica, é necessário assumir algumas condições fundamentais. Entre essas condições, deve-se considerar que a transferência de calor ocorre de forma unidimensional, ou seja, o calor se propaga apenas em uma direção. Além disso, é importante que não haja geração interna de energia no material durante o processo de condução de calor, e que as propriedades térmicas do meio, como a área de seção transversal (A), a

condutividade térmica (k) e a espessura do material (L), sejam constantes ao longo do processo. Essas simplificações são cruciais para a modelagem matemática da resistência térmica, pois permitem tratar a transferência de calor de maneira mais simples, sem a necessidade de considerar variações complexas nas propriedades do material ou efeitos de geração interna de calor por condução como mostra a Equação 7 (INCROPERA *et al.*, 2014).

$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} \quad (7)$$

Onde:

R: resistência térmica por condução (K/W);

ln: logaritmo natural;

r1: raio interno (m);

r2: raio externo (m);

K: coeficiente de transferência de calor por condução (W/m²·K);

L: comprimento da seção (m).

A resistência térmica por convecção é determinada pela Equação 8.

$$R = \frac{1}{h \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot L} \quad (8)$$

Onde:

R: resistência térmica por condução (K/W);

r: raio da seção transversal (m);

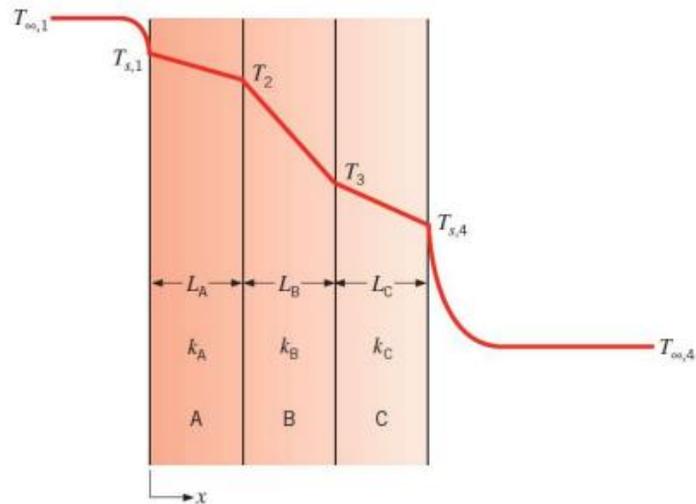
h: coeficiente de transferência de calor por convecção (W/m²·K);

L: comprimento da seção (m).

Em sistemas térmicos complexos, como fornos industriais, é possível representar a transferência de calor utilizando circuitos térmicos equivalentes. Esses circuitos permitem modelar a passagem de calor através de paredes compostas por múltiplas camadas de materiais distintos, cada uma com propriedades térmicas específicas. As resistências térmicas dessas camadas podem estar organizadas em série ou em paralelo, dependendo da configuração das camadas e das interfaces entre os materiais. A análise de paredes multicamadas é fundamental para compreender e otimizar o desempenho térmico de fornos. Cada camada de material contribui com uma resistência térmica que influencia a taxa de transferência de calor através da

parede. Materiais com alta condutividade térmica oferecem menor resistência à condução de calor, enquanto materiais com baixa condutividade atuam como isolantes térmicos, aumentando a resistência térmica total da parede, de acordo com a Figura 31 (SANTANA, 2022).

Figura 31 – Parede composta em série.



Fonte: Santana, 2022.

A soma da resistência térmica é denominada resistência equivalente, representado pela Equação 9.

$$R_{eq} = R_1 + R_2 + \dots + R_n \quad (9)$$

Onde:

R_{eq} : resistência equivalente (K/W);

R : resistência (K/W).

Essa Equação representa a soma das resistências térmicas individuais em um sistema onde o calor se propaga em série. Isso significa que o calor deve passar por várias camadas sucessivamente, como por exemplo, um forno reator com múltiplas camadas de materiais isolantes.

O dimensionamento de um elemento resistivo requer a definição da potência necessária para atingir a temperatura desejada, considerando as perdas térmicas do sistema. Com essa potência determinada, calcula-se a resistência elétrica total do elemento, levando em conta os parâmetros elétricos e térmicos do material escolhido. A partir da resistência obtida, define-se o comprimento necessário do condutor resistivo com base na resistividade do material e na

seção transversal do fio. O diâmetro do condutor deve ser selecionado de forma a garantir a dissipação térmica adequada e a durabilidade do sistema, evitando sobrecargas e falhas prematuras. Além disso, a instalação do elemento deve ser compatível com as dimensões e restrições do sistema, garantindo uma distribuição uniforme do calor e um funcionamento seguro e eficiente (INCROPERA *et al.*, 2014). O comprimento do fio do elemento resistivo se dá pela Equação 10.

$$L = \frac{R \cdot A}{\rho} \quad (10)$$

Onde:

L: comprimento (m);

R: resistência elétrica (Ω);

A: área da seção transversal do fio (mm^2);

ρ : resistividade elétrica do elemento ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$).

4.3.6 Sistema de sensores de temperatura

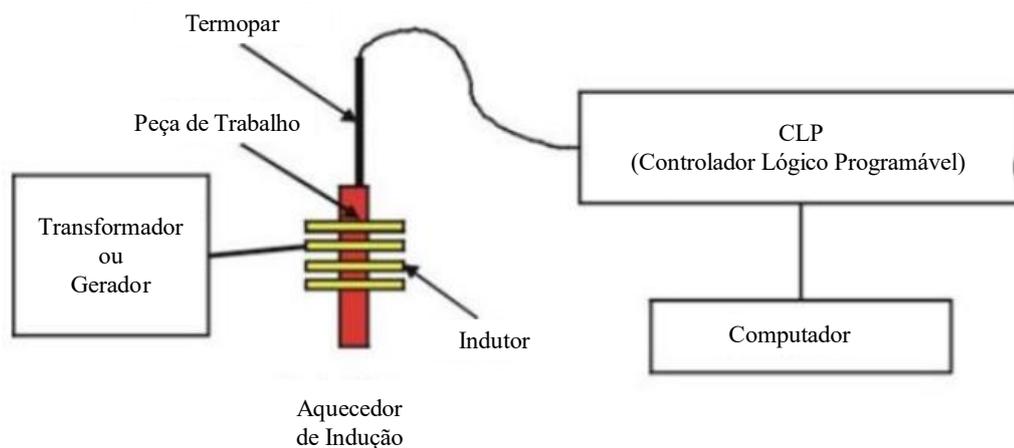
Os instrumentos utilizados para medir temperatura são ampla funcionalidade em processos industriais e aplicações de engenharia, desempenhando um papel essencial no monitoramento e controle térmico no processo. Entre os sensores mais comuns estão os que convertem a temperatura em tensão elétrica de maneira eficiente, econômica e resistente às condições ambientais adversas em diferentes meios. No entanto, os sensores convencionais, como os termopares, apresentam limitações significativas em ambientes sujeitos a variações intensas de campos magnéticos, como ocorre em fornos de indução. Nessas situações, torna-se essencial adotar sensores específicos que permitam medições precisas de temperatura (VIEIRA, 2018).

Embora os sensores baseados no efeito Seebeck possam medir corretamente a temperatura quando o campo magnético é desativado, sua aplicação em fornos de indução apresenta desafios práticos. Desativar o circuito oscilador do forno para realizar medições térmicas por contato, mesmo com o auxílio de mecanismos como servomotores, seria inviável devido ao tempo necessário para realizar a medição. Durante esse intervalo, a peça perderia calor para o ambiente, comprometendo a precisão da medição. Além disso, esse processo

reduziria a eficiência térmica do forno, já que, em condições normais, sensores como os termopares medem continuamente. Em ambientes com forte variação eletromagnética, intervalos para medições interrompem o fluxo de potência, causando perdas significativas no desempenho do equipamento (VIEIRA, 2018).

A literatura propõe o uso de termopares blindados combinados com filtros digitais como solução para medições de temperatura em ambientes com alta interferência eletromagnética, como em fornos de indução. O termopar blindado minimiza a influência de campos externos, enquanto o filtro digital processa os sinais, eliminando ruídos e garantindo maior precisão. Essa abordagem é essencial para o controle térmico em sistemas onde a eficiência depende de medições contínuas e confiáveis. A configuração descrita na Figura 32 detalha como os componentes interagem para fornecer dados consistentes, otimizando o desempenho do forno e evitando interrupções no processo (VIEIRA, 2018).

Figura 32 – Sensor térmico blindado.



Fonte: Vieira, 2018.

4.3.7 Tipos de termopares

Entre os termopares existentes, há cinco modelos que são principais, mais utilizados nas indústrias. Os cinco tipos de termopares de metal-base são: cromel-constantan (tipo E), ferro-constantan (tipo J), nicrosil-nisil (tipo N), cobre-constantan (tipo T) e o cromel-alumel (tipo K). Esses termopares têm como principal característica ter custo baixo de fabricação e são muito práticos em diversas aplicações. Entretanto, apresentam determinadas limitações, ressaltando

a sua perda gradual de precisão ao longo do tempo e uma vida útil considerada curta. Além disso, seu desempenho pode ter um impacto significativo pela contaminação do ambiente de trabalho, fator esse que é comum em alguns processos industriais (GUIDEZ, 2022).

Com o intuito de minimizar os efeitos da contaminação, os termopares podem ser revestidos por uma bainha protetora. Apesar de útil para prolongar a durabilidade e evitar danos, essa solução tem a desvantagem de aumentar a constante de tempo do sistema, reduzindo a rapidez na resposta às variações de temperatura. Por esse motivo, quando viável, os termopares são preferencialmente utilizados sem proteção adicional, equilibrando a necessidade de precisão e rapidez em medições térmicas (GUIDEZ, 2022).

4.3.8 Termopares de Cromel-Alumel (Tipo K)

O termopar tipo K é um dos mais populares e amplamente utilizados. Ele tem uma sensibilidade de $41 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ e uma faixa de medição que vai de -200°C a 1300°C , sendo especialmente útil em faixas de temperatura mais altas, como entre 700°C e 1200°C , onde apresenta linearidade superior. Sua precisão é de $\pm 0,75\%$. O tipo K é ideal para uso em atmosferas oxidantes, mas pode ser danificado em atmosferas redutoras, a menos que seja protegido por uma bainha. Sua ampla faixa de medição e estabilidade em temperaturas elevadas fazem dele a escolha preferida em muitas aplicações industriais, laboratoriais e de pesquisa (GUIDEZ, 2022).

A disposição das camadas também afeta a resistência térmica total. Em uma configuração em série, o calor deve atravessar sucessivamente cada camada, somando as resistências térmicas individuais. Já em uma disposição em paralelo, o calor pode fluir por múltiplos caminhos simultaneamente, resultando em uma resistência térmica equivalente que pode ser calculada a partir das resistências individuais das camadas paralelas (SANTANA, 2022).

Estudos recentes têm explorado a aplicação de circuitos térmicos equivalentes em paredes compostas de fornos para aprimorar a eficiência energética e o controle térmico desses sistemas. Rebola (2019) analisou a composição das paredes de um forno, destacando a importância de camadas de tijolo refratário e materiais isolantes na determinação da resistência térmica total. Além disso, Santana (2022) enfatizou a importância das propriedades térmicas dos materiais na eficiência de fornos elétricos resistivos. A compreensão detalhada das

resistências térmicas em paredes compostas permite aos engenheiros projetarem fornos com melhor isolamento térmico, reduzindo perdas de energia e melhorando a uniformidade da temperatura interna. Essa abordagem é essencial para o desenvolvimento de sistemas térmicos mais eficientes e sustentáveis na indústria moderna.

4.3.9 Isolamento térmico do forno

O isolamento térmico em fornos desempenha um papel fundamental para evitar que o calor dissipe. Essencial para garantir a eficiência energética e segurança operacional do equipamento. Para isso são utilizados materiais com baixa condutividade térmica, pois reduzem a propagação do calor através das paredes do forno. A materiais cerâmicos são amplamente utilizados como revestimento isolante em equipamentos industriais como fornos, devido à sua excelente resistência ao calor.

Isolantes térmicos como a manta de fibra cerâmica e massa isolante são utilizados em revestimentos refratários para isolar equipamentos que operam em temperaturas que variam de 500 °C a 1.700 °C. Esses materiais possuem propriedades físicas e químicas que os tornam adequados para aplicações em altas temperaturas, incluindo baixa condutividade térmica, baixa capacidade calorífica, alta resistência ao choque térmico, baixa densidade, alta resiliência e flexibilidade (SILVA e VASCONCELOS, 2017).

4.3.10 Reator de hidrogenação-desidrogenação

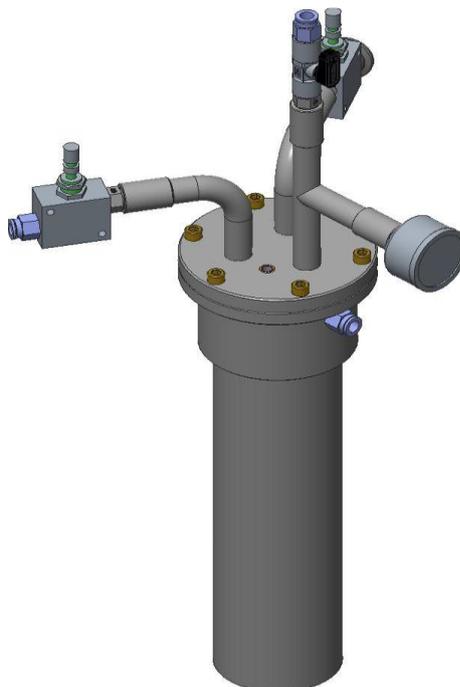
O processo HDH é importante na produção de materiais metálicos, principalmente para metais refratários. Durante a hidrogenação, o metal é exposto ao hidrogênio (H_2) sob alta pressão e temperatura, permitindo que o hidrogênio seja absorvido pelo metal e formando assim hidretos metálicos. Na desidrogenação, o H_2 é liberado ao receber calor. A eficiência do processo depende de um controle preciso das condições de pressão, temperatura e composição do material, sendo essas variáveis fundamentais para garantir a reversibilidade do ciclo e a formação de hidretos com as propriedades desejadas.

O aço inoxidável AISI 316 é amplamente utilizado na construção de reatores para processos de hidrogenação devido à sua resistência à fragilização por hidrogênio. Essa resistência é atribuída à sua estrutura cristalina austenítica, que dificulta a difusão do hidrogênio e reduz os riscos de fragilização. Além disso, o AISI 316 apresenta boa resistência à corrosão, especialmente em ambientes quimicamente agressivos, o que é crucial em processos industriais que envolvem altas pressões e temperaturas (COMPRACO, 2025).

O aço inoxidável AISI 316 resiste à fragilização por hidrogênio a 550°C devido à sua estrutura austenítica CFC, que dificulta a difusão do hidrogênio. Elementos de liga como Ni, Mo e Cr estabilizam essa estrutura e promovem o aprisionamento do hidrogênio, reduzindo sua mobilidade. Além disso, a formação de óxidos protetores superficiais impede a difusão acelerada, mantendo a ductilidade do material, o que o torna adequado para reatores de hidrogenação em condições severas (SILVA e VASCONCELOS, 2017).

O reator é de formato cilíndrico, deve possuir parede com espessura necessária para suportar a pressão exercida pelo H₂ utilizado no processo e produzido a partir de materiais resistentes a alta temperatura e corrosão (como aço inoxidável ou ligas de níquel). Equipado com um mecanismo de vedação para que possa evitar fugas de hidrogênio. É necessário em seu sistema uma válvula de entrada para controlar a quantidade de hidrogênio fornecido e um medidor de fluxo para monitorar a quantidade de hidrogênio que entra conforme a Figura 33.

Figura 33 – Reator de hidrogenação.

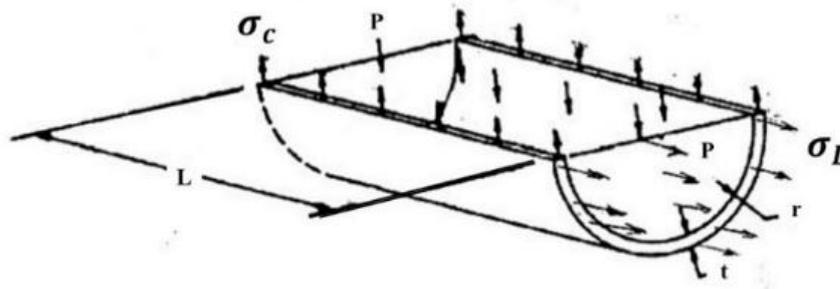


Fonte: Próprio Autor, 2025.

4.3.11 Dimensionamento da espessura da parede do reator – Pressão positiva

O reator do sistema HDH se denomina vaso de pressão, projetado inicialmente para operar sob pressão manométrica, o que permitirá a evacuação do oxigênio e de quaisquer outros gases residuais presentes na câmara de vácuo. Após essa etapa, esses componentes estarão sujeitos a uma pressão interna significativa, gerada pelo hidrogênio (H_2), durante todo o processo de hidrogenação-desidrogenação. A resistência estrutural dos materiais do vaso de pressão deve ser cuidadosamente dimensionada para suportar as variações de pressão e garantir a integridade do sistema durante a fase de pressurização com H_2 . A Figura 34 representa o diagrama de corpo livre e representação de forças que irá sofrer no processo.

Figura 34 – Diagrama de corpo livre do vaso de pressão.



Fonte: Jecker, 2014.

Para determinar a espessura de um vaso de pressão cilíndrico fabricado em aço inoxidável AISI 316, submetido a uma pressão interna, é essencial utilizar a equação que relaciona a espessura da parede com os parâmetros de projeto, como pressão de operação, raio interno, tensão admissível do material e fator de eficiência da junta de solda.

A equação utilizada parte do equilíbrio de forças atuantes na parede do cilindro, considerando a tensão circunferencial gerada pela pressão interna. Além disso, a tensão admissível do material deve ser ajustada conforme a temperatura de operação, uma vez que materiais metálicos sofrem redução de resistência mecânica em temperaturas elevadas. A equação geral para a espessura de vasos de pressão cilíndricos, conforme os códigos de projeto, é dada pela Equação 11 (ASME, 2019).

$$t = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0,6 \cdot P} \quad (11)$$

Onde:

t: espessura mínima da parede (mm);

P: pressão interna exercida pelo fluido (MPa);

R: raio interno do cilindro (mm);

S: tensão admissível do aço AISI 316 na temperatura de operação (MPa);

E: eficiência da junta soldada (entre 0 e 1).

A tensão tangencial máxima se torna importante no projeto e dimensionamento de vasos de pressão pelo fato que ela representa o limite para que as deformações permaneçam no estado elástico. Caso essa tensão seja superada, o material pode entrar em um estado plástico, o que comprometeria a integridade do vaso, ou até mesmo uma ruptura. Portanto, a tensão tangencial máxima, junto com a pressão interna e as dimensões do vaso, determina a resistência do material e a segurança do projeto (ASME, 2019).

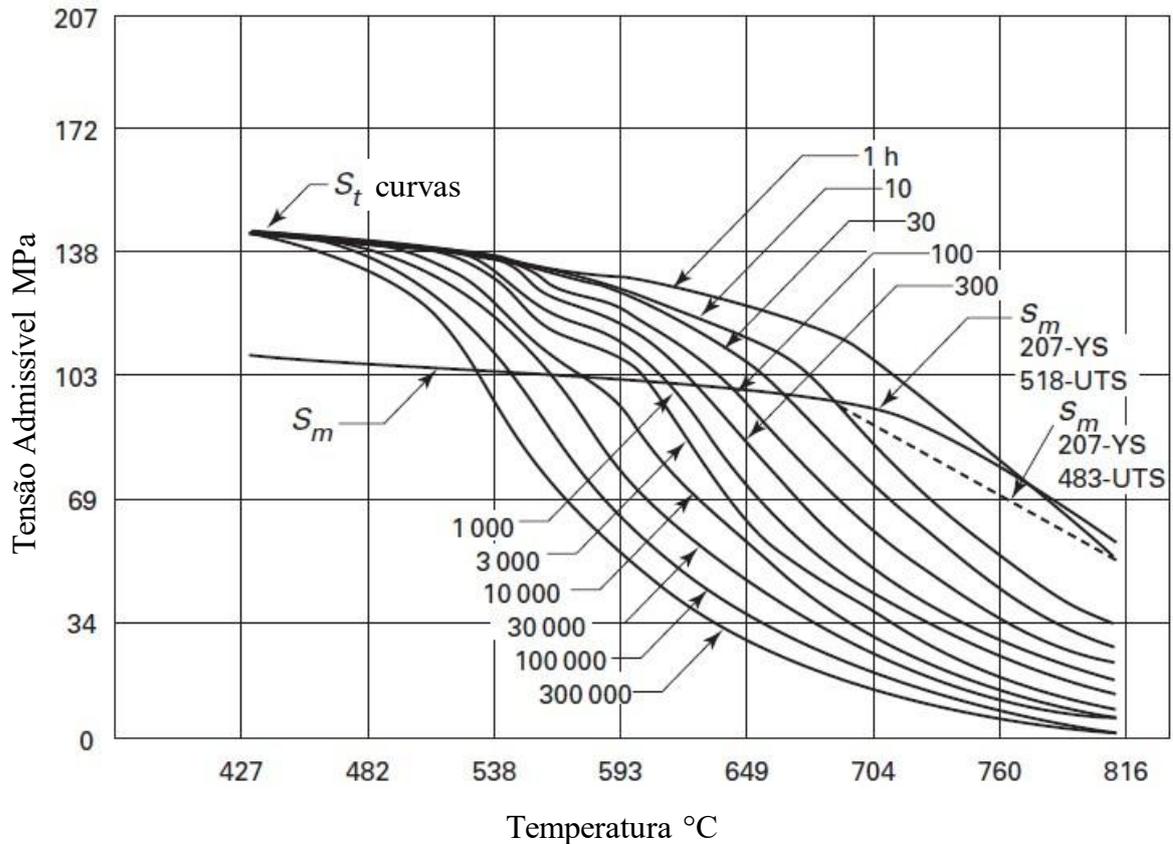
- **Fator de segurança (FS)**

É um parâmetro fundamental no dimensionamento de vasos de pressão, garantindo que o equipamento possa suportar cargas superiores às previstas em operação normal, minimizando o risco de falhas estruturais.

De acordo com a norma ASME (2019), um fator de segurança mínimo de 3,5 é recomendado para sistemas submetidos a altas temperaturas e pressões. Isso significa que a tensão efetiva considerada no projeto é reduzida em relação à tensão de escoamento do material, aumentando a espessura necessária da parede do vaso para suportar as condições operacionais com margem de segurança adequada.

Para se determinar o FS é necessária uma tensão admissível a partir do material utilizado no projeto, aço inoxidável AISI 316, para isso um valor é determinado a partir do gráfico tensão admissível por temperatura conforme Figura 35.

Figura 35 – Valores de Tensão Admissível, Aço Inoxidável 316.



Fonte: ASME, 2023.

Onde:**YS:** Tensão de escoamento – *Yield Strength* (YS);**UTS:** Tensão de ruptura à tração – *Ultimate Tensile Strength* (UTS);**S_m:** Tensão admissível primária;**S_t:** Tensão ajustada sobre influência sofrida.

O gráfico mostra a variação da resistência do material em função da temperatura, sendo essencial para o dimensionamento de vasos de pressão e componentes operando em altas temperaturas. No eixo horizontal, a temperatura (°C) aumenta, enquanto no eixo vertical, a tensão admissível (MPa) diminui, refletindo a perda de resistência mecânica do material conforme a temperatura se eleva. Esse comportamento é importante para projetos estruturais, pois indica a necessidade de aumentar a espessura do equipamento para compensar a redução da resistência térmica. Assim, ao projetar o reator de hidrogenação, é fundamental consultar

esse gráfico para garantir que a tensão atuante permaneça abaixo da admissível, assegurando a integridade estrutural e a segurança operacional do equipamento.

Sem a aplicação do fator de segurança, a espessura calculada do vaso de pressão seria baseada diretamente na tensão máxima que o material pode suportar antes da falha. Assim, teoricamente, o equipamento poderia operar sob pressões mais elevadas. No entanto, na prática, o projeto não pode ser desenvolvido no limite da resistência do material que compõe o reator de hidrogenação, pois há variáveis imprevisíveis, como falhas de fabricação, variações de temperatura e pressão, degradação do material ao longo do tempo e possíveis imprecisões nos cálculos. A tensão efetiva é expressa pela Equação 12.

$$S_{efetivo} = \frac{S}{FS} \quad (12)$$

Onde:

$S_{efetivo}$: tensão efetiva do material (MPa);

S: tensão admissível (MPa);

FS: fator de segurança (3,5).

Esse ajuste faz com que o material seja considerado menos resistente do que realmente é, para meios de cálculo, exigindo um aumento na espessura da parede para que o vaso suporte a mesma pressão com uma margem de segurança adequada. Dessa forma, a espessura resultante, apesar de superior à calculada sem o FS, assegura que o vaso de pressão possa resistir a variações inesperadas de carga, ao desgaste por tempo de uso do material e a potenciais falhas de fabricação.

Implementar fator de segurança adequado garante não apenas a integridade estrutural do sistema HDH, mas também sua confiabilidade e segurança operacional ao longo de sua vida útil.

4.3.12 Parafusos do tampo do reator

O dimensionamento de parafusos para vasos de pressão positiva deve considerar a força total exercida pela pressão interna sobre a junta de vedação, distribuída entre os fixadores para garantir a estanqueidade do sistema. Essa força é determinada pelo produto da pressão de

operação pela área efetiva da junta, sendo essencial que os parafusos resistam à carga sem falha por escoamento ou ruptura. A carga suportada por cada fixador é calculada dividindo-se a força total pelo número de parafusos, levando em conta a rigidez do flange e a deformação da junta. A norma ASME (2019) fornece critérios para a escolha do diâmetro adequado, considerando a tensão atuante na seção resistente da rosca e recomendando ajustes no número de fixadores ou no material caso os valores excedam os limites admissíveis.

O parafuso proposto para o projeto do reator é o M6x20 conforme a norma DIN 912 é amplamente utilizado em aplicações industriais devido à sua resistência e confiabilidade. As propriedades mecânicas específicas desse parafuso dependem da classe de resistência do material utilizado em sua fabricação. As classes mais comuns são 8.8, 10.9 e 12.9, cada uma com características distintas. Para um parafuso de classe 12.9, que é uma das classes de maior resistência, as propriedades mecânicas típicas são:

- **Resistência à tração mínima:** 1200 (MPa);
- **Limite de escoamento mínimo:** 1080 (MPa);
- **Dureza:** \approx 39-44 (HRC).

Esses valores indicam que o parafuso é capaz de suportar altas cargas antes de sofrer deformação permanente ou falha. É importante selecionar a classe de resistência adequada com base nas exigências específicas da aplicação, garantindo a segurança e a integridade da montagem. Além disso, o material de fabricação pode variar. Parafusos DIN 912 podem ser encontrados em aço carbono, aço liga ou aço inoxidável, como o AISI 304 ou AISI 316, cada um oferecendo diferentes níveis de resistência mecânica e à corrosão.

A escolha do material deve considerar o ambiente de operação e os requisitos de resistência à corrosão. No entanto, para ambientes corrosivos ou que exigem resistência a altas temperaturas, pode ser mais apropriado optar por parafusos em aço inoxidável, mesmo que isso possa implicar em uma redução na resistência mecânica em comparação com os parafusos de aço liga de alta resistência.

Para selecionar o parafuso M6x20 DIN 912, é crucial considerar tanto as propriedades mecânicas quanto as condições ambientais da aplicação para garantir o desempenho e a durabilidade desejados.

4.4 Sistema de segurança

O hidrogênio é um fluido que possui propriedades altamente inflamáveis e reativas, levando isso em consideração, projetos relacionados a ele exigem a inclusão de dispositivos de segurança adequados para evitar acidentes, como vazamentos e explosões. A instalação de sensores especializados para a detecção de gases perigosos é uma solução amplamente utilizada. Esses dispositivos desempenham um papel importante na garantia de que o sistema funcione de maneira segura, preservando a integridade tanto das pessoas envolvidas quanto do ambiente ao redor. Além disso, sua rápida resposta a possíveis incidentes contribui para a redução de riscos antes que evoluam para situações críticas (Jr *et al.*, 2009).

A segurança, nesse contexto, vai além de equipamentos confiáveis. Trata-se de um conceito que envolve a redução de riscos a níveis aceitáveis. Isso requer uma análise cuidadosa para identificar possíveis pontos de falha e a implementação de medidas que minimizem perigos, como a eliminação de fontes de ignição e a verificação contínua do bom funcionamento do sistema. Essas ações asseguram o controle de riscos e proporcionam uma operação segura e confiável (Jr *et al.*, 2009).

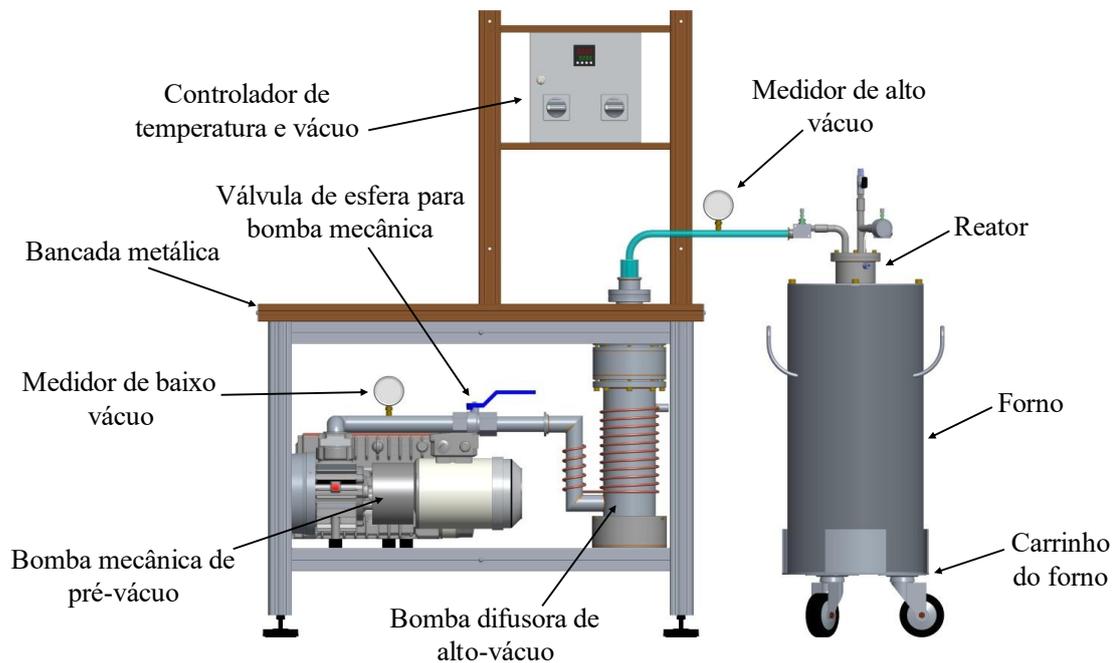
Com o objetivo de prevenir riscos como vazamentos de hidrogênio, explosões, incêndios e outros acidentes, a implementação de sistemas de segurança no projeto de HDH deve obedecer às normas de segurança. É importante seguir diretrizes específicas que assegurem que os equipamentos e instalações mecânicas e elétricas sejam projetados de maneira a reduzir os riscos e garantir a segurança tanto do sistema quanto dos operadores envolvidos (NR-13, 2022).

A Norma Regulamentadora NR-13 (2022), emitida pelo Ministério do Trabalho e Emprego do Brasil, estabelece diretrizes para o projeto, inspeção e operação de caldeiras e vasos de pressão. Seu objetivo principal é assegurar a segurança e a confiabilidade desses equipamentos durante seu uso industrial. Entre os requisitos definidos pela NR-13 (2022), destaca-se a obrigatoriedade de determinar o valor da Pressão Máxima de Trabalho Admissível (PMTA) para todos os vasos de pressão em operação no país, além da realização do Teste Hidrostático durante a etapa de fabricação. Adicionalmente, é exigido que todos os vasos de pressão possuam um prontuário técnico contendo memória de cálculo, o código de projeto utilizado e as especificações dos materiais empregados (NR-13, 2022).

5 EXECUÇÃO DO PROJETO

O projeto HDH em sua totalidade, é composto por um sistema de vácuo, sistema forno-reator e sistema de segurança. Os desenhos do desenvolvimento do projeto, montagem e detalhamento dos componentes dos equipamentos estão representados na Figura 36.

Figura 36 – Desenho do projeto de Hidrogenação-Desidrogenação.

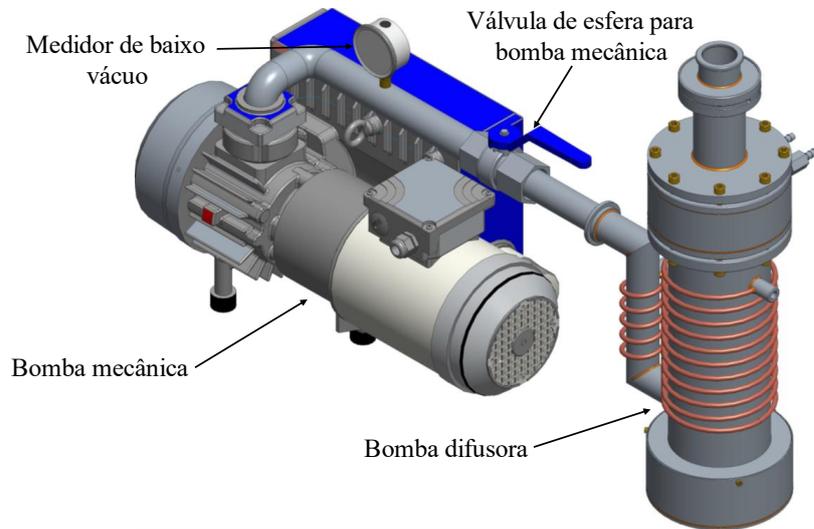


Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.1 Sistema de vácuo

O sistema de vácuo no processo HDH é composto por uma bomba de vácuo, do tipo mecânica de palhetas rotativas, para o pré-vácuo e auxiliada por uma bomba difusora para alcançar pressões mais baixas antes do vácuo alto. Possui manômetros de pressão, para monitoramento preciso das pressões negativa e positiva, além de válvulas de controle, como as de isolamento e agulha, para regular a pressão e o fluxo do fluido. A Figura 37 demonstra a montagem do sistema.

Figura 37 – Sistema de vácuo.

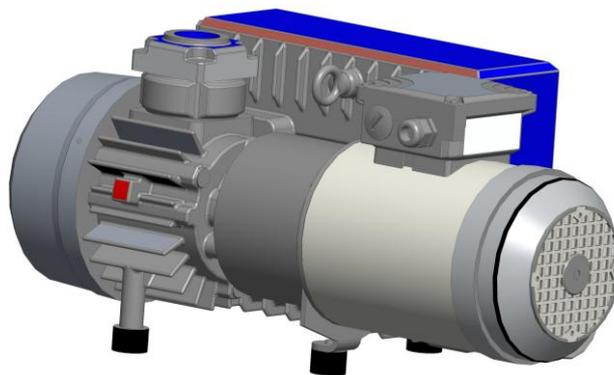


Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.1.1 Bomba de pré-vácuo

A bomba de palheta rotativa classificada como de pré-vácuo, inicia seu funcionamento a partir da pressão atmosférica e tem a capacidade de gerar vácuo até 10^{-2} torr (0,013332 mbar). De acordo com Silva (2001), para hidrogenar, o vácuo de 6×10^{-1} mbar é o suficiente. Com ampla disponibilidade no mercado, é simples de integrar sistemas de alto vácuo e oferece boa confiabilidade com manutenção simples. Na Figura 38 está o esboço da bomba de palheta rotativa.

Figura 38 – Bomba de palhetas rotativas.



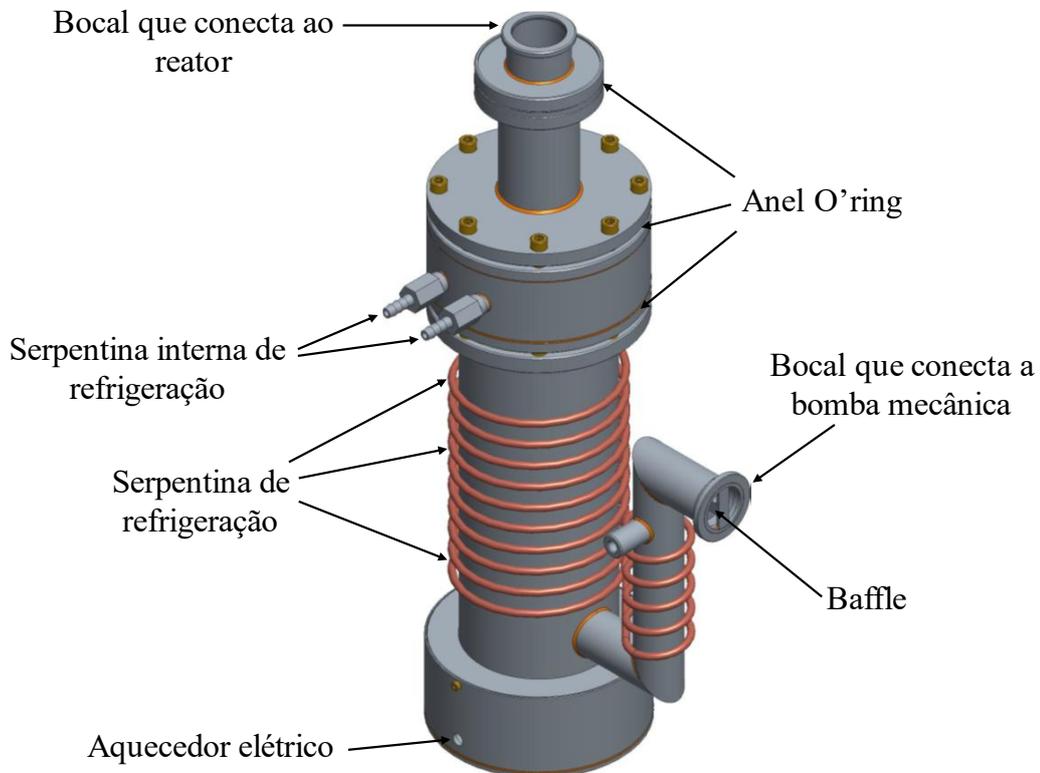
Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.1.2 Bomba Difusora de alto-vácuo

A bomba difusora é um vaso de pressão de formato cilíndrico, projetado para produzir o alto-vácuo no sistema. Ela deve ser capaz de resistir a tal pressão. A Figura 39 apresenta o desenho do projeto contendo todas as informações estruturais e os componentes que integram a bomba difusora:

- Cilindro da bomba: Vaso projetado para resistir forças externas devido à pressão negativa.
- Bocal do Baffle: Parte superior que serve para conexão com o sistema.
- Anéis O'Ring: Garantem a vedação contra perdas de vácuo ou vazamentos em todas as juntas.
- Tampo e suportes internos e externos: Estruturas robustas para evitar colapsos devido à pressão negativa.

Figura 39 – Bomba Difusora.



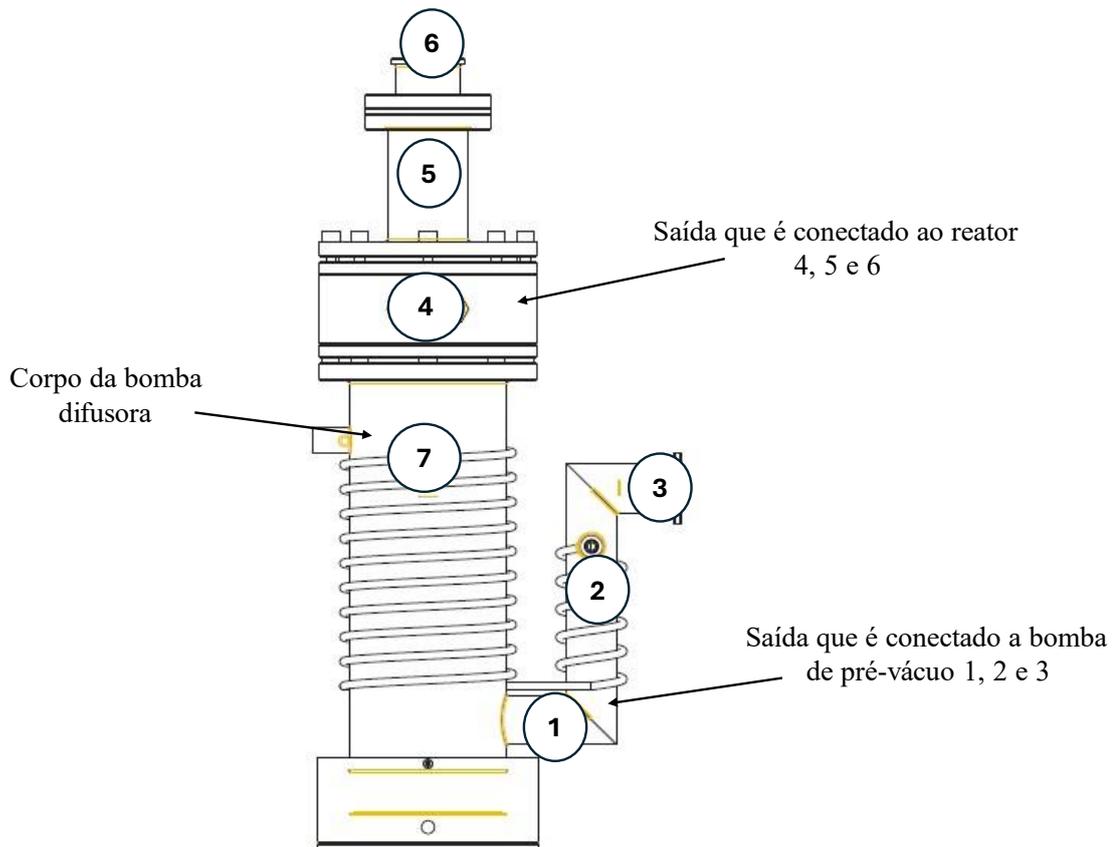
Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.1.3 Dimensionamento da espessura e tensões na parede da bomba difusora

Para dimensionar a parede da bomba difusora, é necessário levar em consideração que é um vaso de pressão negativa. A pressão interna é menor que a pressão atmosférica. Para isso se determina um valor de espessura das paredes e faz-se os cálculos para concluir se a espessura satisfaz os requisitos mínimos para não haver falhas. O aço inoxidável AISI 316 foi o material especificado no projeto para a fabricação da bomba difusora, e todos os cálculos são referentes a esse material.

O projeto da bomba difusora é apresentado na Figura 40. Para melhor entendimento dos cálculos de dimensionamento, foi dividido a bomba difusora em três partes, sendo: corpo da difusora, saída que é conectado a bomba de pré-vácuo e o topo onde é conectado ao reator.

Figura 40 – Desenho técnico da bomba difusora completa.



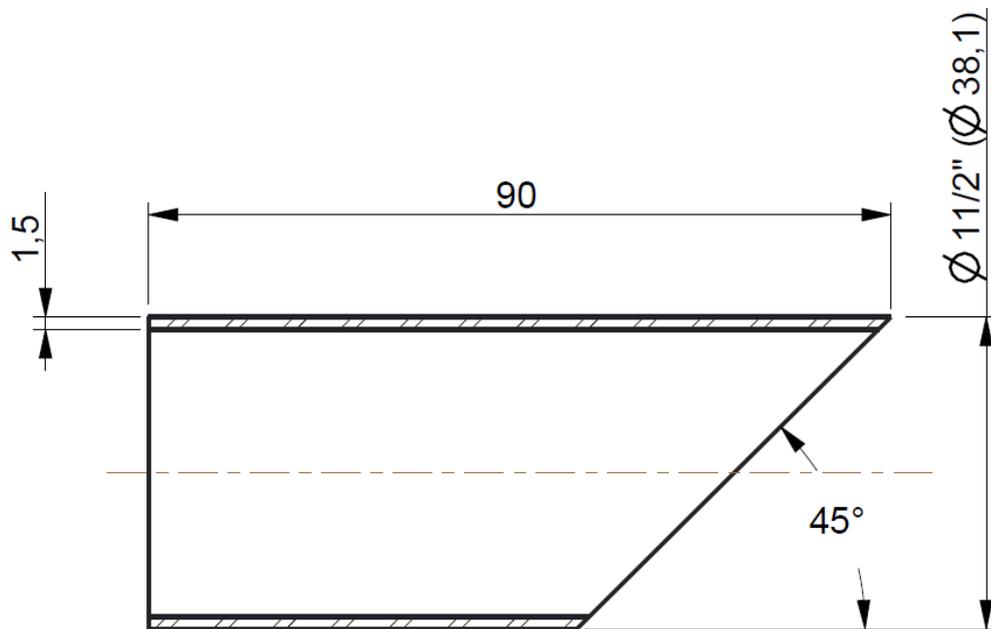
Fonte: Próprio Autor, 2025.

Os resultados são obtidos através das Equações 2 e 3, onde é necessário fazer os cálculos de cada equação para cada componente da bomba difusora.

Saída que é conectado a bomba de pré-vácuo:

As dimensões em (mm) de cada peça estão representadas nas Figura 41, Figura 42 e Figura 43.

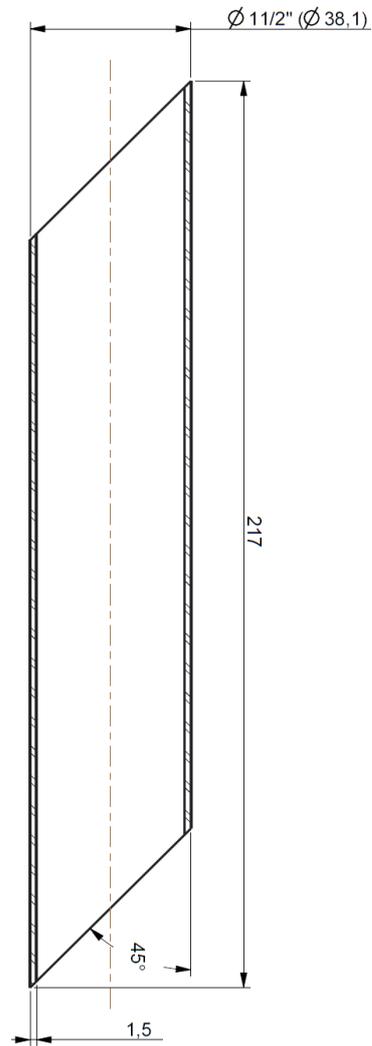
Figura 41 – Peça 1 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 1: $\frac{D_o}{t} = \frac{38,1}{1,5} = 25,4$ (2); $\frac{L}{D_o} = \frac{90}{38,1} = 2,36$ (3);

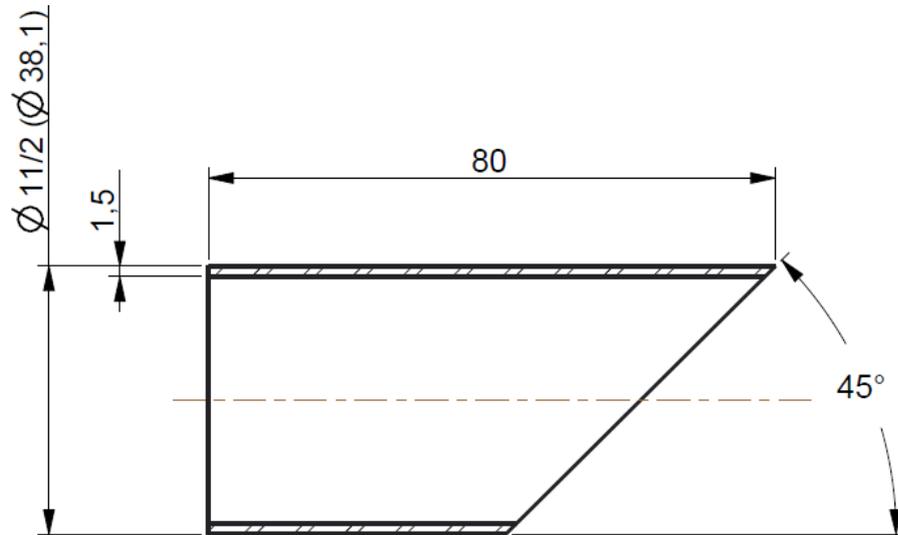
Figura 42 - Peça 2 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 2: $\frac{D_o}{t} = \frac{38,1}{1,5} = 25,4 \quad (2); \quad \frac{L}{D_o} = \frac{217}{38,1} = 5,70 \quad (3);$

Figura 43 - Peça 3 conectada a saída da bomba de pré-vácuo.



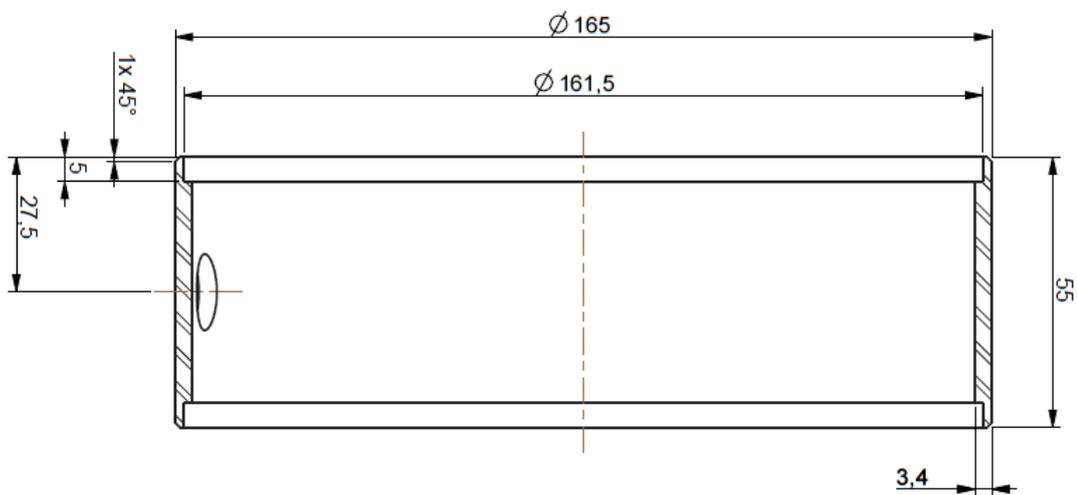
Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 3:
$$\frac{D_o}{t} = \frac{38,1}{1,5} = 25,4 \quad (2); \quad \frac{L}{D_o} = \frac{80}{38,1} = 2,09 \quad (3);$$

Saída que é conectada ao reator:

As dimensões em (mm) de cada peça estão representadas nas Figura 44, Figura 45 e Figura 46.

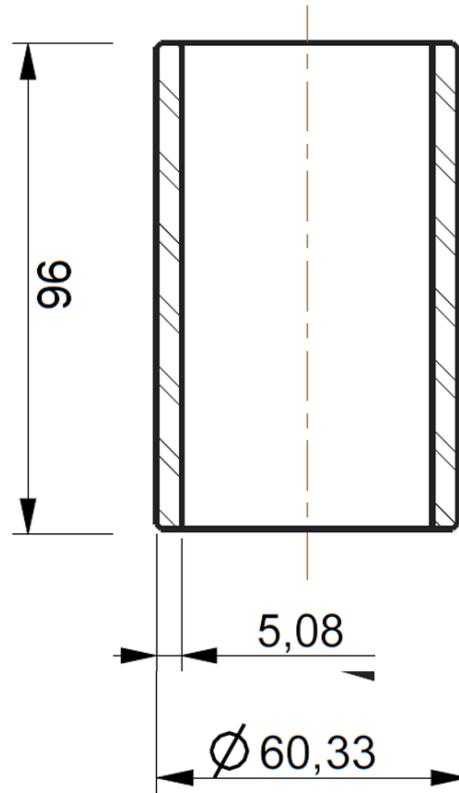
Figura 44 – Peça 4 conectada a saída para o forno-reator.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 4: $\frac{D_o}{t} = \frac{165}{3,4} = 48,53 \approx 50$ (2); $\frac{L}{D_o} = \frac{55}{165} = 0,33 \approx 1,2$ (3);

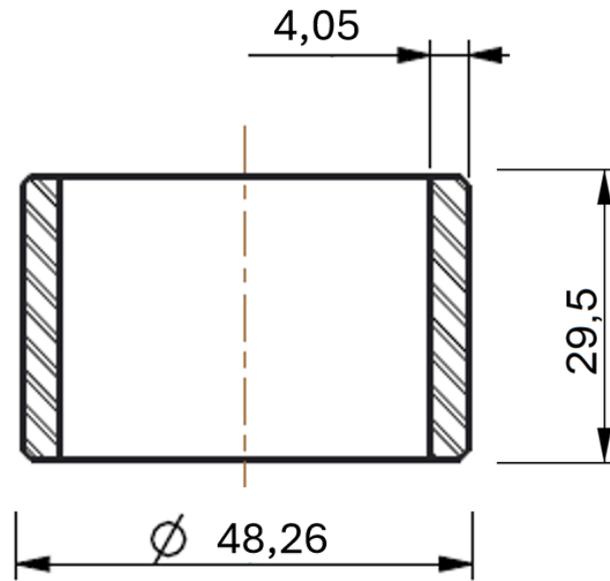
Figura 45 - Peça 5 conectada a saída para o forno-reator.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 5: $\frac{D_o}{t} = \frac{60,33}{5,08} = 11,87 \approx 12$ (2); $\frac{L}{D_o} = \frac{96}{60,33} = 1,6$ (3);

Figura 46 - Peça 6 conectada a saída para o forno-reator.



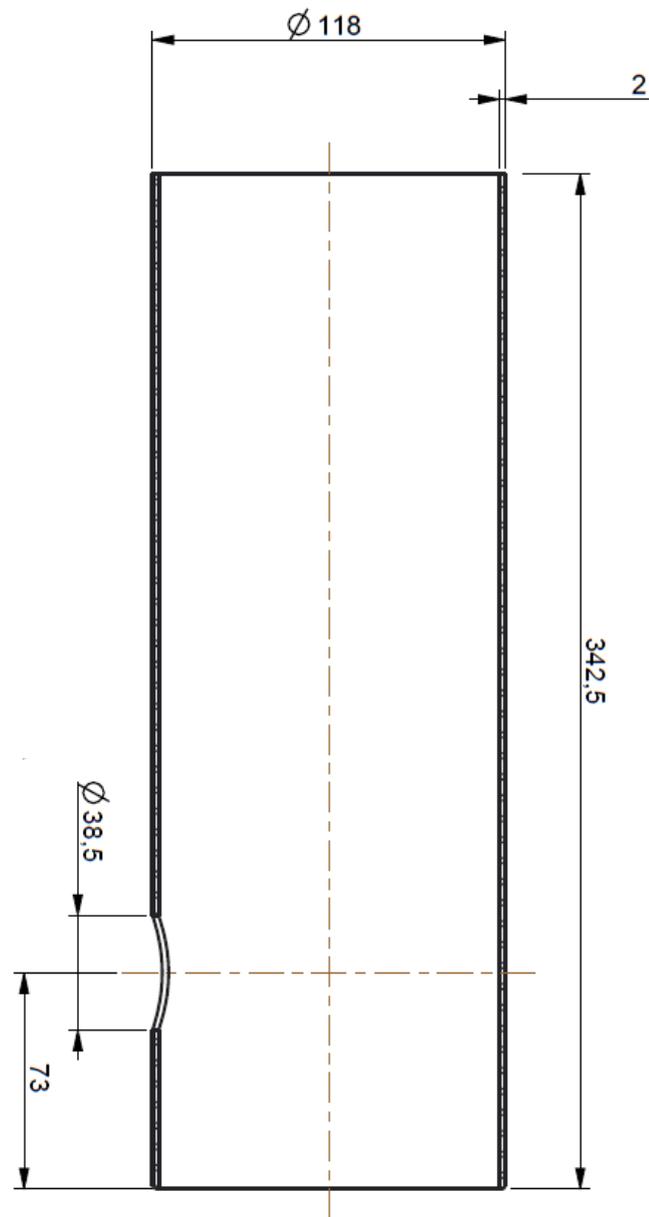
Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 6: $\frac{D_o}{t} = \frac{48,26}{4,05} = 11,92 \approx 12 \quad (2); \quad \frac{L}{D_o} = \frac{29,5}{48,26} = 0,61 \approx 1,2 \quad (3);$

Corpo da difusora:

As dimensões do corpo da bomba difusora em (mm) está representada na Figura 47.

Figura 47 – Peça 7 corpo da bomba difusora.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Peça 7: $\frac{D_o}{t} = \frac{118}{2} = 59 \approx 60$ (2);

$\frac{L}{D_o} = \frac{342,5}{118} = 2,9$ (3);

Onde: D_o (mm); t (mm); L (mm).

Após a os cálculos de dimensionamento , os resultados obtidos são levados para o gráfico na Figura 24 para determinar o Fator A e logo em seguida utiliza-se este fator no gráfico da Figura 25 para se determinar o Fator B. O Fator B é necessário para resultar a pressão máxima exercida no casco da bomba difusora através da Equação 1. Os resultados da pressão máxima suportada por cada componente da bomba difusora são demonstrados através dos cálculos seguintes.

Saída que é conectado a bomba de pré-vácuo 1, 2 e 3:

$$\text{Peça 1: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 82}{3 \cdot 25,4} = 4,3 \text{ MPa} \quad (1);$$

$$\text{Peça 2: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 70}{3 \cdot 25,4} = 3,67 \text{ MPa} \quad (1);$$

$$\text{Peça 3: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 82}{3 \cdot 2,09} = 52,3 \text{ MPa} \quad (1);$$

Saída que é conectado ao reator:

$$\text{Peça 4: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 79}{3 \cdot 50} = 2,1 \text{ MPa} \quad (1);$$

$$\text{Peça 5: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 92}{3 \cdot 12} = 10,22 \text{ MPa} \quad (1);$$

$$\text{Peça 6: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 95}{3 \cdot 1,2} = 105,5 \text{ MPa} \quad (1);$$

Corpo da difusora:

$$\text{Peça 7: } P_{\alpha} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 60}{3 \cdot 59} = 1,35 \text{ MPa} \quad (1);$$

5.2 Sistema forno-reator

De acordo com Silva (2001), em sua pesquisa relata que o Nb pode ser hidrogenado a uma temperatura homogênea de 550°C. Sendo que a temperatura utilizada em seu processo de hidrogenação-desidrogenação foi de 380°C.

O sistema de forno-reator para HDH é composto por um forno, capaz de chegar à temperatura necessária para o processo, um reator de hidrogenação-desidrogenação. Através de um termopar acoplado tipo K de cromel-alumel que de acordo com Guidez (2022) pode trabalhar na faixa de medição que varia de -200 °C a 1300 °C, será possível fazer a leitura da temperatura (°C).

Possui um medidor de pressão, para medir a pressão positiva e pressão negativa, para monitoramento preciso, além de válvulas para controlar a vazão e o fluxo do fluido. A Figura 48 apresenta o sistema forno-reator do projeto de hidrogenação-desidrogenação.

Figura 48 – Sistema forno-reator.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.2.1 Forno elétrico resistivo

O forno para o sistema HDH conforme a Figura 49, alimentado por uma tensão de 110V é de estrutura de aço AISI 316. Este forno elétrico é resistivo, de aquecimento indireto, com elementos Kanthal A-1, esse elemento é capaz de chegar à temperatura de trabalho de 1300°C (CASTRO *et al.*, 2019). Possui Resistividade Elétrica de 1,45 $\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$ e diâmetro de 2,00 mm.

O isolamento térmico é composto por massa isolante CHS-1515 com o coeficiente de condutividade térmica de $K=0,570 \text{ W/m.K}$ e Manta Térmica com o coeficiente de condutividade térmica de $K=0,179 \text{ W/m.K}$.

Figura 49 – Forno elétrico resistivo.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

5.2.2 Dimensionamento dos componentes do forno

Após a revisão da literatura, identificou-se que certos dados de entrada devem ser definidos para iniciar o dimensionamento do forno, como a temperatura máxima no interior e exterior, além dos materiais a serem utilizados. As etapas necessárias do dimensionamento do forno resistivo para o projeto são:

- Definir parâmetros iniciais;
- Determinar dimensões;
- Calcular resistências dos componentes, dimensionar a espessura do isolamento térmico;
- Estimar potência do forno para dimensionamento das resistências elétricas;
- Elaborar projeto para a construção do forno.

Para realizar o dimensionamento de cada componente do forno, é necessário levar em consideração alguns parâmetros iniciais dos materiais isolantes, baseado em suas características e propriedades mecânicas conforme Tabela 3.

Tabela 3 – Parâmetros iniciais dos materiais do forno.

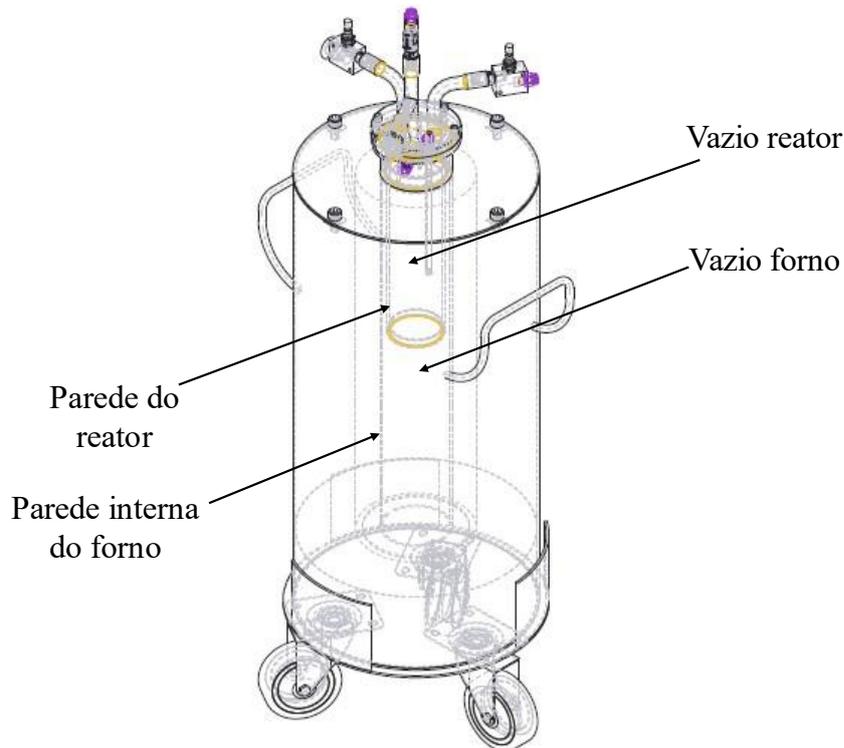
Parâmetros Iniciais dos elementos de composição do forno		
L	Profundidade interna do centro do forno (mm)	540,00
$L_{aço}$	Espessura chapa interna e externa – aço AISI 316 (In)	1/8"
L_{vazio}	Espessura camada de vazio em raio no reator (mm)	33,25
$L_{m\ isolante}$	Espessura camada de massa isolante em volta (mm)	30,00
$L_{m\ isolante}$	Espessura camada de massa isolante na soleira (mm)	107,00
$L_{manta\ térmica}$	Espessura camada de manta térmica em volta (mm)	75,00
$K_{aço}$	Condutividade térmica à 550°C – aço AISI 316 (W/m.K)	21,5
$K_{m\ isolante}$	Condutividade térmica da massa isolante CHS-1515 (W/m.K)	0,570
$K_{manta\ térmica}$	Condutividade térmica da manta térmica (W/m.K)	0,179
h	Coefficiente de transferência de calor por convecção (W/m ² ·K)	30

Fonte: Próprio Autor, 2025.

Depois de definir os parâmetros iniciais para os materiais componentes do forno-reator de características condutores e isolantes, é necessário fazer os cálculos através das equações descritas para ser possível o dimensionamento deles. Inicialmente é feito o cálculo da área das placas internas, depois dos comprimentos característicos da geometria do forno. Com estes resultados, é possível determinar os valores das resistências térmicas de cada material e as espessuras das camadas isolantes do forno, visando o melhor dimensionamento para a execução do projeto.

O forno-reator foi dividido em duas etapas para o dimensionamento. Inicialmente a Figura 50 apresenta o esboço do forno-reator com apenas seus componentes de características condutoras. A resistência térmica do vazio do reator é por convecção, a resistência da parede de aço do reator é por condução, a resistência do vazio do forno por convecção e resistência da parede de aço interna do forno por condução.

Figura 50 – Forno-reator e seus componentes condutores.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Resistência Térmica do Vazio no Reator:

$$R = \frac{1}{h \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \frac{1}{30 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,03325 \cdot 0,26} = 0,614 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (8)$$

Resistência Térmica da parede do Reator:

$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \ln\left(\frac{0,03625}{0,03325}\right) \cdot \frac{1}{21,5 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,26} = 2,46 \times 10^{-3} \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (7)$$

Resistência Térmica do Vazio no Forno:

$$R = \frac{1}{h \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \frac{1}{30 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,042 \cdot 0,26} = 0,48 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (8)$$

Resistência Térmica da parede do Forno:

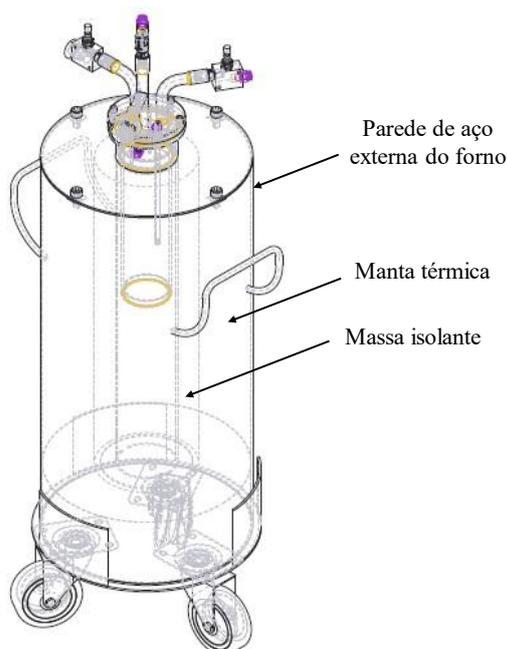
$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \ln\left(\frac{0,045}{0,042}\right) \cdot \frac{1}{21,5 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,54} = 9,46 \times 10^{-4} \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (7)$$

Resistencia Equivalente dos Materiais Condutores:

$$R_{eq} = 0,614 + 2,46 \times 10^{-3} + 0,48 + 9,46 \times 10^{-4} = 1,10 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (9)$$

A Figura 51 representa o esboço do forno-reator com seus componentes de características isolantes. A resistência térmica da massa isolante, manta térmica e aço é por condução, obtém-se o resultado pela Equação 7.

Figura 51 – Forno-reator e seus componentes isolantes.



Resistência Térmica da Massa Isolante:

$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \ln\left(\frac{0,075}{0,045}\right) \cdot \frac{1}{0,57 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,65} = 0,22 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (7)$$

Resistência Térmica da Manta Térmica:

$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \ln\left(\frac{0,150}{0,075}\right) \cdot \frac{1}{0,179 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,65} = 0,95 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (7)$$

Resistência Térmica da Parede Externa do Forno:

$$R = \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right) \cdot \frac{1}{K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L} = \ln\left(\frac{0,123}{0,120}\right) \cdot \frac{1}{21,5 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 0,65} = 2,81 \times 10^{-4} \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (7)$$

Resistencia Equivalente dos Materiais Isolantes:

$$R_{eq} = 0,22 + 0,95 + 2,81 \times 10^{-4} = 1,17 \text{ W/}^\circ\text{C} \quad (9)$$

Após a resolução detalhada dos cálculos das resistências térmicas dos materiais condutores que compõem o sistema, obteve-se uma resistência equivalente. O seu resultado é fundamental para determinar a potência elétrica total necessária para garantir o bom funcionamento do forno-reator, por meio da Equação 6.

Potência do Forno:

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R} = \frac{T_{int} - T_{ext}}{R} = \frac{700 - 20}{1,10} \approx 618 \text{ W} \quad (6)$$

Após a resolução dos cálculos das resistências térmicas associadas aos materiais isolantes, também se obteve o valor uma resistência térmica equivalente desses materiais. Porém esse resultado é importante para garantir a temperatura da parede externa do forno, onde estará em contato com o ambiente, sendo fundamental estar em uma temperatura segura, no máximo 25 °C (temperatura ambiente). Para determinar temperatura da parede externa do forno primeiro é necessário isolar a variável T_{ext} por meio da Equação 6.

Temperatura na Parede Externa do Forno:

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R} \Rightarrow -T_{ext} = R \cdot \dot{Q} - T_{int} \Rightarrow -T_{ext} = -(1,17 \cdot 618) + 700 = 23,06 \text{ }^\circ\text{C} \quad (6)$$

Demonstrando que a proposta de isolamento térmico estabelecido é eficiente e atende aos critérios estabelecidos para segurança operacional e eficiência energética.

Ainda utilizando os resultados anteriores é possível calcular o comprimento necessário do fio de elemento Kanthal A-1 da resistência do forno, por meio da Equação 10. A resistência elétrica é obtida por meio da Equação 4 e Equação 5.

Resistencia Elétrica:

$$R = \frac{V}{I} \quad (4)$$

$$P = V \cdot I \quad (5)$$

Isolando a variável R obtém-se:

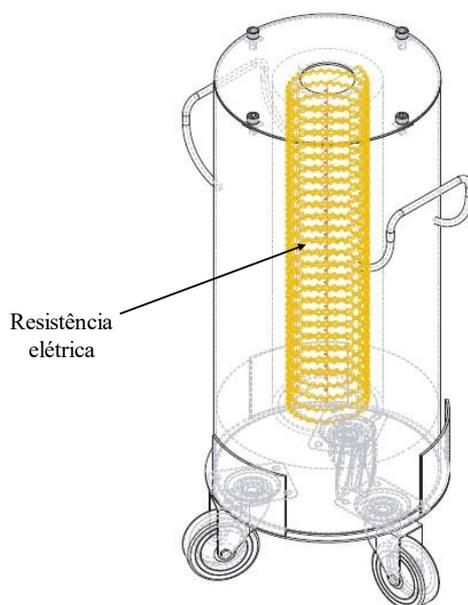
$$R = \frac{V^2}{P} = \frac{110^2}{618} = 19,58 \, \Omega$$

Comprimento do Fio de Elemento Kanthal A-1:

$$L = \frac{R \cdot A}{\rho} = \frac{R \cdot \frac{\pi \cdot d^2}{4}}{\rho} = \frac{19,58 \cdot \frac{\pi \cdot 2^2}{4}}{1,35} \approx 46 \, \text{m} \quad (10)$$

Obteve-se o resultado de aproximadamente 46 m necessário para chegar à temperatura de 700°C no interior do forno-reator. Satisfazendo então o parâmetro para hidrogenação que inicialmente foi citado que a temperatura necessária seria de 550 °C. O esboço da resistência do forno-reator está apresentado na Figura 52.

Figura 52 – Resistencia elétrica do forno-reator.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

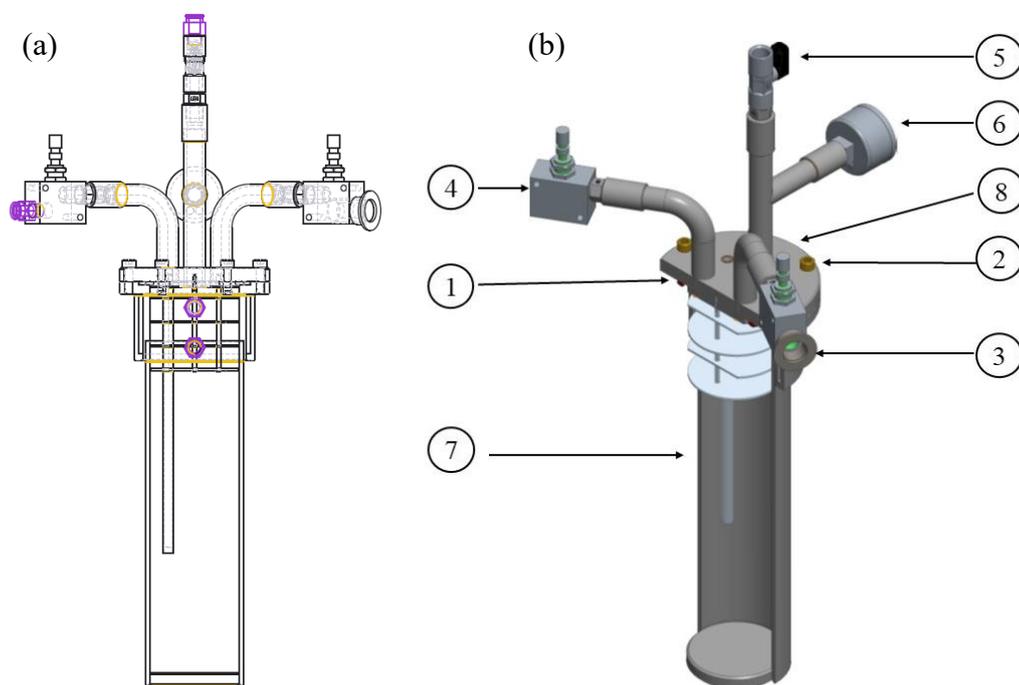
5.2.3 Reator de hidrogenação-desidrogenação

O reator é feito de materiais resistentes à corrosão e alta temperatura, como aço inoxidável ou ligas de níquel, deve ter implementações para evitar fugas. Ele é de formato cilíndrico, composto por um tampo possuindo como meio de vedação anel o ‘Ring’.

A estrutura do reator é projetada para resistir à pressão interna negativa e positiva, garantindo que os processos térmicos e químicos ocorram dentro das configurações de segurança estabelecidas. Para isso, sua parede possui espessura adequada conforme cálculos de dimensionamento mecânico, levando em consideração a pressão de operação e os coeficientes de segurança recomendados pelas normas técnicas aplicáveis.

Conforme demonstrado na Figura 53 (a) o desenho técnico do equipamento em vista frontal em linhas destacadas, e em (b) é um desenho 3D em vista isométrica para melhor visualização.

Figura 53 – Reator de hidrogenação-desidrogenação.



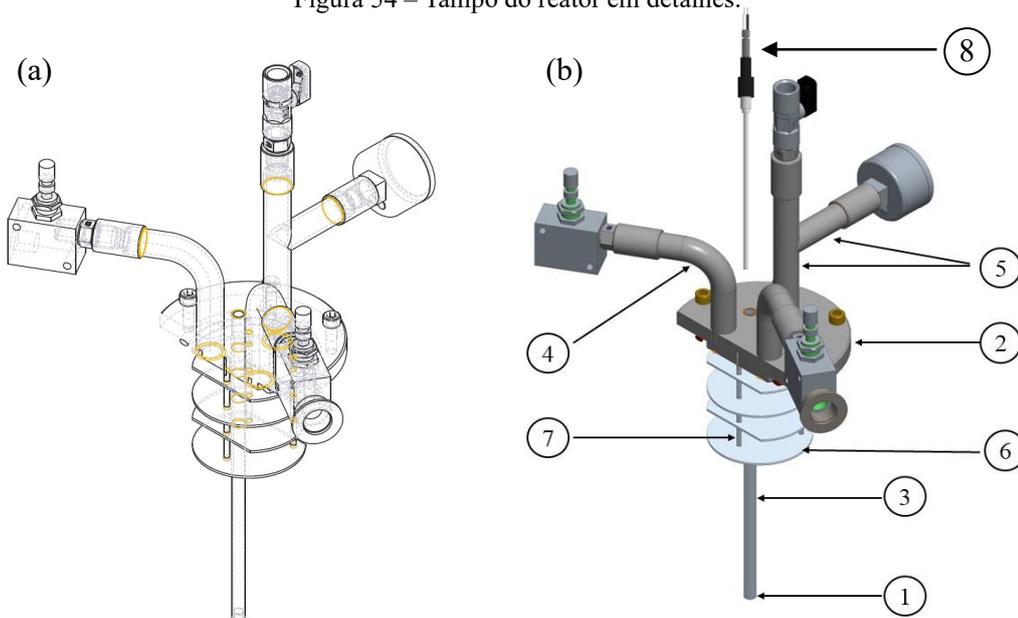
Fonte: Próprio Autor, 2025.

Onde:

- 1 – Anel O ‘Ring;
- 2 – Parafusos cabeça cilíndrica sextavado interno;
- 3 – Flange NW16KF para realização de vácuo;
- 4 – Adaptador macho para entrada de Hidrogênio;
- 5 – Sensor de vácuo;
- 6 – Manômetro;
- 7 – Jarro;
- 8 – Tampo;

Na Figura 54 (a) é ilustrado o desenho do tampo do reator de vista isométrica e em linhas detalhando o equipado com um mecanismo de vedação para que possa evitar fugas de hidrogênio e em (b) é um desenho em 3D de vista isométrica para melhor visualização do equipamento. É necessário em seu sistema uma válvula de entrada para controlar a quantidade de hidrogênio fornecido e um medidor de fluxo para monitorar a quantidade de hidrogênio que entra.

Figura 54 – Tampo do reator em detalhes.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

Onde:

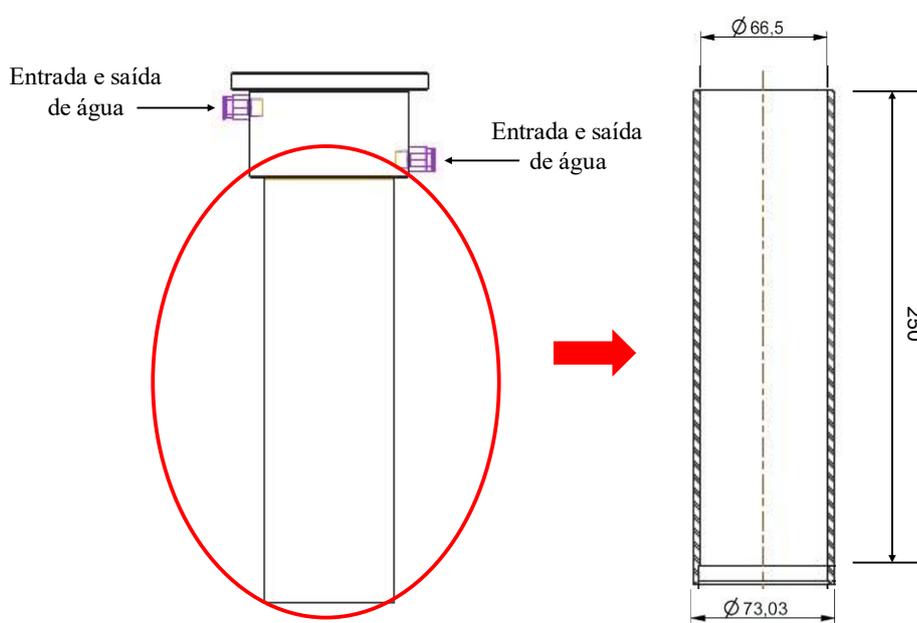
- 1 – Tampa do tubo para termômetro;
- 2 – Tampo do reator;
- 3 – Tubo para termopar;
- 4 – Tubo curvo;
- 5 – Tubos;
- 6 – *Baffle* do reator;
- 7 – Tirante;
- 8 – Termopar.

5.2.4 Dimensionamento da espessura e tensões na parede do reator de hidrogenação-desidrogenação

Para realizar o dimensionamento da parede do reator de HDH, é necessário levar em consideração que é um vaso de pressão. Entretanto, este vaso de pressão inicialmente sofrerá pressão negativa, para posteriormente receber a pressão positiva. Sua parede deve ser capaz de suportar tais pressões. O corpo do reator que sofrerá pressão negativa é apresentado na Figura

55, onde a peça que tem o menor diâmetro (mm) que deve ser considerada pra os cálculos, visto que a peça de diâmetro maior é uma camisa que circula água para resfriar o reator, ela não sofre pressão.

Figura 55 – Esboço do corpo do reator.



Fonte: Próprio Autor, 2025.

O dimensionamento é realizado através das Equações 2 e 3.

$$\frac{D_o}{t} = \frac{73,03}{3,25} = 22,5 \quad (2)$$

$$\frac{L}{D_o} = \frac{260}{73,03} = 3,4 \quad (3)$$

Onde:

D_o (mm);

t (mm);

L (mm).

Após a os cálculos de dimensionamento para a pressão negativa, os resultados obtidos são levados para o gráfico demonstrado na Figura 24 para determinar o Fator A. Ao obter o valor deste Fator, logo em seguida utiliza-o no gráfico apresentado na Figura 25 para se

determinar o Fator B. O Fator B é necessário para resultar a pressão máxima exercida no casco do reator através da Equação 1.

Pressão máxima suportada pelo reator:

$$P_{\infty} = \frac{4 \cdot B}{3 \cdot \frac{D_o}{t}} = \frac{4 \cdot 33}{3 \cdot 22,5} = 1,95 \text{ MPa} \quad (1);$$

A pressão interna que o hidrogênio exerce no reator, é positiva e constante durante todo o processo, com valor de $1,5 \text{ kg/cm}^2$ (Silva, 2001).

Para se obter a espessura t (mm) é necessário parâmetros de acordo com o aço proposto para o projeto, o AISI 316 ideal para fabricação de vasos de pressão (APERAM, 2015). O raio externo do corpo do reator, é de 36,5 mm e a espessura de sua parede é de 3,25 mm. Comercializado de 2,60 a 50,80 mm (GNEE, 2008).

Levando em consideração que a temperatura no interior do forno pode chegar a 700°C , como meio de segurança os cálculos foram baseados nessa temperatura máxima de trabalho. A eficiência da junta soldada é um fator adimensional entre 0 e 1 que deve ser levado em consideração conforme ASME (2023) UW-12, sendo considerado 1, valor máximo, visto que a princípio as soldas não passarão por nenhum tipo de teste, até que haja uma montagem futura deste projeto.

A tensão admissível é possível ser calculada através da Equação 12 considerando o fator mínimo 3,5 de acordo com ASME (2019) e temperatura máxima de trabalho que o forno pode chegar 700°C .

Tensão Admissível:

$$S_{efetivo} = \frac{S}{FS} = \frac{92}{3,5} = 26,28 \text{ MPa} \quad (12)$$

A espessura t da parede do reator é obtida a partir do resultado da Equação 11.

Espessura t:

$$t = \frac{P \cdot R}{S \cdot E - 0,6 \cdot P} = \frac{0,1471 \cdot 36,5}{26,28 \cdot 1 - 0,6 \cdot 0,1471} = 0,205 \text{ mm} \quad (11)$$

O valor obtido foi de 0,205 mm, onde é menor que a espessura proposta pelo projeto, que é de 3,25 mm, satisfazendo a condição mínima de suportar a pressão exercida pelo Hidrogênio no interior do reator.

6 CONCLUSÃO

O desenvolvimento do sistema de hidrogenação-desidrogenação (HDH) seguiu uma abordagem estruturada, contemplando a problematização, o estudo detalhado do problema, a aquisição de conhecimento técnico e a implementação do projeto. Essa metodologia permitiu a modelagem computacional da bomba difusora para alto-vácuo e do conjunto forno-reator de hidrogenação, componentes essenciais do sistema HDH. A interdependência dessas etapas garantiu uma integração eficiente do projeto, assegurando um dimensionamento preciso e a viabilidade técnica da solução proposta.

O sistema projetado demonstrou viabilidade prática, segurança operacional e conformidade com as normas técnicas vigentes. A modelagem 3D permitiu verificar que não há interferências mecânicas nos componentes, assegurando a funcionalidade e integridade do sistema. Além disso, as análises estáticas confirmaram que os principais componentes, como a bomba difusora e o forno-reator, foram adequadamente dimensionados para suportar as condições operacionais.

A escolha do aço inoxidável AISI 316 para a construção do reator foi por sua resistência à fragilização pelo hidrogênio. Em materiais suscetíveis, o hidrogênio atômico se difunde para contornos de grão e defeitos cristalinos, reduzindo a ductilidade e favorecendo falhas estruturais. No entanto, o AISI 316, por ser um aço austenítico com estrutura cúbica de face centrada (CFC), possui maior resistência a esse fenômeno. A presença de níquel estabiliza a fase austenítica e reduz a difusividade do hidrogênio, enquanto o molibdênio minimiza sua adsorção na superfície do material. Essa combinação impede a fragilização e garante a integridade estrutural do reator mesmo após múltiplos ciclos de hidrogenação e desidrogenação.

Os cálculos realizados para a operação sob pressão negativa na bomba difusora e no reator demonstraram que o sistema suporta pressões inferiores à atmosférica sem risco de colapso estrutural. Da mesma forma, a análise da pressão positiva no reator revelou que sua estrutura suporta a pressão interna do hidrogênio com margem de segurança adequada, garantindo a confiabilidade operacional do sistema.

Dessa forma, o projeto atingiu todos os objetivos estabelecidos, validando o método HDH como uma solução eficiente e viável para a produção de pós de Nb. Os resultados obtidos reforçam o potencial de aplicação desse processo em diferentes setores da indústria, contribuindo para avanços na metalurgia do nióbio e em suas aplicações tecnológicas.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- A otimização do sistema HDH, com foco na escolha de materiais mais eficientes e no controle avançado dos parâmetros de processo, como temperatura e pressão e taxas de resfriamento.
- A ampliação da escala de produção é outro caminho promissor. As pesquisas podem explorar as soluções técnicas e econômicas para adaptar o sistema ao uso industrial, incluindo a utilização de modelos computacionais para prever seu desempenho em maiores capacidades.
- Aplicar o sistema HDH a outros metais refratários, como tântalo, titânio e suas ligas etc. Esses estudos revelam as particularidades desses materiais, expandindo as possibilidades de uso em diferentes setores industriais.

REFERÊNCIAS

ALI, M.; UL-HAMID, A.; ALHEMS L. M.; SAEED A. *Review of common failures in heat exchangers–Part I: Mechanical and elevated temperature failures. Engineering Failure Analysis*, v. 109, p. 104396, 2020.

ALVES, A. R.; COUTINHO, A. R. *The evolution of the niobium production in Brazil. Materials Research*, v. 18, n. 1, p. 106-112, 2015.

AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL Engineers (ASME).; *ASME Boiler and Pressure Vessel Code (BPVC)*. 2019 Edição. Nova York: ASME, 2019.

AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. *ASME Boiler & Pressure Vessel Code: rules for construction of pressure vessels*. 2023 ed. New York: ASME, 2023. v. VIII, Division 1.

AMORIM, M. V.; DEGASPERI, F. T.; IANNINI, R. F.; CERAGIOLI, H. J.; PETERLEVITZ, A. C.; BARANAUSKAS, V. *Modelagem de Sistema de Alto-Vácuo de Arranjo Experimental para Emissão de Elétrons por Efeito de Campo. Boletim Técnico da FATEC-SP, BT/33*, 2012.

ANGELO, P. C.; SUBRAMANIAN, R.; RAVISANKAR, B. *Powder Metallurgy: science, technology and applications*. (PHI Learning Pvt. Ltd., India, 2008, 300 pg).

APERAM SOUTH AMERICA. *Aço inox: especificações técnicas*, 2015. Disponível em: brasil.aperam.com/wp-content/upload/2015/11/A%C3%A7o-inoxespecifica%C3%A7%C3%B5es-t%C3%A9cnicas.pdf.

AZEVEDO, J. M. C.; SERRENHO, A. C.; ALLWOOD, J. M. *Energy and material efficiency of steel powder metallurgy. Powder Technology*, v. 328, p. 329-336, 2018.

BRUZIQUESI, C. G. O.; BALENA, J. G.; PEREIRA, M. C.; SILVA, A. C.; OLIVEIRA, L. C. A. *Nióbio: um elemento químico estratégico para o Brasil. Química nova*, v. 42, n. 10, p. 1184-1188, 2019.

ÇENGEL, Y. A.; GHAJAR, A. J. *Transferência de Calor e Massa: Uma Abordagem Prática*. 4a ed. [s.l.] AMGH Editora Ltda, 2012.

COMPRACO. *Propriedades do aço inoxidável AISI 316*. 2025.

COTTERILL, P. *The hydrogen embrittlement of metals*. **Progress in Materials Science**, v. 9, n. 4, p. 205-301, 1961.

DELFORGE, D. Y. M.; FERREIRA I.; SILVA, C. G. R.; PARIS, E. A. G.; MARCELO, A. L.; NOVAES, R. H. *Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material: uma nova tecnologia para a reciclagem de metais?* **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, p. 95-100, 2007.

DEGASPERI, F. T. *Modelagem físico-matemática de sistemas de pré-vácuo complexos*. **Anais da VII Mostra de Docentes em RJI**. São Paulo, 2021.

DINIZ, P. H. A. *Análise do consumo energético de forno elétrico a arco voltaico utilizado em indústria metalúrgica nacional*. 2018. 74 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Elétrica) - **Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2018**.

NASCIMENTO, E. S.; ARAÚJO, K. F. G.; MASHHADIKARIMI, M.; GOMES, U. U. *Efeito do processo de hidrogenação na redução do tamanho de partículas de nióbio utilizadas em capacitores eletrolíticos* *Effect of the hydrogenation process on reducing the size of niobium particles used in electrolytic capacitors*. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 11, p. 109468-109476, 2021.

JUNIOR, A. G. S.; BIEHL, L. V. *Estudo da interação e dos danos causados pelo hidrogênio aos metais*. **VETOR-Revista de Ciências Exatas e Engenharias**, v. 24, n. 2, p. 70-92, 2014.

DUVAIZEM, J. H. *Estudo das propriedades mecânicas e microestruturais de ligas à base de titânio-nióbio-zircônio processados com hidrogênio e metalurgia do pó para utilização em implantes dentários*. 2009. Tese de Doutorado. **Universidade de São Paulo**.

DUVAIZEM, J. H.; TAKIISHI, H.; JUNIOR, R. N. F. *Estudo da hidrogenação para pulverização de ligas à base de Ti-Zr-Nb*. In: Programa Institucional De Bolsas De Iniciação Científica, 12.; Programa De Bolsas E Iniciação Científica CNEN, 3., 9-10 de novembro, 2006, São Paulo, SP.

FERRARI, V. Z.; TAVARES, A. C.; MARTINS, V.; MALFATTI, C. F. *Usinagem do nióbio comercialmente puro, uma revisão bibliográfica*. **Brazilian Journal of development**, v. 7, n. 1, p. 1475-1494, 2021.

FERRIN, P.; KANDOI, S.; NILEKAR, A. U.; MAVRIKAKIS, M. *Hydrogen adsorption, absorption and diffusion on and in transition metal surfaces: A DFT study*. **Surface science**, v. 606, n. 7-8, p. 679-689, 2012.

FIALHO, M. S. B. *Efeito do tempo da moagem de alta energia na obtenção da liga Al-2% Nb*. Universidade De Brasília Faculdade De Tecnologia Departamento De Engenharia Mecânica. **Repositório Institucional da UnB**. 2019.

FILHO, J. M. *Instalações Elétricas Industriais*. 6. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2001.

FILHO, J. M. *Instalações Elétricas Industriais*. [S.l.]: Grupo Editorial Nacional, 2017.

GABRIEL, S. B.; BRUM, M. C.; CANDIOTO, K. C. G.; SANDIM, H. R. Z.; SUZUKI, P. A.; NUNES, C. A. *Kinetics of thermal decomposition of niobium hydride*. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 30, n. 1, p. 38-41, 2012.

GABRIEL, S. B.; SILVA, G.; CANDIOTO, K. C. G.; SANTOS, I. D.; SUZUKI, P. A.; NUNES, C. A. *Niobium hydrogenation process: Effect of temperature and cooling rate from the hydrogenation temperature*. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 29, n. 1, p. 134-137, 2011.

GAMA, S. *Introdução a ciência e tecnologia de vácuo*. **Campinas, SP, Unicamp**, 2002.

GHOSH, K. S. *Foundations Of Corrosion Science And Engineering*. **PHI Learning Pvt. Ltd.**, 2024.

GNEE TIANJIN GROUP CO., LTD. Gnee Tianjin Group Co., Ltd.: *apresentação institucional. Tianjin, 2008*. Disponível em: <https://www.gneesteel.com/>. Acesso em: 20 jan. 2025.

GUIDEZ, J. *Fast reactors: Physics, Safety and Technology*. **1 ed. Amsterdam: Elsevier, 2022**.

HANDBOOK, A. S. M. *Powder Metal Technologies and Applications*. **Asm International**, v. 7, p. 1146, 1998.

HELALI, H. T.; GRAFINGER, M. *The precision of FEM simulation results compared with theoretical composite layup calculation*. **Composites Part B: Engineering**, v. 95, p. 282-292, 2016.

HOSSEINI-GOURAJOUBI, F.; POURABDOLI, M.; UNER, D.; RAYGAN, S. *Effect of process control agents on synthesizing nano-structured 2Mg–9Ni–Y catalyst by mechanical milling and its catalytic effect on desorption capacity of MgH₂*. **Advanced Powder Technology**, v. 26, n. 2, p. 448-453, 2015.

IECKER, T. D. *Análise de tensões em vasos de pressão através do método de elementos finitos*. Centro Federal De Educação Tecnológica Celso Suckow Da Fonseca – **CEFET/RJ**, 2014.

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P.; BERGMAN, T. L.; LAVINE, A. S. *Fundamentos de transferência de calor e massa*. **7. ed. Rio de Janeiro: LTC**, 2014. 672 p.

JESUS, L. C. C.; BRANDÃO, S. M.; GROSSI, L. J.; MUTERLLE, P. V. *Influência dos parâmetros de pressão de compactação e tempo de moagem na obtenção da liga Al4Cu pelo processo de metalurgia do pó*. **Revista Interdisciplinar de Pesquisa em Engenharia**, v. 5, n. 2, p. 100-112, 2019.

KOMIYA, K.; SHINZATO, Y.; YUKAWA, H.; MORINAGA, M.; YASUDA, I. *Measurement of hydrogen permeability of pure Nb and its alloys by electrochemical method*. **Journal of alloys and compounds**, v. 404, p. 257-260, 2005.

KUMAR, A.; MUTHUKUMAR, P.; SHARMA, P.; KUMAR, E. A. *Absorption based solid state hydrogen storage system: A review*. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, v. 52, p. 102204, 2022.

LEITE, G. S.; SANDIM, H. R. Z.; CINTHO, O. M. *Sinterização do Nióbio: Efeito da Granulometria dos Pós*. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 8, n. 2, p. 132-137, 2013.

MATTE, C. R.; GANASSINI, P. D.; THOMAZ, M. R.; SCHMIDT I. *Análise e otimização de um pequeno forno de fundição*. **Anais da Engenharia de Produção/ISSN 2594-4657**, v. 2, n. 1, p. 35-58, 2018.

MANGHNANI, M. H.; MARIELLA, R. P. *Hidrogênio em Metais*. **Berlim: Springer-Verlag**, 1975.

MOUMENI, H.; NEMAMCHA, A.; ALLEG, S.; GRENÈCHE, J. M. *Hyperfine interactions and structural features of Fe-44Co-6Mo (wt.%) nanostructured powders*. **Materials Chemistry and Physics**, v. 138, n. 1, p. 209-214, 2013.

NETE, M.; PURCELL, W.; NEL, J. T. *Separation and isolation of tantalum and niobium from tantalite using solvent extraction and ion exchange*. **Hydrometallurgy**, v. 149, p. 31-40, 2014.

NR-13. *Caldeiras, vasos de pressão, tubulações e tanques metálicos de armazenamento*. **Redação dada pela Portaria MTb nº 1.846, de 01 de julho de 2022**.

PAULA, L. F.; ALVES, A. C.; ALVES, H. C. S.; RIBEIRO, E. A.; MADURRO, A. G. B.; MADURRO, J. M. *Diretrizes para a construção de um moinho de bolas para a moagem de sólidos em laboratórios*. **Química Nova**, v. 37, p. 736-739, 2014.

REBOLA, L. B. *Análise de eficiência energética de um forno a plasma para vitrificação de cinzas* - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016.

RENGASWAMY, N. S.; RAJAGOPALAN, K. S. *Hydrogen embrittlement of steel and other metals, Proceedings of the Interdisciplinary Meeting on Hydrogen in Metals*. **Bombay**, Fevereiro 19-20, 1980.

R-TECH, Materials. *EpicFail - High Temperature Hydrogen Attack*. Disponível em: <https://www.r-techmaterials.com/news-and-blog/epicfail-high-temperature-hydrogen-attack/>.

SALGADO, L. *Processamento da liga ferro-níquel-cobre-molibdênio por moagem de alta energia. Seminário para tese de Doutorado*, Instituto de Pesquisa Energéticas Nucleares, São Paulo–SP, 2002. 25, 27, 28

SALILI, S. M.; ATAIE, A.; SADIGHI, Z. *Effect of ball size and ball to powder ratio variation on crystallite size and formation of nanocrystalline materials in planetary ball mill*. In: **AIP Conference Proceedings**. American Institute of Physics, 2011. p.127-130.

SANTANA, V. H. B. K. *Projeto estrutural e térmico de forno elétrico resistivo tipo mufla*. 2022. Monografia do curso de engenharia mecânica. **Instituto Federal Do Espírito Santo - IFES**, Cachoeiro de Itapemirim, 2022.

SANTOS, M. A. *A metalurgia do pó para produção de peças de alumínio na indústria metalúrgica*. Dissertação para mestrado. Escola de Engenharia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. **Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS**. 2018.

SILVA, D. G. M.; VASCONCELOS, W. L. *Isolante térmico fibroso: motivos de sua utilização como revestimentos de trabalho em equipamentos industriais que operam em altas temperaturas-revisão da literatura-parte I*. **Cerâmica**, v. 63, p. 281-294, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1590/0366-69132017633672089>.

SILVA, G. *Aplicação do Método de Taguchi no Estudo da Influência das Variáveis do Processo de Moagem e Classificação de Hidreto de Nióbio*. Monografia. **Faculdade de Engenharia Química de Lorena – Departamento de Engenharia química**. Lorena - SP. 2001.

SONI, P. R. *Mechanical alloying: fundamentals and applications*. **Cambridge International Science Publishing**. Cambridge, UK, 2001.

SURYANARAYANA, C. *Mechanical alloying and milling*. **Progress in materials science**, v. 46, n. 1-2, p. 1-184, 2001. **DOI:** [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00010-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00010-9).

TALEGHANI, M. A. J. *Processing and properties of high performance 7075 Al and AZ91 Mg powder metallurgy alloys*. 2014. Tese de Doutorado. **Universidad Carlos III de Madrid**.

TELES, I. C. C. *Estudo da interação do hidrogênio com a liga de níquel 725*. Engenharia Metalúrgica. Escola Politécnica - **Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2019**.

TEODORO, C. L. *Projeto de um moinho attritor programável de baixo custo para laboratório*. IEM - Instituto de Engenharia Mecânica. **Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI, 2018**.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. *An Introduction to Powder Metallurgy*. **1a ed. Lodon: Institute of Materials Series on Powder Metallurgy, 1994**.

VACUUM, PFEIFFER. *The Vacuum Technology Book*. Vol. 1. **Editora Pfeiffer Vacuum, 2008**.

Jr, L. E. V.; NETO, J. B. R.; DACHAMIR, H.; KLEIN, A. N. *Compósitos de matriz metálica reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas produzidos por mecanossíntese: uma revisão*. Universidade Nove de Julho Brasil. **Exacta**, v. 7, n. 2, p. 195-204, 2009.

VIEIRA, S. L. *Forno de indução eletromagnética com temperatura controlada*. **Setor de tecnologia curso de engenharia elétrica**. Universidade Federal Do Paraná. Curitiba, 2018.

WEISSLER, G. L.; CARLSON, R. W. *Vacuum physics and technology*. California Institute of Technology Pasadena. **Academic Press**. California, 1980.

ZABEL, H.; ALEFELD, G.; PEISL, H. *X-ray investigation of the niobium hydrogen phase diagram*. **Univ., Munich, 1975**.

ZHANG, B.; HUANG, Y.; DOU, Z.; WANG, J.; HUANG, Z. *Refractory high-entropy alloys fabricated by powder metallurgy: Progress, challenges and opportunities*. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**. Vol. 9. p. 100688, 2024.

ZHAO, Y.; CHANG, I. *Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications*. [s.l.] **Woodhead Publishing Limited**, 2013.