

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SECRETARIA DA INDÚSTRIA, COMÉRCIO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DA DIFUSIVIDADE E CONDUTIVIDADE
TÉRMICAS DE MATERIAIS POROSOS PELA TÉCNICA DE
PULSO DE ENERGIA**

Reynaldo Turquetti Filho

**Dissertação apresentada ao Instituto de
Pesquisas Energéticas e Nucleares como
parte dos requisitos para obtenção do
Grau de "Mestre - Área Reatores
Nucleares de Potência e Tecnologia do
Combustível Nuclear".**

Orientador: Dr. Joaquim de Sýfos Cintra Filho

**São Paulo
1979**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DA DIFUSIVIDADE E
CONDUTIVIDADE TÉRMICAS DE MATERIAIS POROSOS
PELA TÉCNICA DE PULSO DE ENERGIA**

REYNALDO TURQUETTI FILHO

Dissertação apresentada ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares como parte dos requisitos para obtenção do grau de "Mestre - Área Reactores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear".

Orientador: *Dr. Joaquim de Sylos Cintra Filho*

São Paulo
1979



INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

À Ayēres,

Monica,

Janaina,

esposa e filhas, dedico este trabalho.

A G R A D E C I M E N T O S

Desejo manifestar aqui, os meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que contribuíram para a realização deste trabalho.

Ao Dr. Joaquim de Sylos Cintra Filho, orientador, meu especial agradecimento pelo incentivo e dedicação durante todas as etapas do trabalho.

Ao Dr. José Antonio Dias Diegues, gerente do Centro de Engenharia Nuclear do IPEN, quero agradecer a colaboração prestada.

Ao amigo Gerson Antonio Rubin, companheiro de pesquisas, agradeço pelas sugestões apresentadas e pela colaboração dada na preparação dos programas computacionais.

Desejo agradecer também, aos colegas e amigos do CEN:

Alfredo Alejo Gonzales, Gildo José da Silva Costa, Jorge Khouri e José Carlos de Almeida, pela colaboração na montagem do arranjo experimental e pelas sugestões apresentadas.

Magno Jorge Zandavalli Barbosa e Silvio Luis Zen, pelas sugestões e discussões de algumas etapas do trabalho.

Sueli Anselmo Alves Heringer, pela colaboração na execução dos gráficos, tabelas e figuras.

Quero agradecer, ainda, ao Centro de Metalurgia Nuclear, pelo fornecimento das amostras sinterizadas, e em especial ao Manoel Humberto Borgo e ao Homero Basani, pela atenção dispensada na preparação das mesmas.

À Rita Lavinia Torriani, agradeço pela datilografia do texto.

Ao IPEN, Instituto de Pesquisas Energéticas

E R R A T A

página	linha	onde se lê:	leia-se:
ABSTRACT	9	electrolitic	electrolytic
1	18	com o PWR	como o PWR
3	5	maior	menor
10	2	<u>Simulated</u>	<u>Stimulated</u>
15	6	(após a palavra temperatura, acrescentar: na face posterior da amostra (x=L).)	
49	26	ponto/s	pontos/s
58	20	eletrlitico	eletrolítico
63	1ª linha de valores	0,289	0,0289
67	4	eletrlitico	eletrolítico
104	3	100 pulsos/s	1000 pulsos/s
131	21	COMISSION	COMMISSION
132		(antes da primeira linha, acrescentar: 9. CAPE, J.A. & LEHMAN, G.W. Temperature and finite pulse-time...	
135	19	(após a palavra <u>urânio</u> , acrescentar: <u>através da análise por ativação do oxigenio com neutrons de 14MeV.</u>)	

e Nucleares e ao PRONUCLEAR - Programa de Formação de Recursos Humano para o Setor Nuclear, meus agradecimentos pelo fornecimento das instalações e pelo suporte financeiro, possibilitando condições para a realização deste trabalho.

Finalmente, desejo agradecer, imensamente, a Ayéres, minha esposa, amiga e companheira que me forneceu o suporte básico para realizar este trabalho: Amor!

Reynaldo Turquetti Filho

R E S U M O

Neste trabalho foi proposto um novo procedimento para medir a difusividade e condutividade térmicas, de materiais porosos, utilizando-se juntamente com a Técnica de Pulso de Energia, um Sistema de Aquisição de Dados. Esse Sistema, constituído por um Computador PDP-11/45, foi acoplado diretamente ao arranjo experimental convencional, para utilização da Técnica de Pulso de Energia, através de um Conversor Analógico-Digital.

Foram analisadas amostras, na forma de pastilhas, de três materiais sinterizados: UO_2 , ThO_2 e Al_2O_3 . O pulso de energia radiante, de curta duração, foi fornecido por um raio Laser. O transiente de temperatura resultante, na face posterior da amostra, foi detectado por um termopar, e registrado pelo computador, na forma de uma sequência de pontos. A esses pontos foi ajustada pelo Método dos Mínimos Quadrados, a função adimensional do modelo de Parker, determinando-se assim a difusividade térmica do material da amostra.

O procedimento utilizado neste trabalho, apresenta melhores resultados do que a técnica convencional pois considera todos os pontos do transiente de temperatura para determinar a difusividade térmica, enquanto a técnica convencional leva em conta apenas um ponto. Para comprovação da validade desse procedimento, determinou-se a difusividade térmica em amostras de ferro eletrolítico-734, e obteve-se um desvio médio de apenas $\pm 4\%$, em comparação com os valores citados na literatura. Com a técnica convencional este desvio é de

aproximadamente $\pm 7\%$.

Em seguida, realizaram-se os experimentos para determinar a difusividade térmica de UO_2 , ThO_2 e Al_2O_3 , respectivamente, com densidade de 62 a 94%, 85 a 95%, 54 a 96%, de suas densidades teóricas. Todos os experimentos foram realizados na temperatura ambiente. Em todos eles observou-se uma tendência da difusividade térmica diminuir com a densidade (aumento da porosidade). Na comparação dos valores medidos com aqueles citados na literatura, para UO_2 obteve-se um desvio médio de $\pm 5\%$. No entanto, para as amostras de ThO_2 as difusividades térmicas medidas foram, em média, 20% maiores do que as mencionadas em outros trabalhos, e para as amostras de Al_2O_3 , 30% menores.

A condutividade térmica foi determinada em função da difusividade térmica, da espessura e do transiente máximo de temperatura na face posterior da amostra, e também, da quantidade de energia absorvida na face anterior. Essa energia foi determinada utilizando-se uma amostra padrão de ferro eletrolítico-734, com propriedades conhecidas. Os resultados obtidos para a condutividade térmica foram, então, comparados com aqueles previstos pelas equações de Loeb, simplificada e modificada, de Russell, de Eucken e de Murabayashi. A curva descrita pela equação de Murabayashi, com fatores de correção iguais a 1,54, 2,28 e 1,67, respectivamente, para as amostras de UO_2 , ThO_2 e Al_2O_3 , foi a que melhor representou os resultados experimentais obtidos.

Os erros experimentais, associados às medidas feitas foram de +6,78% e -2,43% para a difusividade térmica, e de +6,84% e -3,49% para a condutividade térmica.

A B S T R A C T

A new procedure to determine both thermal diffusivity and thermal conductivity of porous materials was proposed here. In this investigation the heat pulse method was used with a Data Acquisition System. The System employed comprises a PDP-11/45 Computer which is connected to the experimental apparatus by an Analog-Digital Converter. The heat pulse short-duration was provided by a laser.

The new procedure gives more accurate results than the conventional techniques. Thermal diffusivity measurements performed with electro~~tic~~ Fe-734, using this method, gave an average deviation of $\pm 4\%$, comparing with the data found in the literature. Using conventional techniques this deviation is about $\pm 7\%$.

Experimental thermal diffusivities were obtained for sinterized samples of UO_2 , ThO_2 and Al_2O_3 with densities ranging, respectively, from 62 to 94%, 85 to 95%, and 54 to 96% of their theoretical densities. All test were performed at room temperature. In all cases, it was found that the thermal diffusivity decreases with density (porosity increasing). The comparison between these results and the literature data shows an average deviation of $\pm 5\%$ for the UO_2 samples. However, for the ThO_2 samples, the thermal diffusivity measured was, in average, 20% higher than the results found in the literature. On the other hand, for the Al_2O_3 samples the present results were 30% lower.

Thermal conductivity was determined as a function of the thermal diffusivity, the sample thickness, the maximum temperature transient on the sample rear surface and the heat absorbed in the front surface. The obtained experimental results were compared with the correlations developed by Loeb, Russell, Eucken and Murabayashi. The curve predicted by Murabayashi's correlation, with correction factors 1.54, 2.28 and 1.67, respectively for UO_2 , ThO_2 and Al_2O_3 , samples, was the best fit for the experimental results.

Experimental errors associated with the measurements were +6.78% and -2.43% for thermal diffusivity and +6.84% and -3.49% for thermal conductivity.

Í N D I C E

	Pág.
1 - INTRODUÇÃO	1
1.1. Propagação de Calor em Materiais Porosos	2
1.2. Difusividade Térmica	4
1.2.1. Definição	4
1.2.2. Importância	5
1.3. Métodos para Determinação da Difusividade Térmica	6
1.3.1. Método do Fluxo de Calor Periódico	6
1.3.2. Método do Fluxo de Calor Transiente	7
1.4. Objetivos e Relevância do Trabalho	8
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FORMULAÇÃO DO PROBLEMA	10
2.1. Revisão Bibliográfica sobre a Técnica de Pulso de Energia	11
2.1.1. Modelo Teórico de Parker et. al.	13
2.1.2. Restrições ao Modelo de Parker et.al. ..	16
2.2. Revisão Bibliográfica sobre as Relações de Correção	17
2.2.1. Relação de Loeb	19
2.2.2. Relações de Russell e de Eucken	25
2.2.3. Outras Relações	27
2.3. Revisão Bibliográfica: conclusões	32
2.4. Formulação do Problema	33
3 - PROCEDIMENTOS DE MEDIDA COM A TÉCNICA DE PULSO DE ENERGIA	37

3.1. Procedimento proposto por Parker et. al. (1961) para determinação da Difusividade Térmica	37
3.2. Procedimento de medida proposto para este trabalho	38
3.2.1. Curva de Ajuste definida pela Função Adimensional do Modelo de Parker et. al. (1961)	39
4 - MÉTODO EXPERIMENTAL	42
4.1. Preparação das Amostras	42
4.1.1. Amostras de UO_2	42
4.1.2. Amostras de ThO_2	43
4.1.3. Amostras de Al_2O_3	43
4.2. Descrição da Técnica de Pulso de Energia utilizada	44
4.2.1. Arranjo Experimental Utilizado	44
4.3. Programa Experimental	49
4.3.1. Implantação e comprovação do novo procedimento de medida	51
4.3.2. Experimentos com Amostras de Materiais Porosos	61
4.3.2.1. Resultados	62
4.4. Procedimento de cálculo da Condutividade Térmica	67
5 - ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	69
5.1. Comparação dos Resultados para a Difusividade Térmica	71
5.2. Cálculo da Condutividade Térmica "Medida"	78
5.3. Comparação dos Valores da Condutividade Térmica "Medida" com os previstos por Modelos Teóricos	79

	Pág.
5.3.1. Conjuntos de amostras de UO_2 e Al_2O_3 ...	86
5.3.2. Conjuntos de amostras de ThO_2	94
6 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES	98
APÊNDICE A - PROGRAMAS AUXILIARES	103
A.1. Programa DIFTER para leitura do Transiente de Temperatura	103
A.2. Programa AJUST1 para o ajuste dos Dados Experimentais	104
A.3. Programa CONTER para o cálculo da Conduti- vidade Térmica Relativa	105
A.4. Programa BETA para o cálculo do Fator de Correção da Equação Modificada de Loeb ...	106
A.5. Programa ETA para o cálculo do Fator de Correção da Equação de Murabayashi	107
A.6. Listagens dos programas DIFTER, AJUST1, CONTER, BETA e ETA	107
APÊNDICE B - ERRO EXPERIMENTAL	127
B.1. Erros introduzidos pelo procedimento de medida do transiente de temperatura ...	127
B.2. Erros associados ao pulso de energia radiante, fornecido pelo raio Laser	128
B.3. Erros introduzidos pelo ajuste por Míni- mos Quadrados	129
B.4. Erros na determinação da energia absor- vida na face anterior da amostra	129
B.5. Erros totais para a Difusividade e Condutividade Térmicas	130
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	131

1 - INTRODUÇÃO

Entre as propriedades físicas dos materiais que atuam como combustível nuclear, as mais importantes, do ponto de vista do cálculo térmico do reator, são: difusividade térmica, calor específico e condutividade térmica.

A condutividade térmica dos materiais combustíveis, estabelece os níveis de temperatura no núcleo de um reator de potência e é um dos fatores básicos na determinação da potência de saída desses reatores ⁽⁵⁾. Portanto, no projeto de um reator de potência, o conhecimento das propriedades físicas dos materiais combustíveis, é de fundamental importância. Deve-se salientar que, o conhecimento destas propriedades torna-se indispensável com a perspectiva de fabricação de tais reatores no país, uma vez que, as técnicas de fabricação e mesmo a composição dos materiais combustíveis de origem nacional, podem ser diferentes daquelas utilizadas nos países atualmente detentores da Tecnologia Nuclear.

Sabe-se que, os materiais combustíveis, em reatores de potência, com o PWR ("Pressurized Water Reactor"), são fabricados por processos de sinterização. Nestes processos, o material, na forma de pó, é compactado e aquecido abaixo do seu ponto de fusão, formando uma massa coerente, mas que quando vista ao microscópio mostra uma certa porosidade, isto é, descontinuidades da fase sólida do material, aparecendo vazios (ou poros) no seu interior. A porosidade é um dos vários fatores que afetam a difusividade e a condutividade térmicas ^(61/33). Ela tende a reduzir os valores destas propriedades, nos mate

riais combustíveis, à medida que seu valor aumenta. Entretanto, a tendência atual, é deixar um certo grau de porosidade no material, havendo um compromisso entre abaixar a condutividade térmica do material das pastilhas e permitir a existência de locais para a absorção dos gases de fissão (65).

Em vista destes fatos, torna-se necessário implantar os procedimentos de medida dessas propriedades e também, conhecer as relações de correção existentes, entre propriedade e porosidade.

1.1. Propagação de Calor em Materiais Porosos

Em materiais porosos, o calor se propaga pelos três processos usuais de transmissão de calor: -Condução térmica, através da parte sólida, convecção e radiação térmicas através dos poros.

Na condução térmica (25/33), o calor é transferido por um mecanismo de interação direta entre partículas (colisões moleculares, difusão de eletrons livres, etc.). Assim, na fase sólida de um material poroso, átomos com maior energia de vibração tendem a transmitir parte desta energia aos átomos vizinhos, até que se estabeleça um equilíbrio.

Na convecção térmica (25/33), o calor é transferido devido a um movimento real de partículas, superposto a condução de calor e ao armazenamento de energia nessas partículas. Portanto, a transferência de energia entre uma superfície sólida e um fluido é realizada em duas etapas:

- 1º) O calor flue por condução da superfície s^ólida para as partículas adjacentes do fluido;
- 2º) Essas partículas, com sua energia interna aumentada, movem-se, então, para uma região de maior temperatura dentro do fluido.

v/cv2f

No interior de um poro, pode-se admitir que não há essa movimentação de partículas quentes para regiões mais frias, porque sua dimensão é da mesma ordem de grandeza da dimensão dessas partículas. Assim, no interior de um poro, contendo um gás (ou ar), a transferência de calor se dá apenas por condução. Dessa forma, neste trabalho, a transferência de calor por convecção não será considerada.

Na radiação térmica (28/68), o calor é transferido pela emissão ou absorção de energia radiante. Este processo ocorre, entre dois corpos quando eles estão separados no espaço, mesmo que entre eles exista vácuo. O mecanismo de transferência, pode ser decomposto em três etapas:

- 1º) Conversão de energia térmica do corpo mais quente em energia radiante;
- 2º) Passagem das ondas através do espaço intermediário entre os corpos;
- 3º) Reconversão da energia radiante absorvida no corpo mais frio em energia térmica.

A transferência de energia por radiação, entre dois corpos, depende dos materiais envolvidos, da emissividade das superfícies e, principalmente, da diferença da quarta potência das temperaturas absolutas dos corpos. Dentro de um po

ro, ocorre o mesmo tipo de dependência, acrescentando-se mais a dependência da geometria. Aumentando a temperatura do corpo emissor haverá um aumento na intensidade da radiação emitida. Nota-se, então, que a contribuição da radiação na troca de calor total, torna-se significativa, apenas em altas temperaturas. Analisando essa contribuição na condutividade térmica de materiais porosos, Marino (1971)⁽⁴²⁾, constatou a validade desta afirmação e verificou que, apenas acima de 300°C, ela se torna realmente efetiva.

Como, neste trabalho, os experimentos foram realizados em temperatura ambiente, a contribuição da radiação será também, desprezada em relação a condução de calor na parte sólida do material.

1.2. Difusividade Térmica

1.2.1. Definição

A equação de Fourier, em regime não permanente e fluxo de calor unidirecional em meio isotrópico, é dada por:

$$\rho C_p \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = k \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} \quad (1.1)$$

onde ρ (g/cm³), é a densidade do material, definida como a massa por unidade de volume.

C_p (cal/g°C), é o calor específico à pressão constante, definido como a quantidade de calor requerido para aumentar a temperatura de um material de 1(um) grau.

k (cal/cm s °C), é a condutividade térmica do material, definida como a quantidade de calor que flue através de uma área unitária, se o gradiente de temperatura for unitário.

A equação (1.1) pode ser reescrita na forma:

$$\frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} \quad (1.2)$$

sendo que:

$$\alpha = \frac{k}{\rho C_p} \quad (1.3)$$

onde α (cm²/s), é a difusividade térmica.

O nome Difusividade Térmica, é apropriado, visto que todo processo de difusão pode ser representado por uma equação similar à equação (1.2), e α tem as dimensões (comprimento)² x (tempo)⁻¹ de um coeficiente de difusão.

1.2.2. Importância

Segundo Zerkle e Sunderland (1965) ⁽⁸⁰⁾, a importância da difusividade térmica, está relacionada com todos os problemas de condução de calor em regime não permanente, tais como: - cálculo de transientes em reatores nucleares; resolução das equações de transferência de calor pelo Método das Diferenças Finitas ou pela Técnica de Analogia Elétrica; avaliação do comportamento de materiais sujeitos à choque térmico, e outros.

1.3. Métodos para Determinação da Difusividade Térmica

Em regime não permanente, a difusividade térmica pode ser determinada por vários métodos. No entanto, dependendo do modo de variação da temperatura com o tempo, na amostra-alvo, eles se classificam em duas categorias.

- (i) Método do Fluxo de Calor Periódico;
- (ii) Método do Fluxo de Calor Transiente.

1.3.1. Método do Fluxo de Calor Periódico

O método do fluxo de calor periódico, consiste em fixar uma fonte de calor, cuja temperatura varia periodicamente com o tempo, em uma das extremidades de uma amostra, em forma de barra. Essa barra, deve ser fina, de modo que gradientes de temperatura na direção radial sejam desprezíveis. (barra infinita). A difusividade térmica, é determinada, então, em função, ou da velocidade de oscilação, ou do decréscimo de amplitude da temperatura, medidos entre dois períodos, ao longo da barra.

O método do fluxo de calor periódico, foi originalmente utilizado por Angström (1891) ⁽¹⁾, que realizou a primeira medida direta de difusividade térmica. Essa técnica foi posteriormente aperfeiçoada e seus melhoramentos foram publicados em diversos artigos. Entre os mais importantes estão os trabalhos desenvolvidos por King (1915) ⁽³²⁾; Starr (1937) ⁽⁷⁰⁾ e Sidle e Danielson (1954) ⁽⁶⁷⁾. Neste último, seus autores, modificaram o método utilizado por Angström fazendo as medidas da velocidade de oscilação e do decréscimo de amplitude

da temperatura, em apenas um período e encontraram valores de difusividade térmica mais corretos, sem contudo, eliminar algumas desvantagens inerentes ao método ⁽⁷⁹⁾, quais sejam:

- (i) Exigência de um longo tempo para se atingir as condições de equilíbrio;
- (ii) Necessidade de conservar a temperatura ambiente, em torno da amostra, aproximadamente constante, com uma tolerância de $\pm 1/4^{\circ}\text{C}$, durante todo o período de coleta de dados (15 minutos no mínimo);
- (iii) Necessidade de medidas absolutas de temperaturas.

1.3.2. Método do Fluxo de Calor Transiente

O método do fluxo de calor transiente, consiste em utilizar uma fonte de calor que fornece um pulso de energia, de curta duração, o qual, incidindo sobre uma das faces de uma amostra, em forma de disco, é absorvido, produzindo, nesta amostra, um pequeno transiente de temperatura. A amostra deve ter a mínima espessura possível, de modo que o fluxo de calor seja unidirecional. A difusividade térmica, é determinada em função da espessura e do aumento de temperatura detectado na outra face da amostra.

O método do fluxo de calor transiente, emprega, principalmente, a Técnica de Pulso de Energia para medir a difusividade térmica. Essa técnica, foi introduzida por Parker, Jenkins, Butler e Abbott em 1961 ⁽⁵⁷⁾ e desde então tem sido

extensivamente empregada, pela maioria dos pesquisadores, devido a sua simplicidade de aplicação, numa larga faixa de temperatura. Ela apresenta algumas vantagens, tais como:

- (i) Minimiza as perdas de calor, se as medidas forem executadas em um intervalo de tempo tão pequeno, que pouco resfriamento possa ocorrer;
- (ii) Elimina o problema da resistência térmica de contato entre amostra e fonte de calor;
- (iii) Possibilita o trabalho com amostras de pequenas dimensões, o que é muito conveniente, uma vez que essas amostras podem ser irradiadas no núcleo de um reator nuclear.

1.4. Objetivos e Relevância do Trabalho

Os objetivos fundamentais deste trabalho são:

- 1º) Demonstrar a viabilidade de utilização de um Sistema de Aquisição de Dados em conjunto com a Técnica de Pulso de Energia;
- 2º) Determinar, experimentalmente, a difusividade térmica de materiais porosos em função do grau de porosidade, pela Técnica de Pulso de Energia;
- 3º) Investigar os efeitos da porosidade nos valores de difusividade e condutividade térmicas, comparando os resultados obtidos com aqueles indicados na literatura, e com aqueles previstos por modelos teóricos.

A relevância deste trabalho reside na grande aplicação dos dados obtidos (*), no campo da Tecnologia de Combustíveis Nucleares, pois nesta área as pesquisas desenvolvidas empregam cada vez mais materiais sinterizados.

Com relação a condutividade térmica, o procedimento normal, empregado para calculá-la, é utilizar a equação (1.3). Neste caso, entretanto, é necessário conhecer os valores da densidade e do calor específico do material. No presente trabalho, a condutividade térmica será calculada a partir das informações obtidas com a aplicação da Técnica de Pulso de Energia, sem o conhecimento da densidade e do calor específico.

* quais sejam: difusividade e condutividade térmicas de materiais porosos com diferentes graus de porosidade.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FORMULAÇÃO DO PROBLEMA

Com o advento do raio Laser (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation), a maior parte dos pesquisadores preferiu utilizar a Técnica de Pulso de Energia para determinar a difusividade térmica. Isso porque, com ela, os procedimentos de medida apresentam uma série de vantagens, principalmente do ponto de vista de economia de tempo e uso de amostras com pequenas dimensões.

A difusividade térmica determinada pela Técnica de Pulso de Energia, pode ser empregada para se obter a condutividade térmica medida (por exemplo, com a equação (1.3)) . Entretanto, em materiais porosos, devido a porosidade existente, essa condutividade térmica precisa ser corrigida para uma condutividade teórica, cujo valor, representa essa propriedade no material 100% denso (porosidade zero). Essa correção, pode ser feita com as chamadas "Relações de Correção" , que relacionam as condutividades térmicas medida e teórica, em função da porosidade.

Para situar este trabalho, em relação aos dois temas mencionados: Técnica de Pulso de Energia e Relações de Correção, foram feitas duas revisões bibliográficas:

(i) Revisão Bibliográfica sobre a Técnica de Pulso de Energia;

(ii) Revisão Bibliográfica sobre as Relações de Correção.

2.1. Revisão Bibliográfica sobre a Técnica de Pulso de Energia

A Técnica de Pulso de Energia foi introduzida , tendo como base o modelo teórico de Parker et. al. (1961) ⁽⁵⁷⁾. Como toda técnica de transiente térmico, ela mede diretamente, no experimento, apenas a difusividade térmica. Em seu trabalho, entretanto, Parker et. al. também demonstraram como empregá-la para determinar o calor específico, sendo nesse caso necessário o conhecimento da densidade do material em estudo. Alguns pesquisadores, entre eles: Murabayashi et. al. (1970) ⁽⁵²⁾ e Takahashi et. al. (1971) ⁽⁷¹⁾, empregaram, para obter o calor específico, uma relação que além da energia absorvida, da temperatura máxima na superfície posterior da amostra, da densidade e da espessura, leva também, em conta o peso molecular da

amostra. Dessa forma, sendo conhecido o calor específico, a condutividade térmica da amostra pode ser calculada empregando-se a equação (1.3). Outros pesquisadores, tal como di Novi(1968) (18), preferiram calcular a condutividade térmica, diretamente a partir das informações obtidas pela aplicação da Técnica de Pulso de Energia, sem o conhecimento prévio da densidade e do calor específico. Neste procedimento levam-se em conta: a energia absorvida, a temperatura máxima, a espessura, e, também, a difusividade térmica da amostra, previamente determinada. Em ambos os casos, o valor da energia absorvida na superfície anterior da amostra é calculada, empregando-se uma amostra padrão, com as propriedades conhecidas.

Todos os artigos pesquisados para essa revisão mostraram que os procedimentos de medida se repetem quando a Técnica de Pulso de Energia é utilizada para determinar a difusividade térmica, o calor específico e a condutividade térmica. Normalmente eles empregam um osciloscópio para obter as informações necessárias para determinar essas três propriedades. Alguns dos pesquisadores que utilizaram essa técnica com materiais porosos foram:- Baker (1964) (3); Moser e Kruger (1965, 1967 e 1968) (47/48/49); Nasu e Kikuchi (1968) (56); Murabayashi et. al. (1969) (51/50) e Ferro et. al. (1972) (20).

Na Técnica de Pulso de Energia, o aquecimento da amostra, é obtido com uma fonte pulsada de energia radiante. Alguns pesquisadores usaram, como fonte pulsada de energia radiante, uma lâmpada-flash de xenônio. Entre eles destacam-se:- Parker et. al (1961) (57); Rudkin et. al. (1962) (63); Jenkins e Westover (1962) (29); Baker (1964) (3); Moser e Kruger(1965)

(47); Taylor (1965) (72) e White e Koyama (1968) (78). Com o aparecimento do raio Laser, este passou a substituir as lâmpadas de xenônio na Técnica de Pulso de Energia. Os motivos para tal mudança foram devido, principalmente, as seguintes características do feixe de Laser:

- (i) é monocromático;
- (ii) é colimado;
- (iii) concentra considerável energia em uma pequena área.

Alguns dos pesquisadores, que utilizaram o Laser como fonte pulsada de energia, foram:- Deem e Wood (1962) (17); Taylor e Moreale (1964) (74); Namba et. al. (1967) (55); Moser e Kruger (1967) e 1968) (48/49); Nasu e Kikuchi (1968) (56); Murabayashi et. al (1969) (51/50); Takahashi et. al (1971) (71); Ferro et. al. (1972) (20) e Kikuchi et. al. (1972/73) (31).

2.1.1. Modelo Teórico de Parker et al. (1961)

No modelo teórico de Parker et. al. (1961)⁽⁵⁷⁾, foram feitas, basicamente, as seguintes suposições:

- 1º) A amostra é considerada uma placa plana infinita;
- 2º) O fluxo de calor é unidirecional e perpendicular as faces paralelas da amostra;
- 3º) As faces paralelas da amostra são adiabáticas;
- 4º) O pulso de energia é uniformemente absorvido na face anterior da amostra;

- 59) O aumento de temperatura dentro da amostra é suficientemente pequeno, para que se possa considerar as propriedades físicas constantes;
- 69) A temperatura do meio que envolve a amostra é constante;
- 79) No instante inicial ($t = 0$), um pulso de energia, instantâneo, é uniformemente absorvido em uma fina camada "g" da superfície ($x = 0$) da amostra. Sendo $g \ll L$.

A figura (2.1) mostra um desenho esquematizado da geometria da amostra, com a orientação dos eixos, em relação ao fluxo de calor. O fluxo de calor, é paralelo ao eixo dos x , e normal ao plano formado por (y, z) .

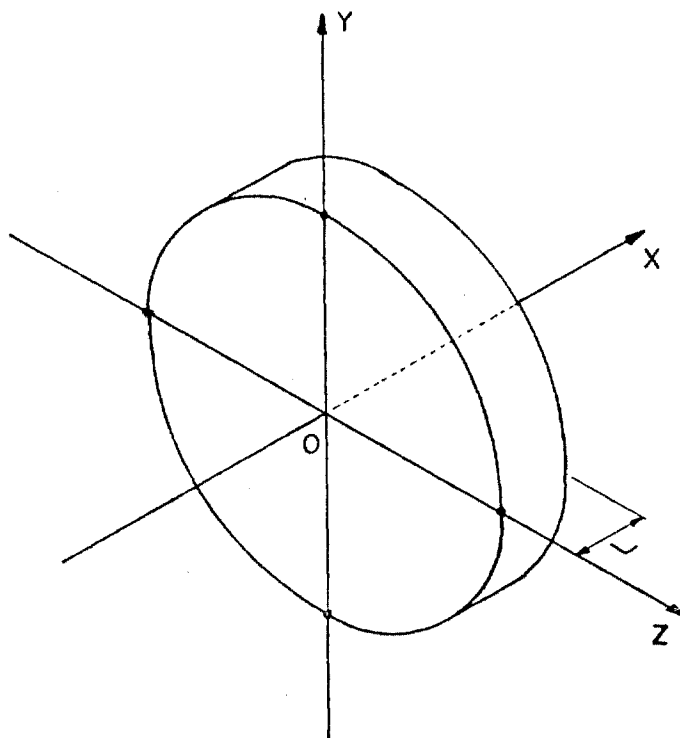


Fig. (2.1) - Orientação dos eixos com relação ao fluxo de calor.

A distribuição de temperatura na amostra é dada pela solução da equação (1.2), reescrita aqui:

$$\frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} \quad (0 \leq x \leq L) \quad (1.2)$$

Assumindo como válidas as condições iniciais e de contorno enunciadas anteriormente, a solução da equação (1.2) permite obter o transiente de temperatura

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho C_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{\pi^2 n^2}{L^2} \alpha t\right) \right] \quad (2.1)$$

onde: $Q(\text{cal/cm}^2)$, é a energia absorvida pela amostra
 $L(\text{cm})$, é a espessura da amostra.

A temperatura máxima, na face posterior da amostra, na ausência de perdas de calor é dada por:

$$T_{\text{max.}} = \frac{Q}{\rho C_p L} \quad (2.2)$$

Dois parâmetros adimensionais podem ser definidos:

$$V(L,t) = \frac{T(L,t)}{T_{\text{max.}}} \quad \text{e} \quad \omega = \frac{\pi^2}{L^2} \alpha t$$

Assim, a equação (2.1) fica:

$$V(L,t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (2.3)$$

Esta é, a Função Adimensional do Modelo de Parker et. al. (1961)⁽⁵⁷⁾

2.1.2. Restrições ao Modelo de Parker et. al. (1961)

O modelo de Parker et. al. (1961), devido as su posições iniciais para o seu desenvolvimento, pode sofrer res trições em sua aplicação. Uma dessas restrições se deve às per das de calor, que têm sido investigadas por diversos pesquisa- dores, entre eles: o próprio Parker em colaboração com Jenkins (1962)⁽⁵⁸⁾; Cape e Lehman (1963)⁽⁹⁾; Cowan (1963)⁽¹⁴⁾; Men- delsohn (1963)⁽⁴⁵⁾; Taylor (1965)⁽⁷²⁾; Watt (1966)⁽⁷⁷⁾ e Heckman (1973)⁽²⁶⁾. No entanto, apenas os trabalhos de Cowan e de Heckman apresentam procedimentos para estimar as corre ções oriundas das perdas de calor nas faces paralelas, desde que sejam conhecidos os transientes de temperatura teórico e experimental na face posterior da amostra.

Em seu trabalho, publicado em 1968⁽¹⁸⁾, di Novi verificou que usando amostras na forma de discos, sempre ocor reriam perdas de calor nas faces paralelas. Entretanto, se a relação diâmetro-espessura da amostra fosse grande (≈ 10) e o tempo de medida bem pequeno (10-50 μ s), as perdas de calor não poderiam afetar a região central da amostra, onde se localiza o termopar que detecta o transiente de temperatura.

Outra restrição está relacionada com o fato do pulso de energia não ser instantâneo. Esse problema foi anali- sado por vários pesquisadores, destacando-se entre eles:- Cape e Lehman (1963)⁽⁹⁾; Taylor e Cape (1964)⁽⁷³⁾; Larson e Koyama (1971)⁽³⁷⁾ e Heckman (1973)⁽³²⁾. Estes autores, analisaram

pulsos de energia não instantâneo com forma triangular (do tipo dente de serra) e retangular. Verificaram, então, qual a relação que deve existir entre a duração do pulso de energia τ , e o tempo de resposta térmica característico, t_c , isto é, o tempo necessário para que o calor se propague através da amostra. Quando o pulso de energia τ não é instantâneo, mas torna-se comparável a t_c , o aumento de temperatura na face posterior da amostra será retardado. Assim, quando esse "Efeito de Pulso de Tempo Finito" ocorre, a precisão do cálculo da difusividade térmica fica prejudicada, se realizado sob as condições propostas por Parker e seus colaboradores.

2.2. Revisão Bibliográfica sobre as Relações de Correção

Um grande número de pesquisas têm sido feitas, para se encontrar relações teóricas entre as propriedades físicas de materiais porosos e o seu grau de porosidade. Nelas, procura-se relacionar os valores medidos e teóricos da condutividade térmica do material, através de um fator de correção, dado em função da porosidade. O efeito da porosidade, em princípio, depende da forma, do tamanho, da distribuição e do número de poros.

As relações teóricas encontradas são geralmente empregadas para corrigir a condutividade térmica, mas podem, se necessário, ser modificadas para calcular, também, a difusividade térmica. As mais frequentemente empregadas, para correção da condutividade térmica, são aquelas propostas por: Eucken (1932) ⁽¹⁹⁾; Russell (1935) ⁽⁶⁴⁾ e Loeb (1954) ⁽³⁹⁾. Estas três relações de correção são apresentadas na tabela (2.1).

Tabela (2.1) - Equações de Correção

$$\text{Eq. de Loeb} \quad \frac{k_M}{k_T} = 1 - P e^{\frac{1 - \frac{4\gamma e \sigma d \bar{T}^3}{k_T}}{1 + \frac{4\gamma e \sigma d \bar{T}^3}{k_T} \times \frac{1 - P_L}{P_L}}} \quad (2.4)$$

$$\text{Eq. de Russell} \quad \frac{k_M}{k_T} = \frac{P^{2/3} + R(1 - P^{2/3})}{P^{2/3} - P + R(1 - P^{2/3} + P)} \quad (2.5)$$

$$\text{Eq. de Eucken} \quad \frac{k_M}{k_T} = \frac{1 + 2P \left(\frac{1-R}{2R+1} \right)}{1 - P \left(\frac{1-R}{2R+1} \right)} \quad (2.6)$$

sendo:

- k_M = condutividade térmica medida.
- k_T = condutividade térmica teórica.
- R = k_T/k_a
- k_a = condutividade térmica do ar (ou gás) contido no poro.
- P = porosidade (fração de volume vazio).
- P_C = porosidade segundo uma seção transversal (perpendicular à direção do fluxo de calor).
- P_L = porosidade segundo uma seção que contém linhas de fluxo de calor.
- γ = fator geométrico que depende da forma e orientação dos poros.
- e = emissividade dos poros.
- σ = constante de Stefan-Boltzmann = $1,38 \times 10^{-12}$ cal/cm².s. (°K)⁴.
- d = dimensão de um poro na direção do fluxo de calor.
- \bar{T} = temperatura (absoluta) média da amostra

Uma observação a ser feita, com relação a Tabela (2.1), refere-se a representação dos valores medidos e teóricos da condutividade térmica. Assim: - k_M representa o valor da condutividade real (valor medido) de um material poroso, com uma determinada porosidade, ou seja, a condutividade da fase sólida mais condutividade dos poros (fase porosa); - k_T representa o valor da condutividade teórica (valor teórico) que o material poroso teria se fosse inteiramente sólido (100% denso). Normalmente, o que se encontra é k_p representando a condutividade real (k_M), onde k_p é a condutividade térmica dos poros, e k_s representando a condutividade teórica (k_T), onde k_s é a condutividade térmica do sólido. A nomenclatura k_s e k_p não é a mais adequada, pois como já foi visto, a condutividade térmica de um material poroso é a soma das condutividades térmicas das fases sólida e porosa. Neste caso, a nomenclatura anterior, é mais representativa.

2.2.1. Relação de Loeb

Para deduzir a sua equação, Loeb utilizou como modelo, um poro cilíndrico, com as linhas de fluxo de calor atravessando-o diametralmente. Ele assumiu que a distribuição de temperatura na superfície de um poro pode ser encontrada, supondo que o fluxo de calor linear não é perturbado na parte sólida que circunda o poro. Em seguida, estendeu sua dedução aos poros esféricos, cuja resolução é análoga àquela usada para os poros cilíndricos. Nessa dedução, Loeb considerou ainda a orientação e a posição relativa dos poros, em relação ao fluxo de calor. A justificativa para fazer essa consideração, baseou-se no fato de que um material que apresenta um arranjo anisotrópico

co dos poros, e/ou poros não esféricos, tem valores de condutividade térmica diferentes para cada direção tomada em relação ao fluxo de calor. Springer et. al. (1967) ⁽⁶⁹⁾, verificaram essas diferenças em amostras de ThO_2 e $\text{ThO}_2\text{-UO}_2$. Suas amostras foram cortadas paralelas (amostra axial) e perpendicularmente (amostra radial) ao eixo de uma barra cilíndrica do material. Como resultado obtiveram, a difusividade térmica e, consequentemente, a condutividade térmica das amostras radiais, sempre menores do que aquelas das amostras axiais, com uma diferença variando entre 5 e 20%. As razões encontradas para essas diferenças foram as seguintes:

- 1) Anisotropia devido a forma dos poros;
- 2) Distribuição dos poros na direção radial não uniforme;
- 3) Anisotropia devido aos defeitos estruturais introduzidos durante os processos de fabricação;
- 4) Ocorrência de fissuras nas amostras durante o próprio processo de medida da difusividade térmica.

Portanto, com o auxílio da equação de Loeb, a condutividade térmica de um material poroso, com porosidade controlada, pode ser corrigida.

Já, em 1954, Francl e Kingery ⁽²²⁾, puderam constatar a validade dessa afirmação, estudando o efeito da porosidade artificial (controlada) sobre a condutividade térmica de amostras de grafita, alumina e níquel. A porosidade foi introduzida ou furando ou incorporando partículas esféricas na preparação das amostras as quais foram posteriormente volatilizadas. Realizaram, então, medidas nessas amostras especialmente

fabricadas com porosidades variando entre 12,3% e 48,7%. Algumas amostras continham poros esféricos, com diâmetro de 0,031 cm, enquanto outras continham poros cilíndricos com diâmetro de 0,082 cm e largura de 0,146 cm. Empregaram a equação de Loeb, para corrigir os dados obtidos, em temperaturas variando entre 200 a 800°C. Além da constatação anterior, também confirmaram, mais uma vez, ser a contribuição da radiação, na troca de calor total, desprezível, em baixas temperaturas. A máxima contribuição da radiação para a condutividade térmica foi de apenas 3% a 500°C, mas aumentou para mais de 20% a 800°C. Assim, na equação de Loeb, a quantidade representada pelo termo $4\gamma e \rho d \bar{T}^3$, em temperatura ambiente, torna-se muito pequena, se comparada com o valor de k_T , e, portanto, pode ser desprezada. Nestas condições, a equação de Loeb se reduz à:

$$\frac{k_M}{k_T} = (1 - P_C) \quad (2-7)$$

Esta é a Equação Simplificada de Loeb. Nesta equação, a porosidade consiste de um grande número de poros isométricos (esféricos), e não há propagação de calor através deles. Neste caso, $P_C = P$ e a condutividade térmica é igual em todas as direções. Assim, a equação (2.7) toma a forma:

$$\frac{k_M}{k_T} = (1 - P) \quad (2.8)$$

Dois dos primeiros pesquisadores a empregar a equação (2.8) foram Charvat e Kingery (1957) ⁽¹¹⁾. Eles reduziram à porosidade zero, com o auxílio da equação (2.8), os valo

res obtidos, na faixa de temperatura de 0 à 100°C, para a condu^tividade térmica de amostras de Al₂O₃; MgO; TiO₂ e CaF₂, com microestrutura controlada. Obtiveram, em geral resultados de 10 à 50% mais altos do que os previamente registrados por outros pesquisadores. Eles analisaram, então os efeitos de temperatura, impureza, porosidade e contorno de grãos sobre a condutividade, e uma das conclusões a que chegaram foi de que a equação (2.8) é válida apenas para poros isométricos. Obser^vvaram ainda, que fissuras nas amostras de TiO₂ reduziam o valor da condutividade térmica, e que nenhuma relação de corre⁻ção, conhecida, descrevia o fenômeno.

Em medidas realizadas por Powell (1954) ⁽⁵⁹⁾ e Ross (1960) ⁽⁶²⁾ em amostras sinterizadas de BeO e UO₂, fabricadas por processos convencionais de sinterização, a equação (2.8) mostrou-se insatisfatória para corrigir a condutividade térmica. Isso pode estar ligado a formação irregular dos poros, que normalmente ocorre nestes processos. Melhores resultados foram obtidos com a Equação Modificada de Loeb, dada por:

$$\frac{k_M}{k_T} = (1 - \beta P) \quad (2.9)$$

onde β é um fator numérico constante, maior que a unidade, e dependente da forma e da distribuição dos poros.

Um valor de β foi determinado por Ross (1960) ⁽⁶²⁾. Em seu trabalho, ele verificou o efeito da densidade, da microestrutura, da estequiometria e da irradiação sobre a condutividade térmica, na temperatura de 60°C, em amostras de UO₂ fabricadas.

casas por processos convencionais de sinterização e, determinou para β um valor igual a 2. Posteriormente, outro valor para β foi determinado por MacEwan et. al. (1967)⁽⁴¹⁾. Eles realizaram medidas em amostras de UO_2 , não irradiadas, com porosidade variando entre 2 e 5%, em temperaturas entre 500 a 1500°C, e determinaram para β um valor igual a 3 (os pontos foram ajustados pelo método dos mínimos quadrados, resultando para β o valor 2,98, com desvio de $\pm 0,1$).

Por outro lado, quando o valor de β , obtido por um ajuste aos dados experimentais, apresenta-se muito alto, ele se torna duvidoso para justificar uma modificação na equação (2.9)⁽²⁷⁾. Outros fatores de influencia deverão ser levados em conta. Murabayashi et. al. (1969)⁽⁵¹⁾, verificaram esse fato, medindo, à temperatura de 20°C, a condutividade térmica de amostras de ThO_2 sinterizada, com densidade entre 90 e 95% da densidade teórica. Eles obtiveram um valor de β igual a 4,38. Atribuíram isso, a possíveis fontes de resistência térmica dentro das amostras, representadas por impurezas, mas esta hipótese foi, logo descartada pelas análises química e metalográfica. A explicação dada por eles, então, baseou-se num trabalho de Brailsford e Major (1964)⁽⁸⁾, onde foi derivada uma equação, tendo como ponto de partida as equações de Maxwell, modificadas para um meio de duas fases (fase sólida e fase fluida), e derivadas por sua vez, das relações de Maxwell (1892)⁽⁴³⁾, para condutores e resitores elétricos, num meio heterogêneo. Estas duas equações são apresentadas a seguir:

$$\frac{k}{k_2} = \left(1 - 2P \frac{1 - k_1/k_2}{2 - k_1/k_2} \right) / \left(1 + P \frac{1 - k_1/k_2}{2 - k_1/k_2} \right) \quad (2.10a)$$

$$\frac{k}{k_2} = \frac{k_1}{k_2} \left[\frac{3 k_2/k_1 - 2P(1 - k_2/k_1)}{3 - P(1 - k_2/k_1)} \right] \quad (2.10b)$$

onde: k é a condutividade térmica total (k_M)
 k_1 é a condutividade térmica da fase fluida
 k_2 é a condutividade térmica da fase sólida (k_T)

A equação (2.10a), é válida para amostras nas quais a fase sólida é contínua (fase sólido-contínuo) e a fase fluida é descontínua (fase fluido-descontínuo). Dessa forma, se obtém a máxima condutividade entre as duas fases do material. A equação (2.10b), é aplicada no caso contrário, em que a fase fluida é a fase contínua. Isso corresponderia a obter a mínima condutividade entre as duas fases do material.

Brailsford e Major, admitiram que um material poroso, é formado por duas regiões: uma região contínua (fase sólido-contínuo), que é a parte sólida do material, e uma outra região descontínua (fase fluido-descontínuo), que é a parte formada pelos poros. Admitiram, também, que se houvessem um agrupamento de poros, apareceria no material uma região contínua de poros, ou seja, uma fase fluido-contínuo, que atuaria como uma fonte de resistência térmica, diminuindo a condutividade térmica do material, e desta maneira, aumentando o fator β na equa

ção (2.9). Com a equação derivada por Brailsford e Major e com as duas equações de Maxwell, Murabayashi e seus colaboradores deduziram sua equação e verificaram que ela se adaptava perfeitamente, aos seus dados. Concluíram, então, que, o valor de β igual a 4,38, encontrado, poderia ser atribuído a existência de uma ou mais fases fluido-contínuo dentro de suas amostras. A equação então resultante é dada por:

$$\frac{k_M}{k_T} = \frac{(2-3P_f)(1-P)}{2+P} \quad (2-11)$$

onde: $P_f = P[\eta+1(1-\eta)P]$, sendo η um parâmetro que indica a maior ou a menor proporção da fase fluido-contínuo, em relação a porosidade do material.

2.2.2. Relações de Russell e de Eucken

As relações de Russell e de Eucken, (Equações (2.5) e (2.6)), derivadas das relações de Maxwell, as mesmas utilizadas por Brailsford e Major (1964) ⁽⁸⁾, foram deduzidas com a finalidade de descrever o comportamento de materiais refratários. Estas duas equações, embora formalmente diferentes, conduzem a resultados similares nos quais a condutividade térmica decresce quase que linearmente com a porosidade. Isso porque, elas foram deduzidas, admitindo que a fase sólida é a fase contínua no material, isto é, não pode haver agrupamento de poros para a formação da região de fluido-contínuo ⁽⁸⁾. Se isso ocorresse, essas relações não seriam mais válidas.

Além disso, elas consideram também que os poros

são isométricos, e relativamente grandes, se comparados com os poros de materiais sinterizados. Assim, no trabalho de Francl e Kingery (1954) ⁽²²⁾, que estudaram materiais com poros isométricos, essas equações forneceram bons resultados. Já no trabalho de McClelland e Petersen (1960) ⁽⁴⁴⁾, em que foi medida a condutividade térmica de alumina (Al_2O_3) sinterizada, com poros menores do que 5μ de diâmetro, essas equações não apresentaram bons resultados.

⁽⁶⁴⁾ Russell, em seu trabalho, também analisa a condutividade térmica dos poros (que ele chamou de "Air Spaces"), como uma contribuição à condutividade térmica total do material poroso. Ele considera em primeiro lugar, que a transferência de calor por convecção pode ser desprezada para espaços com cerca de $1/4$ de polegada (0,63cm) de largura e que nos materiais refratários, os poros são, geralmente, menores do que isto. Em segundo lugar, ele considera que na ausência da convecção o calor será transferido através dos poros apenas pela condução no ar e pela radiação, e que, esses dois processos são aditivos, de modo que a condutividade térmica efetiva de um poro seria a soma da condutividade térmica do ar mais a condutividade térmica, devido à radiação. Essa condutividade térmica devido à radiação, foi definida por Russell como, "a taxa de transferência de calor por radiação por unidade de área, dividida pelo gradiente de temperatura". - Ele também verificou, que essa condutividade, na temperatura ambiente, podia ser desprezada em relação a condutividade térmica do ar, para materiais refratários, cujas dimensões dos poros fossem da ordem de 0,01 polegadas (0,025cm).

2.2.3. Outras Relações

Biancheria (1966) ⁽⁷⁾, desenvolveu as bases teóricas para o estabelecimento de uma relação de correção mais geral, que pudesse explicar os efeitos de: - "liberação dos gases de produtos de fissão, a partir de uma expansão de combustíveis de UO_2 irradiado". Sua relação foi deduzida em analogia com um sistema composto de partículas elipsoidais não polarizadas e distribuídas anisotropicamente em um meio dielétrico, trabalho atribuído a Fricke (1924) ⁽²⁴⁾. Dessa forma, Biancheria considerou, na dedução de sua relação, um modelo de poro com a forma de um elipsoide. Na temperatura ambiente, onde a transferência de calor por radiação pode ser desprezada, sua relação é dada pela equação:

$$\frac{k_M}{k_T} = \frac{(1 - P)}{1 + P(\beta - 1)} \quad (2.12)$$

onde β é dado em função dos semi-eixos do poro elipsoide. Baseando-se em informações obtidas no trabalho de Ross (1960), Biancheria, em seu trabalho, recomendou alguns valores de β em relação à porosidade, valores estes, que foram determinados experimentalmente (β variando de 1,5 à 2,6 para porosidade entre 0 e 25%).

Belle et. al (1967) ⁽⁵⁾, desenvolveram um programa de pesquisas, que teve como objetivo, o esclarecimento da influência de fatores, tais como: temperatura, impureza, defeitos estruturais e porosidade, que afetam a condutividade

térmica dos combustíveis na forma de óxidos: ThO_2 ; $\text{ThO}_2\text{-UO}_2$; $\text{ZrO}_2\text{-UO}_2$; $\text{ZrO}_2\text{-UO}_2\text{-CaO}$ e UO_2 , preparados por vários processos de sinterização. Com relação ao efeito da porosidade, eles empregaram, em seu trabalho, duas equações de correção. Uma delas, foi a equação (2.9), e a outra foi uma equação atribuída à Maxwell-Eucken, que tem como ponto de partida duas equações derivadas por Maxwell (1892) ⁽⁴³⁾, que levam em conta a fração de volume da segunda fase, com poros esféricos ou cilíndricos, em vários tamanhos, distribuídos aleatoriamente no material. Posteriormente, essas duas equações foram aplicadas a um sistema multifase por Eucken (1932) ⁽¹⁹⁾, daí a denominação de Maxwell - Eucken. As equações são:

$$\text{para poros esféricos: } \frac{k_M}{k_T} = \frac{1 - P}{1 + P/2} \quad (2.13a)$$

$$\text{para poros cilíndricos: } \frac{k_M}{k_T} = \frac{1 - P}{1 + P} \quad (2.13b)$$

Para essas duas equações foi proposto por R.C.Daniel, colaborador no referido programa de pesquisas, a introdução de um fator de correção, tal como aconteceu com a equação (2.8). Assim, as equações (2.13a) e (2.13b), resultaram na equação mais geral (2.14):

$$\frac{k_M}{k_T} = \frac{1 - P}{1 + \alpha P} \quad (2.14)$$

onde α é um fator de correção semelhante a β . Nota-se, também, a semelhança da equação (2.14) com a equação (2.12), deduzida por Biancheria, podendo-se obter, através delas, uma relação entre os fatores de correção α e β , ($\alpha = \beta - 1$). Entretanto, Belle e seu colaboradores, em apêndice de seu trabalho, demonstraram, partindo das relações de Maxwell, que a equação (2.9), com um valor constante de β , não é coerente com a equação (2.14). Para o caso de poros esféricos, por exemplo, expandindo em série o denominador do segundo membro da equação (2.13a), eles chegaram a uma expressão que relacionada com a equação (2.9), apresentava o fator de correção β , como uma aproximação linear, em função da porosidade.

$$\beta \approx \frac{3}{2} - \frac{3}{4} p \quad (2.15)$$

e, para o caso das duas geometrias empregadas em suas pesquisas, os valores de α foram os seguintes:

$$\alpha = 1/2, \text{ para os poros esféricos;}$$

$$\alpha = 1, \text{ para os poros cilíndricos}$$

e não dependiam da porosidade.

Com relação a equação (2.14), a rigor, ela deveria ser denominada equação modificada de Maxwell-Eucken, pois ela é uma modificação das equações (2.13a) e (2.13b), deduzidas e utilizadas por esses dois pesquisadores. A denominação "Equação Modificada de Maxwell-Eucken" é, por sinal, empregada por alguns pesquisadores, entre eles Asamoto et. al. (1969) ⁽²⁾, que investigaram, em seu trabalho, a dependência dos fatores de correção, em função da temperatura. Eles mediram a conduti

vidade térmica de amostras de UO_2 , com densidade entre 80 e 95% da densidade teórica, nas temperaturas de 800 à 2000°C. Empregando os pontos experimentais obtidos, eles estabeleceram uma equação para calcular a condutividade térmica, em função da temperatura e da densidade:

$$k = 0,013 + [T(0,4848 - 0,4465\rho)]^{-1} [W/cm.^{\circ}C] \quad (2.16)$$

Em seguida, compararam a equação (2.16), com as equações (2.9) e (2.14). Essas duas equações não dependem da temperatura, no entanto, com as informações obtidas em suas investigações, Asamoto e seus colaboradores observaram a influência da temperatura na determinação da condutividade térmica. Partindo dessa observação, eles demonstraram que os fatores de correção deveriam variar inversamente com a temperatura.

Uma investigação mais rigorosa a esse respeito, foi realizada por Marino (1971) ⁽⁴²⁾. Ele utilizou uma equação derivada, originalmente por Fricke (1924) ⁽²⁴⁾, que determinou a condutividade elétrica de uma suspensão com uma dispersão de partículas (elipsoides ou esferoides):

$$k = k_2 + \frac{1/3\rho}{1-\rho} \sum_{i=a,b,c} \frac{2(k_1 - k)}{2+abcL_i(k_1/k_2-1)} \quad (2.17)$$

onde: k é a condutividade da suspensão;

k_1 é a condutividade de uma dispersão de partículas, distribuídas aleatoriamente em uma matriz de condutividade k_2 ;

ρ é a concentração de volume das partículas dispersas; L_i é calculado em função dos semi-eixos a , b , c da partícula.

Marino reescreveu a equação (2.17), admitindo que a segunda fase (dispersão de partículas) consistia de poros e então: $k = k_M$;

$k_1 = k_{\text{poro}}$; $k_2 = k_T$ e $\rho = P$, e ainda, $\gamma = \frac{k_{\text{poro}}(T)}{k_T(T)}$, assim, chegou na equação:

$$\frac{k_M}{k_T} = \frac{3(1 - P) - 2P\gamma S}{3(1 - P) + 2PS} \quad (2.18)$$

onde S , é um fator, função do parâmetro γ e dos semi-eixos a , b , c do poro (elipsoide ou esferoide).

Comparando a equação (2.18) com a equação (2.14), obtém-se a seguinte equação para α :

$$\alpha = \frac{(1 - P)(2/3S - 1) - 2/3\gamma S}{(1 - P) + 2/3\gamma PS} \quad (2.19)$$

Essa equação, mostra que o fator de correção α , da equação (2.14) é uma função da porosidade, da forma e tamanho do poro, e da temperatura. A variação com a temperatura, ocorre através do parâmetro γ . Marino usou o fator α da equação (2.14), porque, baseando-se nas pesquisas realizadas por Belle et. al. (1967) ⁽⁵⁾, considerou esta equação como "a representação mais exata dos fundamentos teóricos".

A equação (2.19), foi então aplicada aos valores experimentais de condutividade térmica de ThO_2 e $\text{ThO}_2\text{-UO}_2$, de onde ele concluiu, que, a estrutura porosa, típica de combustíveis cerâmicos, pode ser correlacionada com a equação de Fricke para obter um valor de α mais exato.

Num trabalho semelhante ao de Marino, Kikuchi et. al.(1972/73) ⁽³¹⁾, estimaram valores para α , aplicando o método dos mínimos quadrados a uma equação derivada da equação (2.14). Concluíram daí, que os diferentes valores encontrados para α poderiam, também, estar relacionados ao tipo de poro encontrado no material. Em materiais porosos há dois tipos de poros, os abertos e os fechados. Na faixa de temperatura de 300 a 1400°C, Kikuchi e seus colaboradores verificaram que as amostras de Monitreto de Urânio (UN) usadas, com densidade abaixo de 90% da densidade teórica, apresentavam maior número de poros abertos do que fechados, e que a condutividade dos poros era regida, principalmente, pela radiação. Em contraposição, verificaram também, que nas amostras com densidade acima de 90% da densidade teórica, os poros fechados eram mais abundantes, e a condutividade dos poros era regida pela condução através do ar (ou gás) contido nesses mesmos poros.

2.3. Revisão Bibliográfica: conclusões

Do que foi exposto nos itens 2.1. e 2.2. conclue-se que:

a) Utilizando a Técnica de Pulso de Energia, da maneira convencional, pode-se introduzir erros, nas medidas da difusividade térmica, acima de 10%.

b) A condutividade térmica de materiais porosos, calculada, diretamente, a partir das informações obtidas pela aplicação da Técnica de Pulso de Energia, se observadas as condições experimentais necessárias, pode apresentar melhores resultados do que aqueles obtidos, usando a equação (1.3). Isso pode ser explicado, observando que com este procedimento, a condutividade calculada, não depende do calor específico e nem da densidade do material, densidade esta que dificilmente pode ser determinada com exatidão;

c) Para materiais sinterizados com alta densidade, as condutividades térmicas podem apresentar pequena margem de erro, se forem corrigidas por uma das equações da tabela (2.1), ou seja, equações (2.4); (2.5) e (2.6). Isso porque, nestas condições, os poros, apresentam forma e distribuição bem mais uniforme;

d) Empregando a equação modificada de Loeb com um valor constante para β , dificilmente conseguir-se-á o mesmo valor de condutividade térmica, para amostras com mesma porosidade, porém, fabricadas por diferentes processos de sinterização. Isso pode ser explicado, lembrando que β depende da forma e da distribuição dos poros, as quais variam com o processo de sinterização.

2.4. Formulação do Problema

Já foi visto que as propriedades físicas dos materiais, mais importantes do ponto de vista do cálculo térmico, são, a condutividade e difusividade térmicas, e o calor específico. Foi visto, também, que apenas a difusividade térmica é medida diretamente no experimento, e que em materiais porosos

ela é afetada pela porosidade.

A porosidade representa, em porcentagem, o valor do volume ocupado pelos poros em relação ao volume total do material. Esses poros, em materiais sinterizados nem sempre apresentam forma e distribuição uniforme. De fato, quando a estrutura de um desses materiais é analisada ao microscópio, verifica-se que a geometria dos poros não é isométrica. Ao contrário, eles se apresentam, geralmente, em uma formação irregular, localizando-se em maior número nos contornos de grãos. Apenas uma pequena fração do volume total ocupado pelos poros corresponde a poros isométrico intragranulares. Existe, também, o problema dos poros abertos e fechados. Em um material, com muitos poros fechados, dentro dos quais pode haver ar ou gases tais como: - H_2 ; CO ou CO_2 , não se consegue determinar com precisão o volume real da fase sólida.

Por outro lado, a transferência de calor dentro dos materiais porosos não ocorre somente pela condução de calor através da parte sólida. Aparecem também a radiação e/ou a condução através dos poros. Novamente, aqui, os poros abertos e fechados entram em cena. O que ocorre de um modo geral, é que a transferência de calor em poros abertos se dá pela radiação, e em poros fechados, por condução através do ar (ou gás) contido nos poros. Esses processos de propagação de calor, nestas condições, são de difícil avaliação, o mesmo ocorrendo com a sua contribuição na difusividade e condutividade térmicas.

Em vista do exposto, pode-se ter uma idéia das dificuldades em determinar o valor exato da densidade de um ma

terial poroso, pois o volume medido é sempre aproximação do volume real (38). Assim, qualquer que seja o método de medida usado, (hidrostático, geométrico, etc.), a densidade de materiais porosos será sempre determinada com uma certa margem de erro. O mesmo ocorre com a difusividade e condutividade térmicas, em relação aos processos de propagação de calor através dos poros, sem contar com os erros introduzidos pelos próprios procedimentos convencionais de medida. Dessa maneira, naturalmente, surge a primeira pergunta: como determinar a difusividade térmica de materiais porosos, ou mais propriamente, de materiais fabricados por processos de sinterização, em função do seu grau de porosidade? Em seguida, o que se sente é a necessidade de um aprimoramento nos procedimentos de medida já existentes. Isso leva a uma segunda pergunta: como desenvolver uma técnica de medida da difusividade térmica que possa utilizar as informações experimentais de uma forma mais direta, obtendo assim maior precisão?

Os valores de condutividade térmica são calculados a partir dos valores da difusividade térmica, e, em seguida, podem ser corrigidos para se obter o valor da condutividade teórica num corpo 100% denso (porosidade zero). As equações de correção são, geralmente, derivadas, tendo como ponto de partida, equações que descrevem fenômenos elétricos, ou, então, são equações propostas empiricamente, para uma determinada faixa de porosidade. Dessa forma, deseja-se, também, saber quais as equações de correção que melhor interpretam os resultados obtidos, levando em conta o processo de fabricação das amostras e conseqüentemente, a distribuição dos poros?

Assim sendo, pretende-se:

1º) Empregar em conjunto com a Técnica de Pulso de Energia, um procedimento de medida novo, inteiramente desenvolvido para este trabalho, com a finalidade de tentar diminuir o erro experimental na determinação da difusividade térmica e portanto, da condutividade térmica.

2º) Analisar os efeitos da porosidade sobre os resultados obtidos para a difusividade térmica.

3º) Comparar os resultados determinados para a difusividade térmica com os obtidos por outros pesquisadores, nas mesmas condições de temperatura e de porosidade, não levando em conta, porém, o processo de fabricação das amostras.

4º) Analisar os resultados obtidos para a condutividade térmica "medida", em função da porosidade, empregando os modelos teóricos existentes para correção da condutividade térmica; verificar, entre esses modelos, qual é aquele que melhor descreve os valores experimentais obtidos.

3. PROCEDIMENTOS DE MEDIDA COM A TÉCNICA DE PULSO DE ENERGIA

3.1. Procedimento proposto por Parker et. al (1961) para determinação da Difusividade Térmica

Fazendo um gráfico de $V(L,t)$ em função de ω , utilizando a equação (2.3), obtêm-se o transiente de temperatura, na forma adimensional, dado pela Figura (3.1):

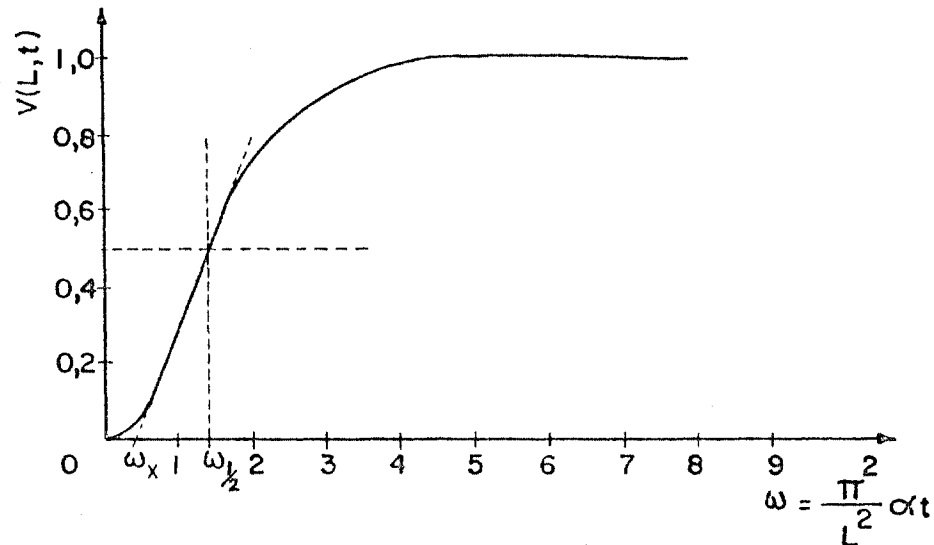


Fig. (3.1) - Transiente de Temperatura Adimensional

Com base nessa distribuição de temperatura, na face posterior da amostra, dois procedimentos foram propostos por Parker e seus colaboradores⁽⁵⁷⁾, para a medida da difusividade térmica:

1º) Quando $V(L,t) = 0,5$, ou seja, metade do seu valor máximo, $\omega_{1/2} = 1,37$ e assim:

$$\alpha = \frac{1,37 L^2}{\pi^2 t_{1/2}} = 0,139 \frac{L^2}{t_{1/2}} \quad (3.1)$$

onde: $t_{1/2}$ é o tempo necessário para que o aumento de tempera

tura na face posterior da amostra atinja a metade do seu valor máximo.

29) Quando o prolongamento da porção linear da curva intercepta o eixo ω , tem-se, $\omega_x = 0,48$ e assim:

$$\alpha = \frac{0,48 L^2}{\pi^2 t_x} = 0,0486 \frac{L^2}{t_x} \quad (3.2)$$

onde: t_x é o tempo correspondente à intercepção do prolongamento da porção linear da curva com o eixo ω .

Segundo Cutler e Cheney (1963) ⁽¹⁶⁾, o segundo procedimento apresenta maior precisão de medida, pois t_x , sofre menor variação devida as perdas de calor, do que $t_{1/2}$.

3.2. Procedimento de medida proposto para este trabalho

O procedimento de medida proposto para este trabalho, objetivou utilizar um Sistema de Aquisição de Dados, acoplado diretamente ao arranjo experimental convencional, por meio de um Conversor Analógico-Digital. Dessa forma, os pontos experimentais, armazenados no Sistema, foram utilizados para determinar a difusividade térmica. Nessa determinação, empregou-se o Método dos Mínimos Quadrados ^(23/60/10/21) para definir a melhor curva de ajuste, que se adaptasse ao conjunto de pontos experimentais obtidos em cada experimento.

Com o auxílio dessa técnica pode-se conseguir maior precisão nas medidas de difusividade térmica, em comparação com aquelas obtidas usando os procedimentos convencionais.

Isso porque, no procedimento proposto, utilizam-se todos os pontos da curva característica de aumento de temperatura na face posterior da amostra, Fig. (3.1). Desta forma, o valor da difusividade térmica é calculada através de um ajuste a todos os pontos, da curva característica, enquanto que na técnica convencional toma-se apenas um ponto (normalmente, o valor de $t_{1/2}$, lido diretamente na tela do osciloscópio).

3.2.1. Curva de Ajuste definida pela Função Adimensional. do Modelo de Parker et. al. (1961)

A equação (2.3) pode ser reescrita na forma:

$$f(t_i, \alpha) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t_i\right) \quad (3.3)$$

Pelo método dos mínimos quadrados, deseja-se minimizar,

$$S = \sum_{i=1}^N [y_i - f(t_i, \alpha)]^2 \quad (3.4)$$

de forma que:

$$\frac{\partial S}{\partial \alpha} = 0$$

Fazendo as transformações e substituições necessárias, chega-se à equação:

$$\frac{\partial S}{\partial \alpha} = \sum_{i=1}^N \left\{ \left[y_i - 1 - 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t_i\right) \right] + 2 \frac{\pi^2}{L^2} t_i \times \right.$$

$$\begin{aligned}
 & \times \left[\sum_{n=1}^{\infty} n^2 (-1)^n \exp \left(- \frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha_0 t_i \right) \Delta \alpha \right] \left(-2 \frac{\pi^2}{L^2} t_i \right) \times \\
 & \left. \sum_{n=1}^{\infty} n^2 (-1)^n \exp \left(- \frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t_i \right) \right\} = 0 \quad (3.5)
 \end{aligned}$$

onde: N é o número de pontos experimentais.

Y_i são os pontos experimentais.

α_0 é um valor inicial da difusividade térmica.

Com o auxílio dessa equação, pode-se determinar o parâmetro α , de modo a ajustar a função teórica, dada pela equação (3.3), ao conjunto de pontos experimentais. Assim, a difusividade térmica é determinada, utilizando informação contida em todos os pontos experimentais, correspondentes ao aumento de temperatura, na face posterior da amostra.

As razões que justificam a utilização da Técnica Convencional de Pulso de Energia, em conjunto com o procedimento de medida proposto, são as seguintes:

- (i) Utilização de amostras com pequenas dimensões e, portanto, com propriedades físicas constantes e uma distribuição de poros uniforme;
- (ii) Utilização de equação para cálculo da difusividade térmica, independente do fluxo de calor e do gradiente de temperatura;

- (iii) Possibilidade de obtenção de dados com grande rapidez;
- (iv) Possibilidade de utilização de instrumentação já disponível no IPEN.

4. MÉTODO EXPERIMENTAL

4.1. Preparação das Amostras

As amostras foram cortadas, na forma de discos com 9mm de diâmetro por $\approx 1,5$ mm de espessura, de pastilhas preparadas por processos de sinterização. Essas pastilhas foram fabricadas na Coordenadoria de Metalurgia Nuclear do IPEN. A relação diâmetro-espessura das amostras ficou em torno de 6, o que está dentro das condições teóricas para caracterizar uma placa infinita, com fluxo unidirecional (18).

Na fase final de preparação, as amostras receberam um acabamento nas faces paralelas com lixa (abrasivo) nº 600-C, sendo admissível, portanto, um desvio máximo no paralelismo das faces de 0,04mm (0,45%). Elas receberam também, uma deposição de platina coloidal, no centro de uma das faces paralelas, com ≈ 2 mm de diâmetro por $\approx 0,01$ mm de espessura. Essa deposição serviu para melhorar o contato com o termopar. Em experiências realizadas com amostras de ferro eletrolítico - 734, com a mesma quantidade de platina coloidal depositada, não se observou variação nos valores medidos de difusividade térmica. A outra face paralela foi, finalmente, enegrecida por uma fina camada de Bissulfeto de Molibdenio (MoS_2), resistente a oxidação, com a finalidade de garantir a absorção uniforme da energia provinda do feixe de Laser.

4.1.1. Amostras de UO_2

As amostras de UO_2 , utilizadas neste trabalho,

foram fabricadas pelo processo de compactação e sinterização em atmosfera de argônio com pressão constante e igual à 435kg/cm^2 , numa faixa de temperatura entre 1150 e 1650°C . A densidade resultante variou de 62 a 94% da densidade teórica. O pó de UO_2 , utilizado na sinterização, foi obtido pela calcinação e redução, em atmosfera de hidrogênio, de Diuranato de Amonia, com densidade igual à $10,96\text{g/cm}^3$. Após a sinterização, essas amostras, já cortadas em forma de discos, foram aquecidas à 800°C , durante uma hora, em atmosfera de hidrogênio, com o intuito de diminuir o excesso de oxigênio no seu interior. Com isso, obteve-se uma relação oxigênio-urânio (O/U) igual à 2,015.

4.1.2. Amostras de ThO_2

As amostras de ThO_2 foram fabricadas pelo processo de prensagem à frio e sinterização em atmosfera de argônio. Foram fabricados dois conjuntos de amostras:- O conjunto A, sinterizado à 1600°C durante uma hora, com pressões variando entre 2000 e 5750kg/cm^2 e densidades entre 85 e 93% da densidade teórica. O conjunto B, sinterizado à 1700°C durante duas horas, com pressões variando entre 2100 e 5000kg/cm^2 e densidades entre 88 e 95% da densidade teórica. O pó de ThO_2 , utilizado na sinterização, foi obtido pela calcinação do Oxalato de Tório, com densidade igual a 10g/cm^3 , à $470-480^\circ\text{C}$ durante duas horas.

4.1.3. Amostras de Al_2O_3

As amostras de Al_2O_3 foram fabricadas pelo mes

mo processo utilizado para as amostras de UO_2 , numa faixa de temperatura entre 1500 e 1700°C. A densidade resultante variou de 54 à 96% da densidade teórica. O pó de Al_2O_3 , utilizado na sinterização, foi um pó padronizado, produzido pela Merck AG. Darmstadt - Alemanha, com densidade igual à 3,80g/cm³.

4.2. Descrição da Técnica de Pulso de Energia utilizada

A Técnica de Pulso de Energia utilizada consistiu em fazer incidir um pulso de energia de curta duração, fornecido por um raio Laser, numa das faces paralelas da amostra-alvo e medir o transiente de temperatura resultante na outra face. Esse transiente foi detectado por um termopar, cujo sinal, amplificado, foi registrado por um osciloscópio e simultaneamente, por um Sistema de Aquisição de Dados.

4.2.1. Arranjo Experimental Utilizado

As figuras (4.1a) e (4.1b), mostram, respectivamente, os diagramas de bloco:

- (a) do arranjo experimental convencionalmente utilizado para medir a difusividade térmica pela Técnica de Pulso de Energia;
- (b) do arranjo experimental utilizado neste trabalho.

O aparelho Laser utilizado consistiu de uma Fonte de Alimentação e Disparador da Base de Tempo, e de uma Cabeça Laser, modelo 101 - 6 da Spacerays - EUA. O elemento emissor de ftons, denominado material Laser, é formado por um

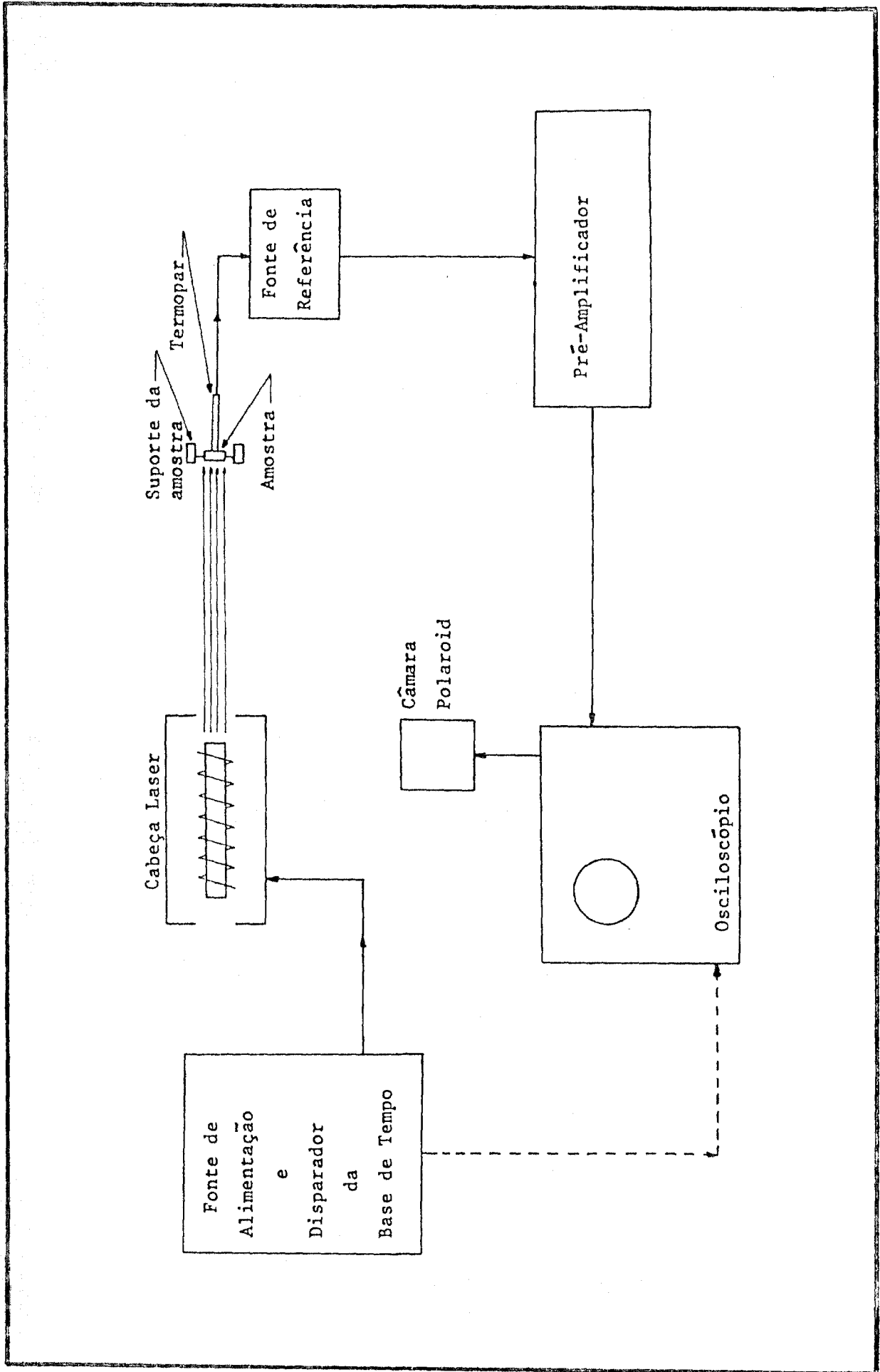


Fig. (4.1.a.) - Diagrama de Bloco do Arranjo Experimental Convencional

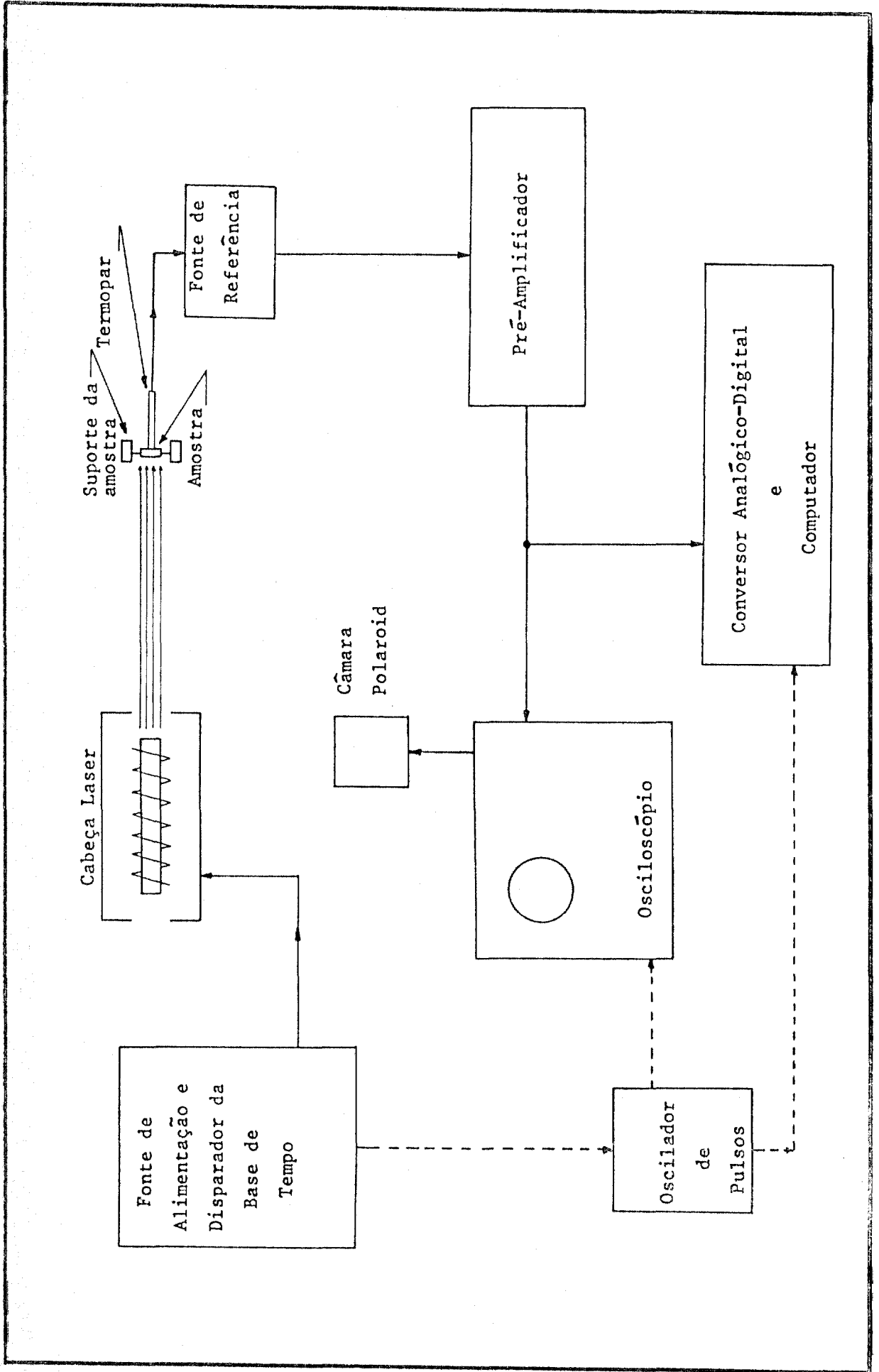


Fig. (4.1b) - Diagrama de Bloco do Arranjo Experimental Utilizado .

cilindro de rubi dopado com cromo, com 0,95cm de diâmetro por 16,82cm de comprimento. O material Laser é estimulado por duas lâmpadas-flash de xenônio que recebem tensão fornecida pela fonte de alimentação. O comprimento de onda do feixe de Laser é de $0,6943\mu$, e a duração do pulso da ordem de lms.

O tipo de fixação da amostra no suporte foi determinado de modo a diminuir ao mínimo as perdas de calor, por condução, através dos pontos de fixação. As amostras foram fixadas por meio de 3 parafusos, com as partes de contato feitas de lucite e giratórias, evitando-se assim, trincas no momento da fixação.

O termopar utilizado foi de Cromel-Alumel, tipo K, com característica de $40\mu V/^{\circ}C$, e fios de 0,18mm de diâmetro. Na extremidade de contato com a amostra, os fios foram separados de ≈ 2 mm um do outro, fazendo contato através da amostra. O termopar foi ligado por meio de um cabo coaxial de cobre a uma fonte de referência, mantida a uma temperatura de $0^{\circ}C$, consistindo de um vaso de Dewar contendo uma mistura de gelo e água. Essa temperatura de referência podia ser medida por um termômetro digital Hewlett Packard-modelo 2801. O sinal do termopar, saindo da fonte de referência, foi então, ligado ao conjunto de pré-amplificação.

O conjunto de pré-amplificação utilizado, consistiu de dois amplificadores em série. O primeiro estava baseado num circuito Analog Devices-modelo 605K, com ganho 500; o segundo, num Amplificador Diferencial DC da Ectron Corporation - modelo 3204, com ganho variável entre 10 e 1000. Com isso o ga

nho total podia variar entre 5×10^3 e 5×10^5 . A saída do segundo amplificador foi ligada, simultaneamente, ao osciloscópio e ao Sistema de Aquisição de Dados utilizado.

O osciloscópio utilizado foi o modelo 141 A, da Hewlett Packard, com memória na tela, o que permitia fotografar a curva f.e.m. vs. tempo, ou seja, a curva característica do transiente de temperatura, com uma câmara Polaroid. A base de tempo do osciloscópio podia ser calibrada e aferida por um Time-Mark Generator, da Tektronix, modelo 184.

Ao arranjo experimental descrito até este ponto, e que corresponde ao sistema convencional, foi acoplado, a partir do conjunto de pré-amplificação, também, um Sistema de Aquisição de Dados, constituído por um Conversor Analógico-Digital, modelo ADF-11 e por um Computador PDP-11/45, ambos da Digital Equipment Corporation - EUA. Este acoplamento foi feito com um Oscilador de Pulsos. Com isso, o sinal amplificado do termopar foi registrado, simultaneamente, pelo osciloscópio e pelo computador. Resumindo, o procedimento de medida desenvolvido consistiu em utilizar o Conversor Analógico-Digital para ler diretamente o sinal amplificado do termopar, registrando-o e armazenando-o na memória do computador na forma de uma sequência de pontos, que em seguida, eram utilizados para calcular o valor da difusividade térmica. Essas operações foram realizadas com o auxílio de dois programas :- DIFTER para a leitura do transiente de temperatura, e AJUST1 para o ajuste dos dados experimentais e cálculo da difusividade térmica. Esses programas e suas listagens, encontram-se no apêndice A.

O osciloscópio e o computador, foram disparados, simultaneamente, a partir de um pulso fornecido, concomitantemente, com o pulso de disparo das lâmpadas-flash de xenônio, pelo disparador da base de tempo existente na Fonte de Alimentação da Cabeça Laser. O pulso fornecido pelo disparador da base de tempo, foi enviado ao Oscilador de Pulsos e daí para o osciloscópio e para o computador. A função deste Oscilador de Pulsos pode ser melhor entendida, observando-se a figura (4.2.).

O Oscilador de Pulsos utilizado, consistiu, basicamente, de um oscilador de 1MHz e de uma comporta "and". Essa comporta recebe o sinal pulsado do oscilador continuamente, mas só o envia para a saída do aparelho quando é "aberta" por meio do pulso fornecido pelo disparador da base de tempo. Para que isso ocorra, esse pulso fornecido pelo disparador, passa antes por um circuito que, além da abertura da comporta, provoca, também, o disparo do osciloscópio. Com a abertura da comporta, o sinal pulsado, recebido do oscilador, é, então, enviado ao Conversor Analógico-Digital durante 5s., passando antes por "divisores" que determinam o número de pulsos por segundo desse sinal de saída, podendo-se ter: 1, 10, 100 ou 1000 pulsos/s. Dessa forma, o sinal do termopar é transformado, no Conversor Analógico-Digital, em uma sequência de pontos, de acordo com o número de pulsos por segundo, estabelecido por meio dos divisores do Oscilador de Pulsos. Neste trabalho, o número de pulsos por segundo, ou seja, o número de pontos lidos por segundo foi fixado em 1000 ponto/s.

4.3. Programa Experimental

O programa experimental desenvolvido teve por

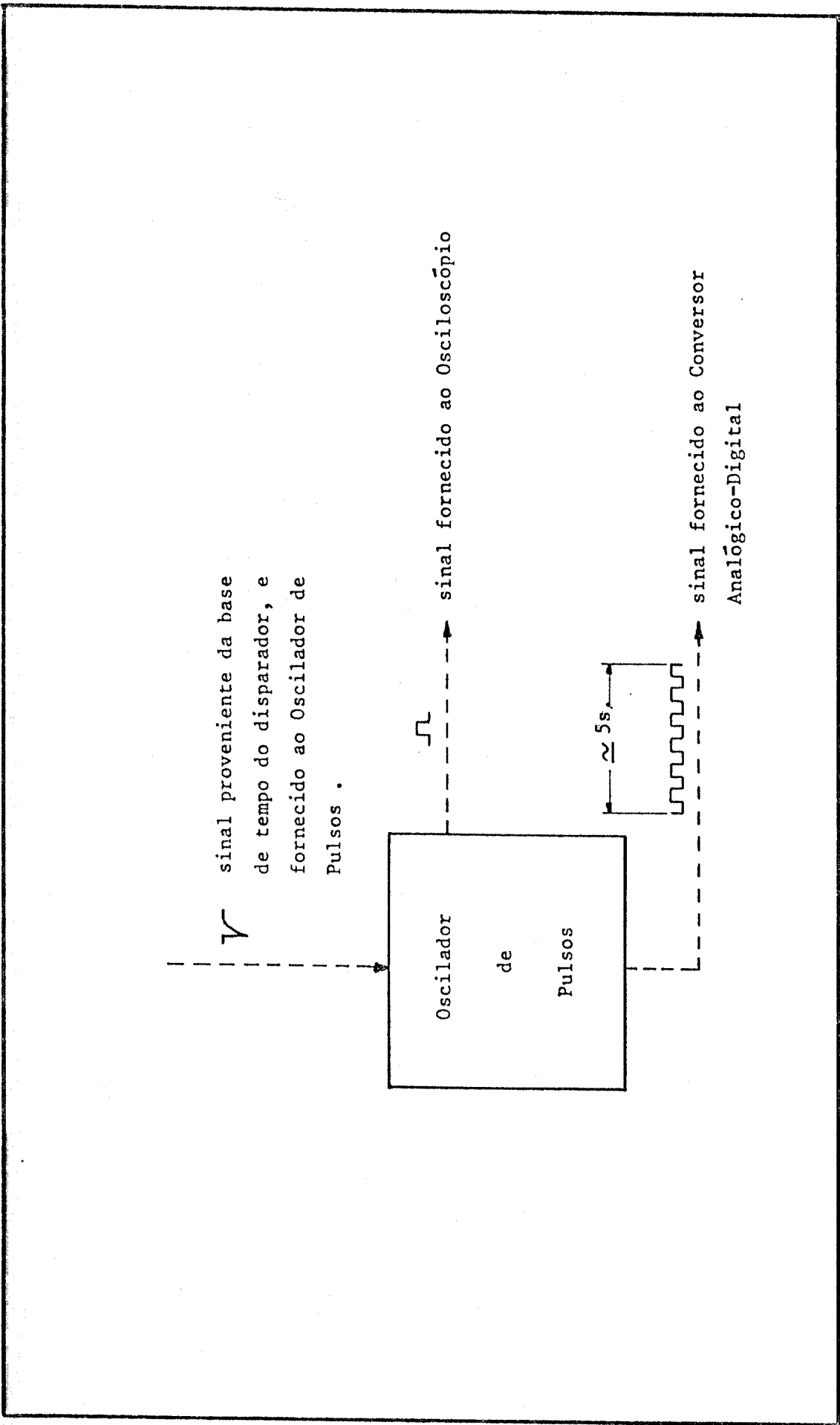


Fig. (4.2) - Função do Oscilador de Pulsos, no Arranjo Experimental .

objetivo final medir a difusividade térmica de amostras de materiais porosos. Para isso, o primeiro passo foi a implantação e comprovação do novo procedimento de medida a ser utilizado. Em seguida, foram realizadas as séries de experimentos com as amostras de material poroso.

4.3.1. Implantação e comprovação do novo procedimento de medi da

A implantação e comprovação do novo procedimento de medida para determinação de difusividade térmica, desenvolveu-se em duas etapas:

Na primeira etapa foi feita a ligação do termo - par com o computador PDP-11 por meio do Conversor Analógico-Digital e do disparador da base de tempo da Fonte de Alimentação da Cabeça Laser, através do Oscilador de Pulsos. Foram feitas, então, experiências com amostras de ferro eletrolítico-734^(*). Para melhorar o sinal do termopar enviado ao computador, aumentou-se o ganho dos amplificadores, sem, contudo, ultrapassar o valor 10 volts (máximo valor de entrada no computador). Isso foi feito, acompanhando os experimentos, também, na tela do osciloscópio. A figura (4.3), mostra um exemplo típico de transiente de temperatura registrado na tela do osciloscópio, e, fotografado com uma câmara Polaroid.

As primeiras leituras de dados foram feitas com

(*) material fornecido pelo "National Bureau of Standards" - EUA.



Fig. (4.3) - Fotografia obtida com uma camera Polaroid, da tela do osciloscópio, para uma amostra de ferro eletrolítico-734 com espessura de 0,150 cm.

Tensão fornecida ao Laser : 2100VDC

Escalas usadas no osciloscópio :

Horizontal : 20ms/div

Vertical : 2V/div

o auxílio de um programa, desenvolvido anteriormente, o CROMA 1. Esse programa foi, em seguida, modificado para atender melhor as necessidades deste trabalho, originando o programa DIFTER para leitura do transiente de temperatura (apêndice A). Na impressora do computador foram listados os pontos experimentais, para cada experimento realizado. Para alguns experimentos, esses pontos foram colocados em forma de gráfico, f.e.m. vs. tempo, do tipo mostrado, como exemplo, na figura (4.4). Nesta figura, o trecho inicial (trecho OA), corresponde ao tempo de difusão do calor através do material da amostra. Em seguida, (trecho AB) há uma rápida elevação da temperatura, até atingir um valor máximo, decrescendo a seguir, (trecho BC) sem, contudo, evidenciar o patamar de definição de T_{max} . Na figura (4.5), é apresentada, ampliada, a curva da figura (4.3), registrada na tela do osciloscópio, e os correspondente pontos, *da* figura (4.4), obtidos pelo Conversor Analógico-Digital. Observe-se, então, a fidelidade de conversão do sinal amplificado do termo par, pelo Conversor Analógico-Digital, que fica armazenado na memória do computador, na forma de uma sequência de pontos (pontos experimentais).

Numa segunda etapa pretendeu-se comprovar a validade do cálculo da difusividade térmica com a equação (3.5). Isso foi feito pelo programa AJUST1, a partir do ajuste da equação (3.3) aos pontos experimentais, obtidos para as amostras de ferro eletrolítico - 734. As tensões fornecidas as lâmpadas - flash de xenônio foram: 2300, 2100, 1900 e 1800 VDC, alterando dessa forma, a energia do feixe de Laser. Essa energia foi medidada no trabalho de Costa (1977) ⁽¹³⁾, para o mesmo aparelho Laser, com um fotodetector-integrador, e os resultados encon

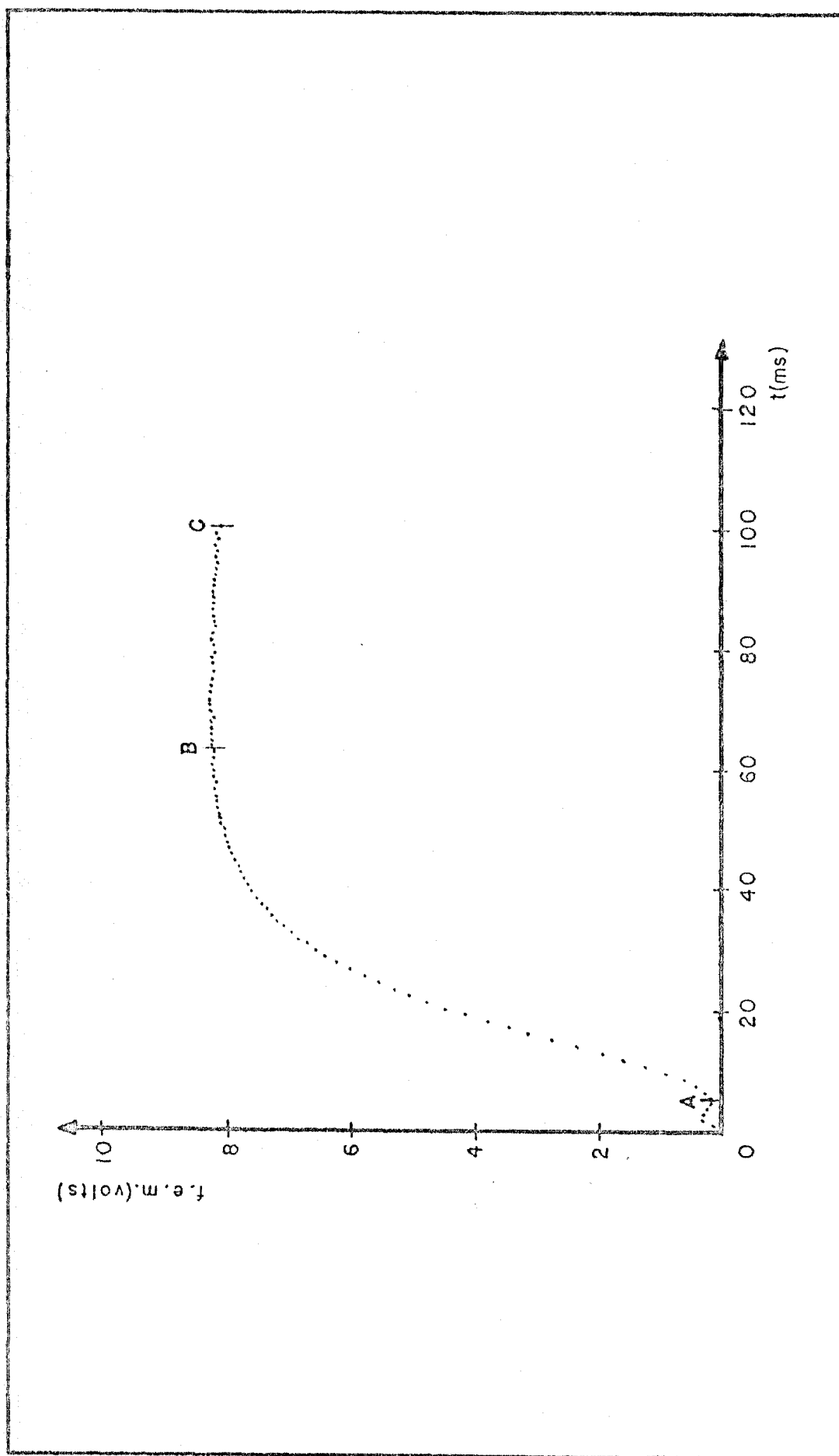


Fig. (4.4) - Curva dos pontos experimentais para a amostra de ferro eletrolítico - 734, na tensão de 2100VDC. - Espessura : 0,150 cm .

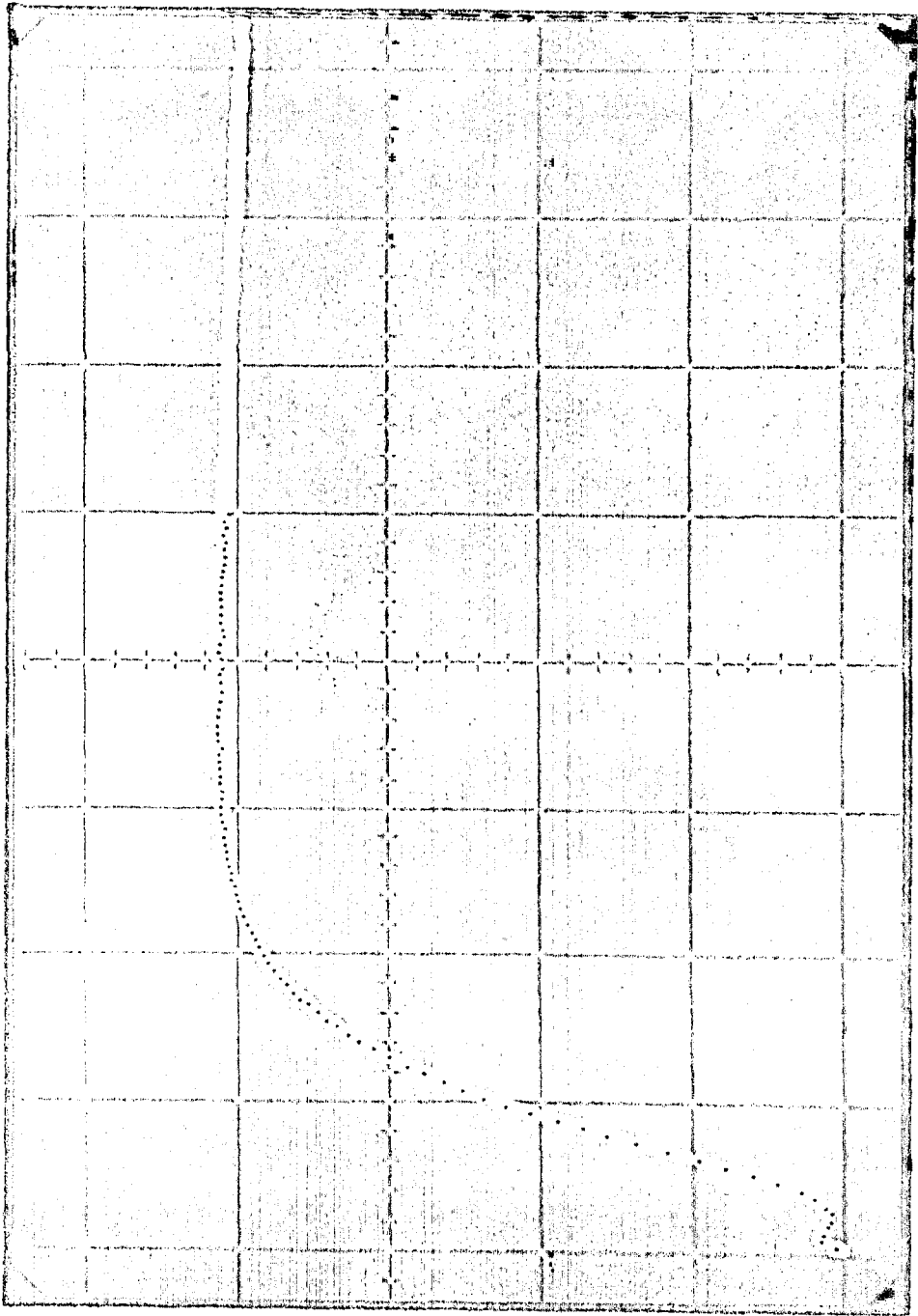


Fig. (4.5) - Comparação entre a curva obtida na tela do osciloscópio (Fig. (4.3)), e os correspondentes pontos obtidos por meio do Conversor Analógico-Digital (Fig. (4.4)) .

tram-se na tabela (4.1).

Para cada tensão fornecida, fazia-se, primeira - mente, um teste, empregando o arranjo experimental e registran - do o resultado apenas no osciloscópio, para observar a máxima f.e.m na face posterior da amostra. Com esse procedimento, po - dia-se ajustar o sistema de amplificação, para que não fosse ul - trapassado, na entrada do Conversor Analógico-Digital, o valor 10 volts., e, em seguida, determinar a difusividade térmica uti - lizando o computador. Para cada experimento, juntamente com os pontos experimentais e os correspondentes pontos ajustados, lis - tavam-se, também, os resultados do ajuste. A tabela (4.2), apre - senta esses resultados.

Tabela (4.2.) - Resultados fornecidos pelo programa AJUST1 para a amostra de ferro eletrolítico - 734 com espessura de 0,150cm.

Tensão (VDC)	Difusividade Térmica (cm ² /s)	DMQ	T _{max} (°C)	Temperatura Efetiva	
				(°C)	(°K)
2300	0,175	0,0022	30,26	70,42	343
2100	0,182	0,0021	19,76	53,62	327
1900	0,195	0,0028	8,52	35,63	309
1800	0,206	0,0036	4,16	30,24	303

A reprodutibilidade das medidas de difusividade térmica, do ferro eletrolítico-734, foi analisada pela distri - buição do Student ⁽⁵⁴⁾, estando todas as medidas feitas dentro de um intervalo de confiança de 98%.

Tabela (4.1) - Valores de energia, em função da tensão fornecida às lâmpadas-flash de xenônio, medidos pelo fotodetector-integrador (a)

Tensão (VDC)	Energia Total do Pulso (b)	
	(Joules)	(cal)
2300	29	6,9
2100	18	4,3
1900	9	2,1
1800	4 ^(c)	0,9

(a) - O fotodetector-integrador fornece um sinal elétrico de saída, cuja integração no tempo tem como resposta a energia total contida no pulso .

(b) - Na determinação da energia total do pulso, para não danificar o fotodetector, utilizou-se como alvo um bloco 'refletor difuso com alto grau de refletividade, e assim determinou-se a energia total de forma indireta .

(c) - Valor extrapolado .

A "qualidade do ajuste" aos pontos pode ser observado, na tabela (4.2), pelo desvio médio quadrático, DMQ, que é da ordem de 10^{-3} , e na figura (4.6), que permite a comparação entre a curva ajustada e os correspondentes pontos experimentais.

Na tabela (4.2) acham-se também, indicadas as temperaturas efetivas, T_e , nas quais a difusividade térmica foi determinada. Essa temperatura efetiva é calculada pela equação.

$$T_e = T_o + V_e T_{\max}$$

onde: T_o é a temperatura inicial da amostra, antes do pulso de energia;

V_e é a temperatura efetiva adimensional, média aritmética entre os parâmetros adimensionais $V(L,t)$ e $V(0,t)$, definidos por Parker et. al. (1961) ⁽⁵⁷⁾, tendo como ponto de partida a equação (2.1).

Em seguida, os resultados da tabela (4.2), para a difusividade térmica, foram comparados, na figura (4.7), com aqueles obtidos por outros pesquisadores, que mediram essa propriedade em ferro Armco ou em ferro eletrolítico. Deve-se salientar que, tanto o ferro Armco quanto o ferro eletrolítico são ferros de alta pureza, com mais de 99,9% de Fe. Nesses resultados, variações no acabamento e no tipo de tratamento térmico sofrido pelas amostras, são muito prováveis, contudo, observa-se uma concordância muito boa entre os resultados deste trabalho e os obtidos pelos outros pesquisadores. Segundo Parker e seus colaboradores, em qualquer comparação entre valores de difusi-

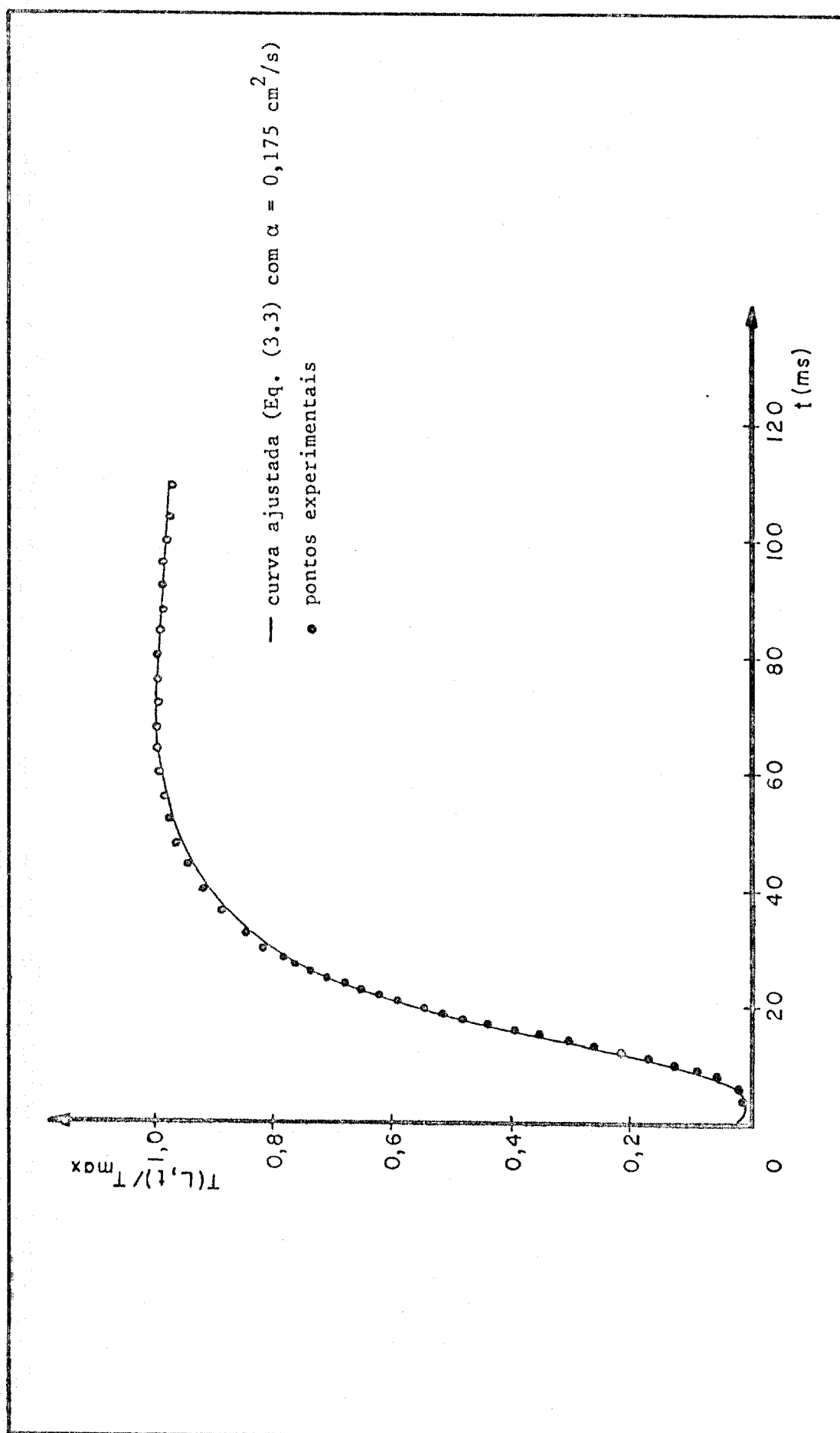


Fig. (4.6) - Comparação da curva ajustada, com os correspondentes pontos experimentais para a amostra de ferro eletrolítico - 734, na tensão de 2300VDC .
 Espessura : 0,150 cm .

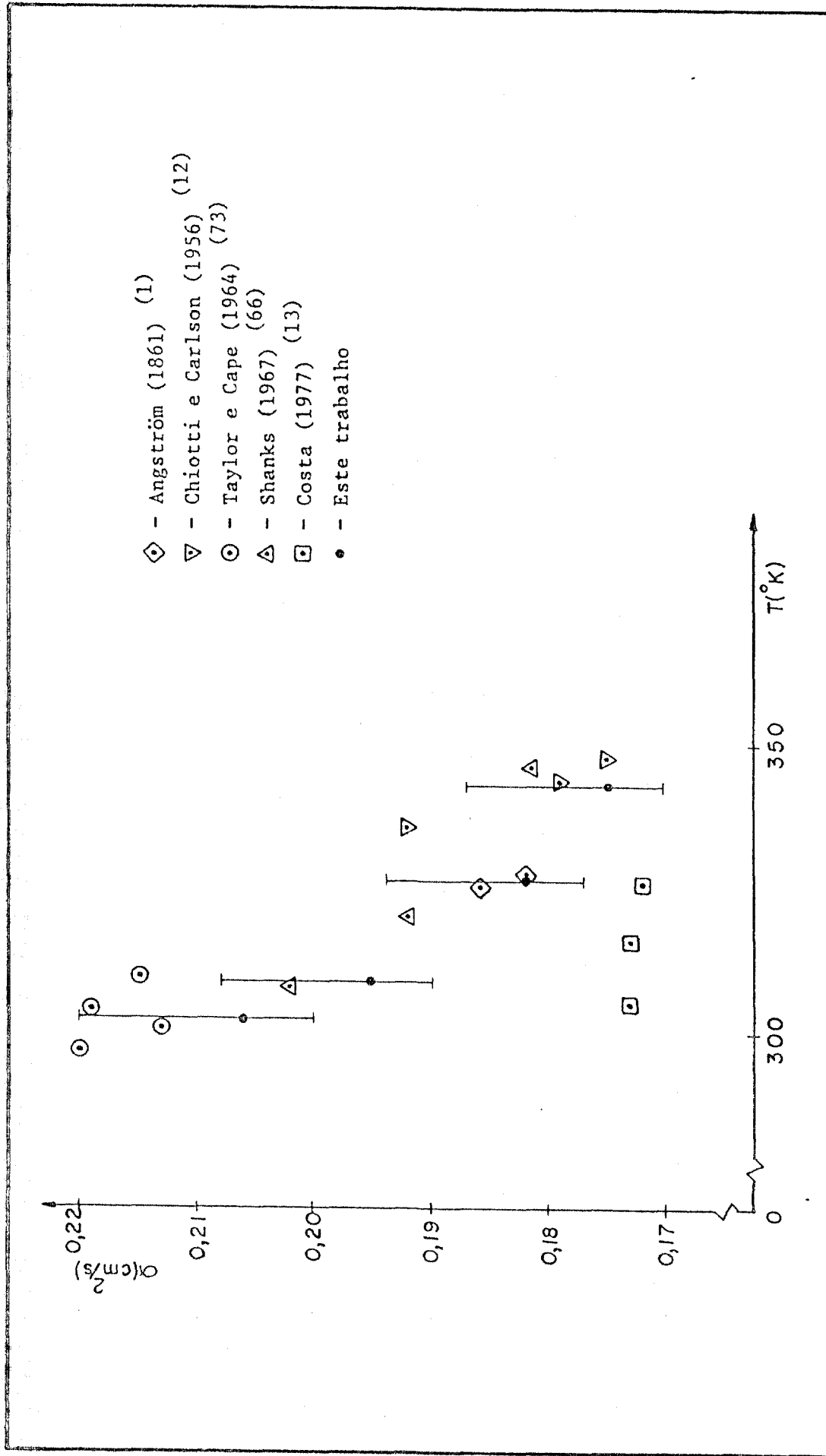


Fig. (4.7) - Comparação entre resultados obtidos para a Difusividade Térmica do ferro Arco e do ferro eletrolítico - 734 .

vidade térmica, variações de até $\pm 10\%$ são perfeitamente aceitáveis.

Dessa forma, fica comprovada a validade do novo procedimento de medida, utilizado neste trabalho para a determinação da difusividade térmica.

4.3.2. Experimentos com Amostras de Materiais Porosos

Após a comprovação da validade do novo procedimento de medida, foram realizados experimentos empregando os programas DIFTER e AJUST1, para determinar a difusividade térmica das amostras de UO_2 ; ThO_2 e Al_2O_3 . As tensões fornecidas as lâmpadas-flash de xenônio foram: 1900 e 1800 VDC, alterando, dessa forma, a energia do feixe de Laser, conforme mostrado anteriormente (tabela (4.1)).

Para cada uma das duas tensões usadas, e com todas as amostras, empregou-se o mesmo procedimento utilizado com a amostra de ferro eletrolítico, registrando o resultado no osciloscópio apenas para observar a máxima f.e.m. do termopar. Com esse procedimento, além de se determinar o máximo valor da f.e.m., observou-se, também, qual intervalo de tempo necessário, em cada amostra, para atingir essa máxima f.e.m.. Conhecido esse intervalo de tempo podia-se, empregando o computador, utilizar o número necessário e suficiente de pontos (da sequência de pontos experimentais) para determinação da difusividade térmica das amostras. Esse cuidado permitia, de um lado, não cortar a parte superior da curva característica de aumento de temperatura e de outro, não aumentar desnecessariamente o

tempo de processamento na determinação da difusividade térmica.

Convém ressaltar, que nos experimentos com materiais porosos, foram observadas, na tela do osciloscópio, para todas as amostras, as mesmas características, para o transiente de temperatura, indicadas na figura (4.4).

4.3.2.1. Resultados

Os resultados fornecidos pelo programa AJUST1, foram listados pela impressora do computador para as amostras de UO_2 ; ThO_2 e Al_2O_3 . As listagens, para cada amostra, apresentam a difusividade térmica e o desvio médio quadrático, DMQ, assim como os valores de máxima f.e.m.. Estes últimos, quando são divididos pelo ganho dos amplificadores e pela característica do tempo, representam, em cada amostra, a máxima temperatura atingida na face posterior (T_{max}). As tabelas (4.3) ; (4.4) ; (4.5) e (4.6), apresentam os resultados, respectivamente, para as amostras de: UO_2 ; conjuntos A e B de amostras de ThO_2 e amostras de Al_2O_3 .

Com relação aos valores obtidos para as difusividades térmicas das amostras de ThO_2 (Tabelas (4.4) e (4.5)), observa-se que aqueles correspondentes ao conjunto A, são sempre ligeiramente maiores do que os correspondentes ao conjunto B. Provavelmente, esta diferença sistemática (menor do que 10%) foi provocada pelas diferentes condições de fabricação, usadas em cada conjunto.

Na análise da reprodutibilidade das medidas de

Tabela (4.3) - Resultados fornecidos pelo programa AUST1, para a Difusividade térmica das amostras de UO_2

Porosidade (%)	L (cm)	Tensão (VDC)					
		1800			1900		
		Difusividade térmica (cm^2/s)	DM	T_{max} ($^{\circ}C$)	Difusividade térmica (cm^2/s)	DM	T_{max} ($^{\circ}C$)
6,00	0,149	0,289	0,0065	4,26	0,0277	0,0063	9,42
8,10	0,151	0,0275	0,0062	5,55	0,0268	0,0072	9,83
14,60	0,156	0,0248	0,0066	5,65	0,0240	0,0065	11,09
15,10	0,156	0,0241	0,0047	6,00	0,0234	0,0035	11,19
25,90	0,151	0,0187	0,0082	7,53	0,0181	0,0064	16,41
26,70	0,155	0,0195	0,0059	7,06	0,0189	0,0049	14,45
37,50	0,144	0,0145	0,0046	8,44	0,0142	0,0036	18,89

Tabela (4.4) - Resultados fornecidos pelo programa AJUSRI, para a Difusividade Térmica das amostras de TiO_2 - Conjunto A

Porosidade (%)	L (cm)	Tensão (VDC)					
		1800			1900		
		Difusividade Térmica (cm^2/s)	DMQ	T_{max} ($^{\circ}\text{C}$)	Difusividade Térmica (cm^2/s)	DMQ	T_{max} ($^{\circ}\text{C}$)
7,60	0,137	0,0671	0,0039	6,58	0,0643	0,0042	13,61
8,10	0,142	0,0668	0,0029	6,62	0,0620	0,0044	13,94
9,30	0,138	0,0606	0,0040	7,57	0,0568	0,0046	14,92
10,30	0,145	0,0655	0,0046	5,96	0,0612	0,0041	11,60
14,40	0,143	0,0585	0,0033	7,76	0,0548	0,0046	14,98

Tabela (4.5) - Resultados fornecidos pelo programa AJUST1, para a Difusividade térmica das amostras de ThO₂ - Conjunto B .

Porosidade (%)	L (cm)	Tensão (VDC)					
		1800			1900		
		Difusividade Térmica (cm ² /s)	DMQ	T _{max} (°C)	Difusividade Térmica (cm ² /s)	DMQ	T _{max} (°C)
5,00	0,140	0,0684	0,0027	5,94	0,0641	0,0043	11,52
7,20	0,143	0,0632	0,0049	6,88	0,0604	0,0053	12,44
10,20	0,142	0,0623	0,0029	6,90	0,0587	0,0023	13,16
11,70	0,142	0,0616	0,0066	7,13	0,0572	0,0010	15,17

Tabela (4.6) - Resultados fornecidos pelo programa AJUSTL, para a Difusividade Térmica das amostras de Al_2O_3 .

Porosidade (%)	L (cm)	Tensão (VDC)					
		1800			1900		
		Difusividade Térmica (cm^2/s)	DMQ	T_{max} ($^{\circ}C$)	Difusividade Térmica (cm^2/s)	DMQ	T_{max} ($^{\circ}C$)
4,00	0,167	0,0858	0,0045	3,10	0,0839	0,0056	5,73
10,40	0,142	0,0741	0,0044	4,27	0,0705	0,0045	8,83
11,50	0,141	0,0690	0,0058	4,30	0,0610	0,0047	9,89
18,60	0,145	0,0558	0,0050	4,68	0,0509	0,0048	10,79
31,50	0,157	0,0415	0,0073	5,14	0,0381	0,0058	11,32
45,40	0,151	0,0297	0,0075	6,00	0,0265	0,0076	13,86

difusividade térmica, das tabelas (4.3) à (4.6), observou-se, também, que todas as medidas feitas estavam dentro do mesmo intervalo de confiança encontrado para as medidas de difusividade térmica do ferro eletrólítico - 734.

4.4. Procedimento de cálculo da Condutividade Térmica

A condutividade térmica, foi calculada, utilizando, diretamente, os resultados experimentais obtidos.

Com o auxílio da equação (2.2), a quantidade de energia absorvida, na face anterior de uma amostra padrão, pode ser determinada. A densidade e o calor específico do material dessa amostra padrão, devem ser conhecidos. Reescrevendo, então, a equação (2.2), obtém-se:

$$Q = \underbrace{(\rho C_p L T_{\max})}_{\text{amostra padrão}} \quad (4.1)$$

Mudando-se o material da amostra, se as condições experimentais (tensão fornecida as lâmpadas-flash de xenônio, distância entre a amostra e a Cabeça Laser, emissividade da face anterior da amostra, etc.) são mantidas, a quantidade de energia absorvida, Q , permanecerá constante, de modo que:

$$Q = \underbrace{(\rho C_p L T_{\max})}_{\text{amostra padrão}} = \underbrace{(\rho C_p L T_{\max})}_{\text{amostra a ser medida}} \quad (4.2)$$

Assim, para a amostra a ser medida, combinando a equação (4.2) com a equação (1.3), $[\alpha = k/\rho C_p]$, obtém-se para a condutivida

de térmica a equação:

$$k = \frac{\alpha Q}{L T_{\max}} \quad (4.3)$$

Com essa equação, a condutividade térmica pode ser calculada sem a necessidade do conhecimento prévio do calor específico e da densidade do material da amostra.

5. ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados experimentais, apresentados nas tabelas (4.3); (4.4); (4.5) e (4.6), foram todos fornecidos pelo programa AJUST1. Neste programa, o principal dado de entrada é uma estimativa inicial para a difusividade térmica (α_0). A figura (5.1), mostra o desempenho desse programa, por meio da variação do parâmetro ajustado α , em função do número de iterações. Nota-se que, mesmo com valores iniciais mais afastados do valor final ajustado, o número de iterações, para haver convergência foi da ordem de 10. Como os valores iniciais usados foram sempre da mesma ordem de grandeza do valor final ajustado, o tempo de processamento gasto, em média, com cada experimento realizado, foi de aproximadamente 4 segundos.

A condição normal de interrupção do processamento dependia do cálculo do incremento $\Delta\alpha$ na equação (3.5). Determinou-se que $\Delta\alpha$ teria um valor menor ou igual a 10^{-6} , e nessas condições, haveria a interrupção do processamento do programa. Fixou-se, neste programa, o número máximo de 50 iterações para haver convergência de $\Delta\alpha$ para um valor menor ou igual a 10^{-6} , caso contrário, também haveria a interrupção do processamento, devendo, então, ser atribuído um novo valor para α_0 .

Com relação a "qualidade dos ajustes", pode-se verificar pelas tabelas (4.3) a (4.6), que o desvio médio quadrático, foi da ordem de 10^{-3} . Não são apresentadas para os materiais porosos ensaiados, comparações entre curvas ajustadas e os correspondentes pontos experimentais. No entanto, deve-se ressaltar que, nesse aspecto, para esses materiais, constatou-

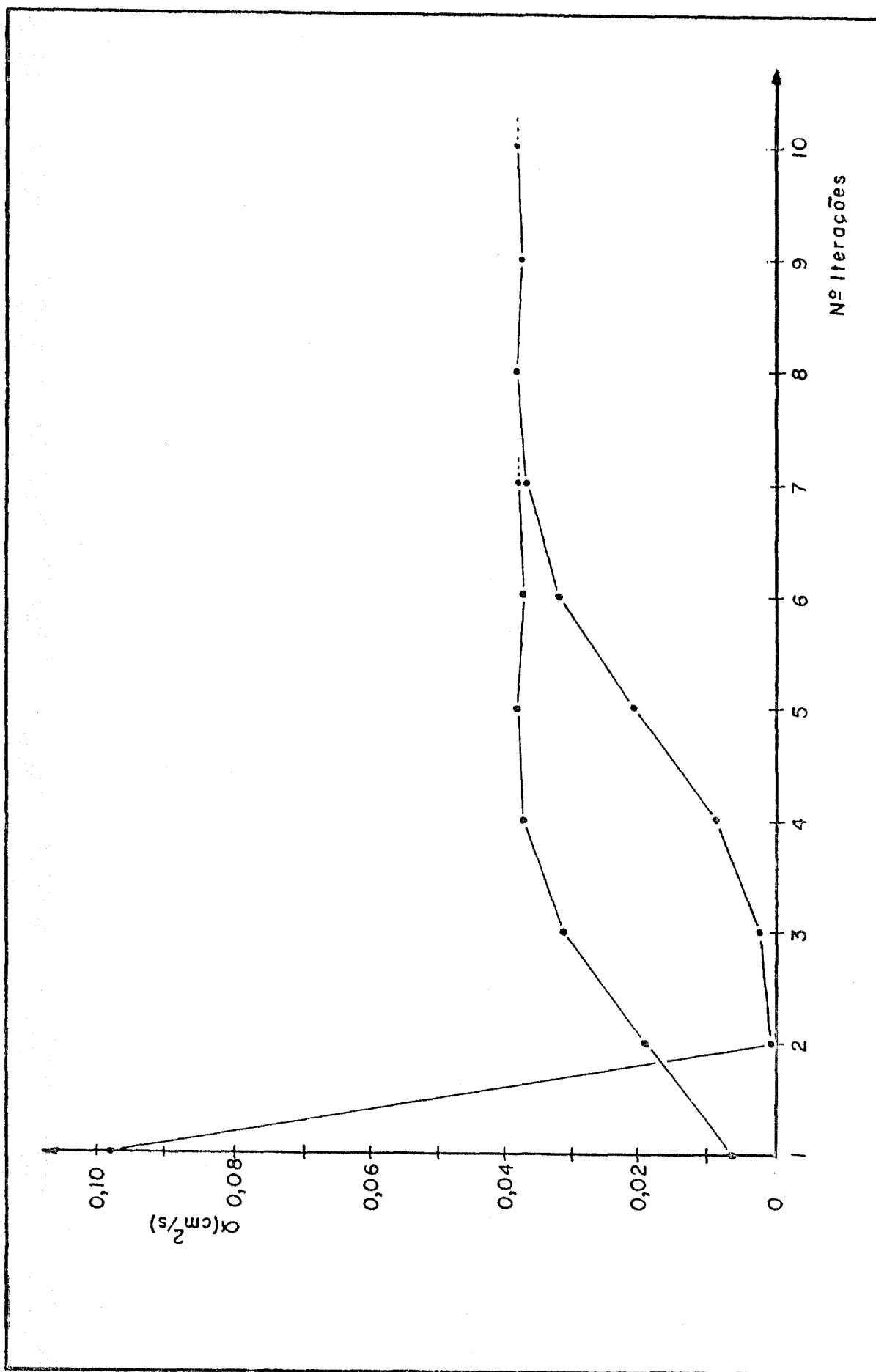


Fig. (5.1) - Desempenho do programa AJUSTIL, em função do número de iterações .

se um comportamento semelhante àquele observado para a amostra de ferro eletrolítico - 734, descrito no ítem 4.3.1.

Observando, ainda mais uma vez as tabelas (4.3) à (4.6), nota-se que, aumentando a porosidade das amostras, a tendência é diminuir o valor da difusividade térmica. Na temperatura ambiente, a difusividade térmica da fase porosa é aquela do ar ou gás contido nos poros, e, conseqüentemente, é bem menor do que aquela correspondente a fase sólida (cerca de 500 vezes menor). Assim, aumentando-se a porosidade, ou seja, aumentando a fase porosa, a difusividade térmica do material, como um todo, fase sólida mais fase porosa, começará a diminuir.

5.1. Comparação dos Resultados para a Difusividade Térmica

Os resultados obtidos para a difusividade térmica foram comparados com os de outros trabalhos relacionados na literatura. Contudo, existem certas dificuldades em realizar tais comparações. A rigor, deve-se levar em conta, a porosidade do material, a geometria e a distribuição dos poros, o processo de fabricação, a análise química e a microestrutura, a estequiometria ^(40/53) (para as amostras de UO_2), o método de medida utilizado e a temperatura de medida. Entretanto, é bastante difícil encontrar dois materiais porosos que sejam exatamente iguais e assim satisfazer todas essas condições.

Por outro lado, na maioria das referências consultadas, as medidas foram, geralmente, realizadas em temperaturas bem acima da temperatura ambiente e, empregando métodos que determinam a condutividade térmica em função da difusividade

térmica, sem fornecer os valores da densidade teórica e do calor específico utilizados. Dessa forma, neste trabalho nas comparações levaram-se em conta, apenas os valores da porosidade do material e da temperatura de medida, não sendo possível observar a influência dos demais parâmetros na determinação da difusividade térmica das amostras. Quando necessário foi feita a extrapolação dos dados para a temperatura ambiente, ou o cálculo da difusividade térmica a partir dos valores de densidade teórica, calor específico e condutividade térmica.

O erro experimental, associado as medidas de difusividade térmica, realizadas neste trabalho, foi estimado em: +6,78% e -2,43% (apêndice B).

A esta altura convém ressaltar que, nos gráficos comparativos que se seguem, os valores da difusividade térmica indicados, correspondem a uma média entre os valores obtidos para as tensões de 1800 a 1900 VDC. A temperatura efetiva indicada, também para cada material, é uma média das temperaturas efetivas de todas as amostras.

A figura (5.2), apresenta uma comparação dos resultados da tabela (4.3) (difusividade térmica das amostras de UO_2) com aqueles encontrados por Kobayasi et. al. (1968)⁽³⁵⁾; Walter et. al. (1970)⁽⁷⁶⁾ e por Craeynest et. al. (1970)⁽¹⁵⁾. Observa-se nesta figura, uma concordância bastante aceitável dos resultados deste trabalho com os de Craeynest e seus colaboradores⁽¹⁵⁾, assim como, com aquele obtido por Walter e seus colaboradores⁽⁷⁶⁾ para a amostra com 2% de porosidade. Os resultados de Kobayasi e seus colaboradores⁽³⁵⁾, contudo, são cer

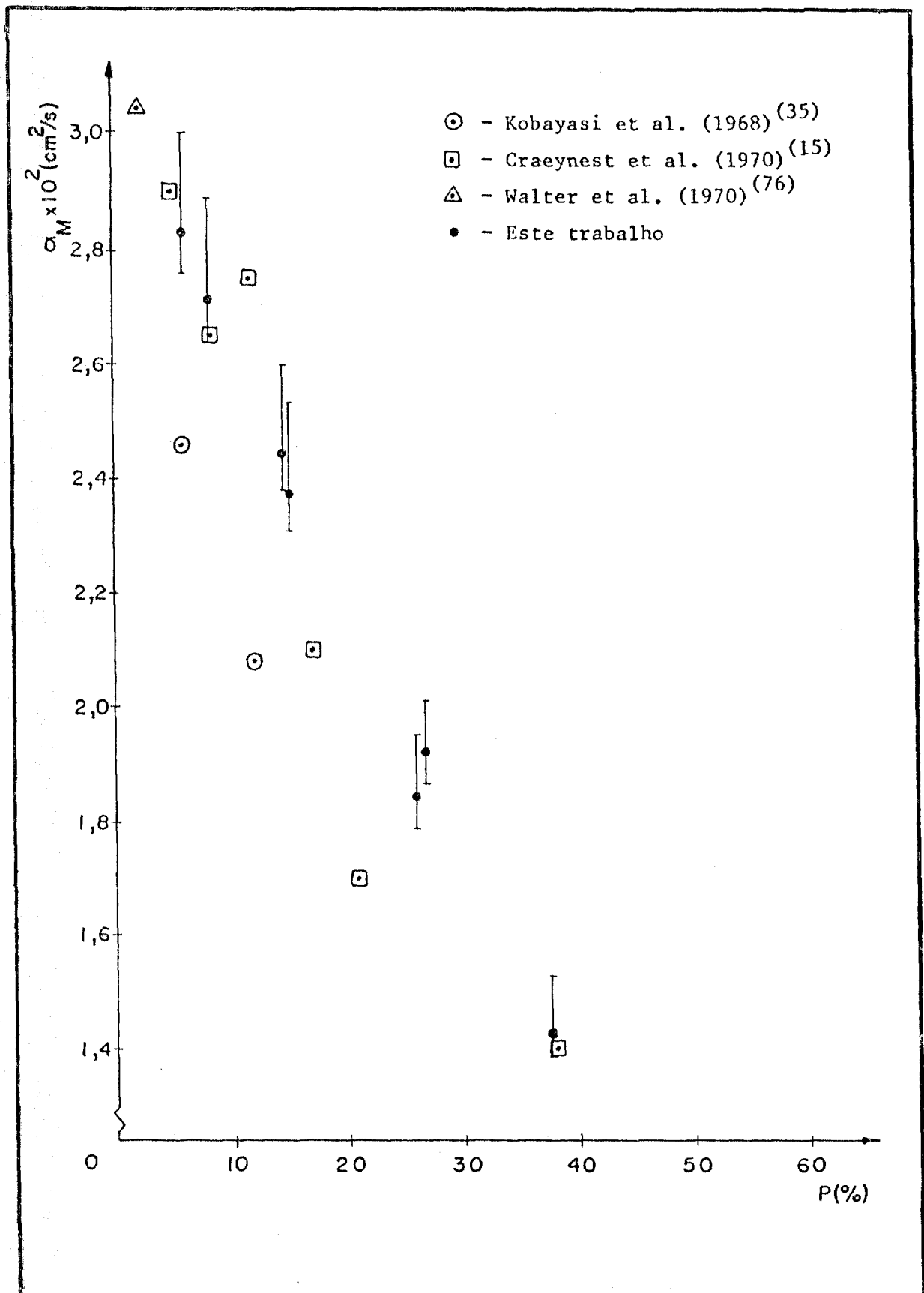


Fig. (5.2) - Comparação entre resultados obtidos para a difusividade térmica de UO_2 , em função da porosidade .

ca de 20% menores.

A figura (5.3), apresenta os resultados das tabelas (4.4) e (4.5) (difusividade térmica das amostras de ThO_2) comparando-os com aqueles encontrados por Springer et.al. (1967) (69) e Murabayashi et. al. (1969) (50/51). Entretanto, com relação aos dados de Murabayashi e seus colaboradores, deve-se ressaltar que eles foram recalculados partindo das condutividades térmicas, efetivamente medidas. Observa-se na figura (5.3) que os resultados obtidos para os dois conjuntos de amostras de ThO_2 , são superiores àqueles encontrados por Springer e seus colaboradores (69), e por Murabayashi e seus colaboradores (50/51). Por exemplo, com relação aos dados de Murabayashi e seus colaboradores, para uma porosidade de 5% há uma diferença de 16% entre os valores de difusividade térmica, e essa diferença tende a aumentar com o aumento da porosidade das amostras.

Finalmente, a figura (5.4), apresenta uma comparação dos resultados da tabela (4.6) (difusividade térmica das amostras de Al_2O_3) - com aqueles encontrados por McClelland e Petersen (1960) (44); Moser e Kruger (1964) (46) e por Taylor (1965) (72). Aqui, também, os valores encontrados por McClelland e Petersen foram recalculados, da mesma forma utilizada anteriormente para os resultados de Murabayashi e seus colaboradores, para as amostras de ThO_2 . Observa-se na figura (5.4) que os resultados, deste trabalho, são inferiores aos encontrados pelos três pesquisadores citados. Essa diferença, na faixa de porosidade estudada, em relação aos valores do trabalho de McClelland e Petersen (44), situa-se em torno de 30%.

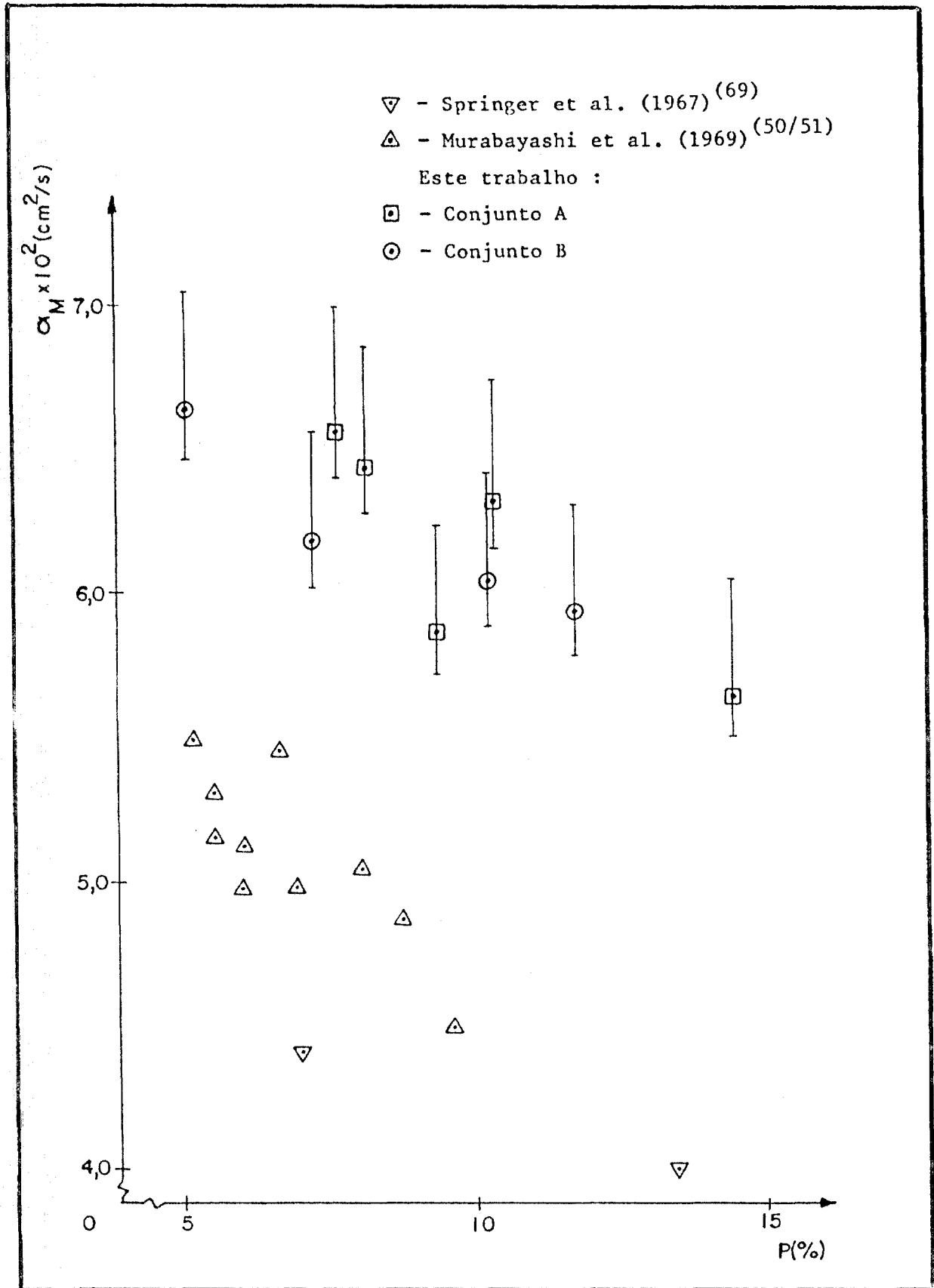


Fig. (5.3) - Comparação entre resultados obtidos para a difusividade térmica de ThO_2 , em função da porosidade .

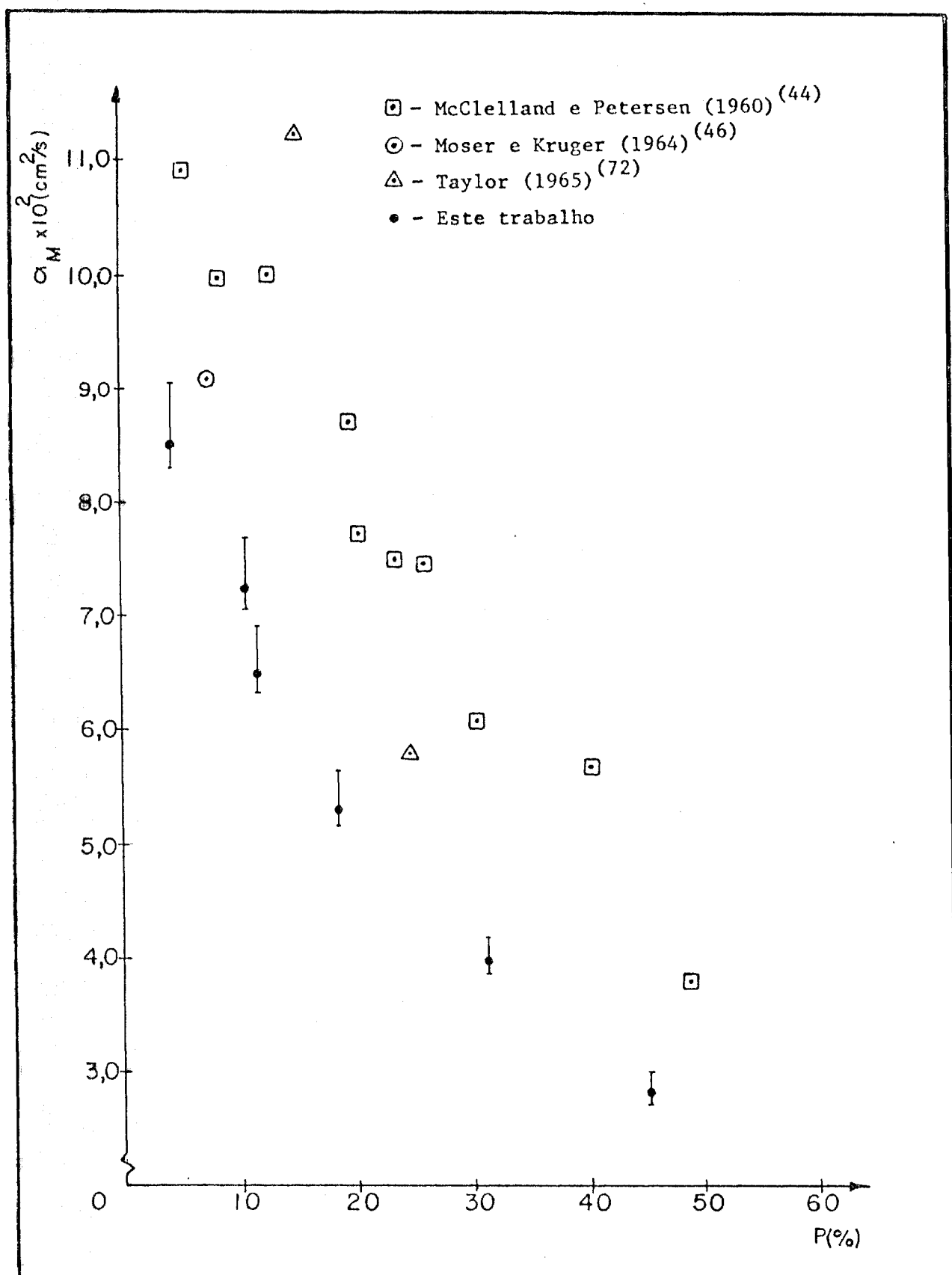


Fig. (5.4) - Comparação entre resultados obtidos para a difusividade térmica de Al_2O_3 , em função da porosidade .

Os resultados obtidos para difusividade térmica aqueles correspondentes as amostras de UO_2 são os que apresentam melhor concordância com os valores tomados para comparação. Para os dois conjuntos de amostras de ThO_2 os resultados deste trabalho se apresentam sempre superiores aos demais citados na literatura. Para as amostras de Al_2O_3 ocorreu o inverso, obtiveram-se valores inferiores aos relacionados em outros trabalhos. Uma provável explicação para tais diferenças pode estar no processo de sinterização das amostras.

As amostras de ThO_2 foram compactadas a frio e sinterizadas em atmosfera de argônio. Dentro do forno foram acondicionadas em cadinhos de molibdenio e envolvidas com pó de ThO_2 . Quando da retirada do interior do forno, notou-se que uma certa quantidade de molibdenio havia aderido ao pó de ThO_2 que envolvia as amostras. Nestas condições, pode ter ocorrido a introdução de molibdenio nas amostras e isso elevaria certamente, o valor da difusividade das mesmas.

Por outro lado, as amostras de Al_2O_3 foram obtidas da mesma forma que as amostras de UO_2 , isto é, compactadas e sinterizadas em atmosfera de argônio com uma matriz (punção) de grafita. Nestas condições, pode ocorrer a carbonetação das amostras, o que indicaria os resultados mais baixos para as amostras de Al_2O_3 . As amostras de UO_2 , como já foi visto no ítem 4.1.1., foram aquecidas, após a sinterização, em atmosfera de hidrogênio, e provavelmente não apresentaram esse tipo de problema.

5.2. Cálculo da Condutividade Térmica "Medida"

A condutividade térmica "medida", foi calculada, empregando, diretamente, os resultados experimentais das tabelas (4.3) à (4.6), e o procedimento de cálculo exposto no item 4.4.

O primeiro passo para calcular a condutividade térmica das amostras de UO_2 , ThO_2 e Al_2O_3 foi determinar, pela equação (4.1), a quantidade, Q , de energia absorvida na face anterior de uma amostra padrão, de ferro eletrolítico - 734. Escolheu-se esse material, para amostra padrão, porque suas propriedades são bem conhecidas. A tabela (5.1), apresenta os resultados para a amostra padrão de ferro eletrolítico - 734.

Tabela (5.1) - Energia absorvida pela amostra padrão de ferro eletrolítico - 734, com espessura de 0,150cm e densidade ^(a) de 7,78g/cm³

Tensão (VDC)	α (cm ² /s)	DMQ	T _{max} (°C)	C _p ^(b) (cal/g°C)	Q (cal/cm ²)
1800	0,206	0,0036	4,16	0,1046	0,5078
1900	0,195	0,0028	8,52	0,1053	1,0469

(a) - densidade medida com a própria amostra.

(b) - valores fornecidos pela "National Bureau of Standard - EUA".

Quando as condições experimentais não se alteram, a quantidade, Q , de energia absorvida, deve permanecer constante, de modo que, a equação (4.2), vale para a amostra a ser

medida. Assim, a condutividade térmica, pode ser calculada, com a equação (4.3), isto é, em função da difusividade térmica, energia absorvida, espessura da amostra e transiente máximo na face posterior da amostra.

As tabelas (5.2); (5.3); (5.4) e (5.5), apresentam os resultados para a condutividade térmica "medida", respectivamente, para os conjuntos de amostras de UO_2 ; Al_2O_3 e ThO_2 . Eles correspondem a valores médios, obtidos com os dados das tabelas (4.3) à (4.6), para as duas tensões fornecidas ao feixe de Laser (1800 e 1900 VDC).

5.3. Comparação dos Valores da Condutividade Térmica "Medida" com os previstos por Modelos Teóricos

Os resultados das tabelas (5.2) à (5.5) foram comparados com aqueles previstos por modelos teóricos existentes. Dentre os modelos teóricos mais conhecidos, e os mais empregados, para a correção da condutividade térmica, estão aqueles desenvolvidos por Loeb (1954) ⁽³⁹⁾; Russell (1935) ⁽⁶⁴⁾ e Eucken (1932) ⁽¹⁹⁾. As equações de correção desses modelos são aquelas indicadas no cap. 2: equações (2.4); (2.5) e (2.6). A última relação de correção, a de Loeb, é normalmente empregada na forma simplificada, equação (2.8) ou na forma modificada, equação (2.9). Também foram utilizadas nestas comparações, a equação (2.11), atribuída a Murabayashi et. al. (1969) ⁽⁵¹⁾, e as equações de Maxwell (1892) ⁽⁴³⁾, modificadas para um meio de duas fases (equações 2.10a) e (2.10b). Para tais comparações, foram elaborados gráficos da condutividade térmica relativa em função da porosidade. A condutividade térmica relativa

Tabela (5.2) - Condutividade Térmica das amostras de UO_2

Porosidade (%)	Condutividade Térmica	
	(cal/cm s. °C)	(W/cm °C)
6,00	0,0219	0,0917
8,10	0,0178	0,0745
14,60	0,0144	0,0603
15,10	0,0128	0,0536
25,90	0,0080	0,0335
26,70	0,0089	0,0373
37,50	0,0058	0,0243

Tabela (5.3) - Condutividade térmica das amostras de Al_2O_3

Porosidade (%)	Condutividade Térmica	
	(cal/cm s °C)	(W/cm °C)
4,00	0,0880	0,3685
10,40	0,0605	0,2533
11,50	0,0518	0,2169
18,60	0,0379	0,1587
31,50	0,0243	0,1017
45,40	0,0149	0,0624

Tabela (5.4) - Condutividade Térmica das amostras de TiO_2

- Conjunto A -

Porosidade (%)	Condutividade Térmica	
	(cal/cm s °C)	(W/cm °C)
7,60	0,0369	0,1545
8,10	0,0328	0,1373
9,30	0,0292	0,1223
10,30	0,0383	0,1604
14,40	0,0268	0,1122

Tabela (5.5) - Condutividade Térmica das amostras de In_2O_3

- Conjunto B -

Porosidade (%)	Condutividade Térmica	
	(cal/cm.s. °C)	(W/cm °C)
5,00	0,0417	0,1746
7,20	0,0341	0,1428
10,20	0,0326	0,1365
11,70	0,0294	0,1231

representa, em porcentagem, o valor da condutividade térmica "medida" (k_M) em relação a k_T (condutividade térmica teórica). Empregou-se a condutividade térmica relativa, porque ela pode ser generalizada para qualquer material. Os valores de condutividade térmica relativa, determinados em função da porosidade, para os modelos teóricos, foram calculados com o programa auxiliar CONTER.

Além disso, devido a existência de um fator de correção nas equações modificadas de Loeb, e na de Murabayashi, para cada um dos conjuntos de amostras em estudo foi feito um ajuste dessas equações aos pontos experimentais obtidos. Esse ajuste foi feito pelo método dos mínimos quadrados, de modo análogo aquele utilizado, no cap. 3, para a função adimensional do modelo de Parker. Os cálculos foram efetuados com os programas auxiliares BETA e ETA. Com o programa BETA, determinaram-se os fatores de correção β , da equação modificada de Loeb, e com o programa ETA, os fatores de correção η , da equação de Murabayashi. O apêndice A contém uma explicação, em detalhes, dos programas auxiliares, CONTER, BETA e ETA, e as respectivas listagens.

Neste trabalho, tomou-se como valor da condutividade teórica (k_T), para cada um dos conjuntos de amostras, a condutividade térmica da amostra de menor porosidade (maior densidade) conseguida na sinterização, isto é, para o conjunto de amostras de UO_2 , a amostra com 6% de porosidade; para os dois conjuntos de amostras de ThO_2 , a amostra com 5% de porosidade e para o conjunto de amostras de Al_2O_3 , a amostra com 4% de porosidade. Esse procedimento não invalida a análise feita

uma vez que, dentro de cada um dos conjuntos de amostras, os valores de porosidade são corrigidos em relação à amostra menos porosa (27). No trabalho de Murabayashi e seus colaboradores (51), nota-se que eles fizeram uma extrapolação de seus resultados, e por meio de um ajuste, obtiveram para β o valor de 4,38 e para η um valor de 2,4. Empregando a condutividade térmica da amostra de menor porosidade (5,10%) como k_T , e refazendo-se os ajustes necessários, obtêm-se para β um valor de 4,36, e para η um valor de 2,1, justificando a afirmação anterior.

Quando se faz uma extrapolação, ou ajuste dos valores de condutividade térmica medida (k_M), para se obter a condutividade térmica teórica (k_T), a porosidade das amostras é definida por:

$$p = \frac{\rho_T - \rho_M}{\rho_T}$$

onde: ρ_T , é a densidade teórica, ou seja, aquela correspondente a densidade do pó, antes de ser sinterizado (porosidade zero).

ρ_M , é a densidade medida em cada amostra após a sinterização.

Quando não é feita extrapolação a porosidade deve ser corrigida em relação à amostra mais densa (menos porosa), para a qual, normalmente, se toma a condutividade térmica como sendo igual a k_T . A porosidade, então, passa a ser definida por:

$$p_c = \frac{(\rho_M)_{\max} - \rho_M}{(\rho_M)_{\max}}$$

onde: P_c , é a porosidade corrigida.

$(\rho_M)_{\max.}$, é a densidade da amostra da qual se toma a condutividade térmica como k_T .

Pode-se obter a porosidade corrigida, empregando, diretamente, os valores de porosidade determinados nas amostras:

$$P_c = \frac{P_M - (P_M)_{\min.}}{100 - (P_M)_{\min.}}$$

5.3.1. Conjuntos de amostras de UO_2 e Al_2O_3

Comparações dos resultados obtidos neste trabalho (tabelas (5.2) e (5.3)), para as amostras de UO_2 e Al_2O_3 , com aqueles calculados pelo programa CONTER, para os modelos teóricos de Loeb, de Russell, e de Eucken são apresentados nas figuras (5.5) e (5.6). Observa-se nestas figuras que os pontos experimentais deste trabalho afastam-se das curvas descritas pela equação simplificada de Loeb e pelas equações de Russell e de Eucken, à medida que a porosidade aumenta. Essas diferenças podem ser explicadas, lembrando que as três equações teóricas foram deduzidas para a correção de condutividade térmica de materiais porosos, com distribuição uniforme de poros e poros isométricos. Essas condições tendem a ser satisfeitas, em materiais sinterizados pelos métodos convencionais, apenas quando estes apresentam porosidades bem baixas.

Além disso, as equações de Russell e de Eucken, foram deduzidas para corrigir a condutividade térmica de mate

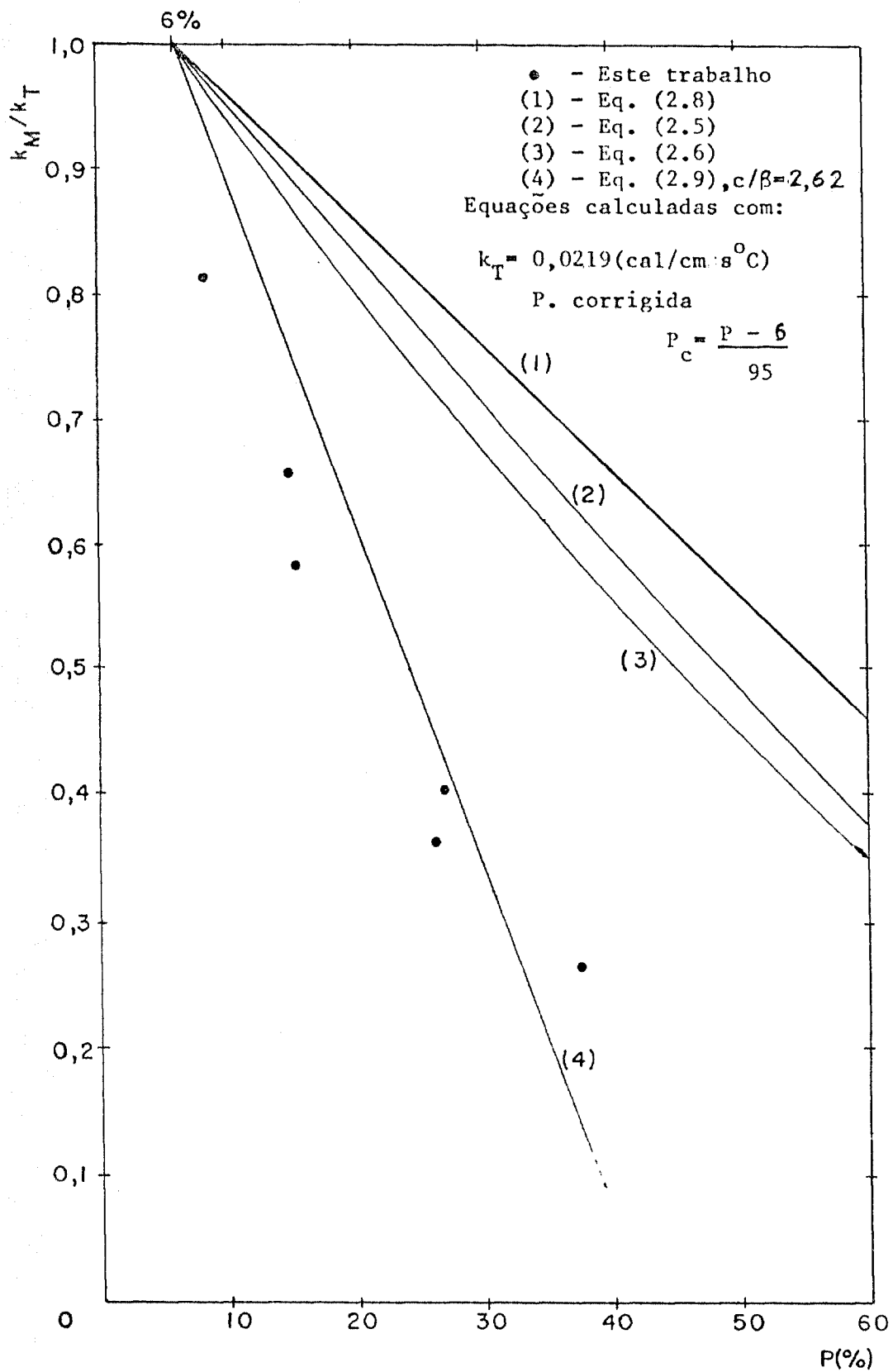


Fig. (5.5) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de UO_2 com os previstos pelas relações de Laeb simplificada (1) e modificada (4), de Russell (2), e de Eucken (3), em função da porosidade.

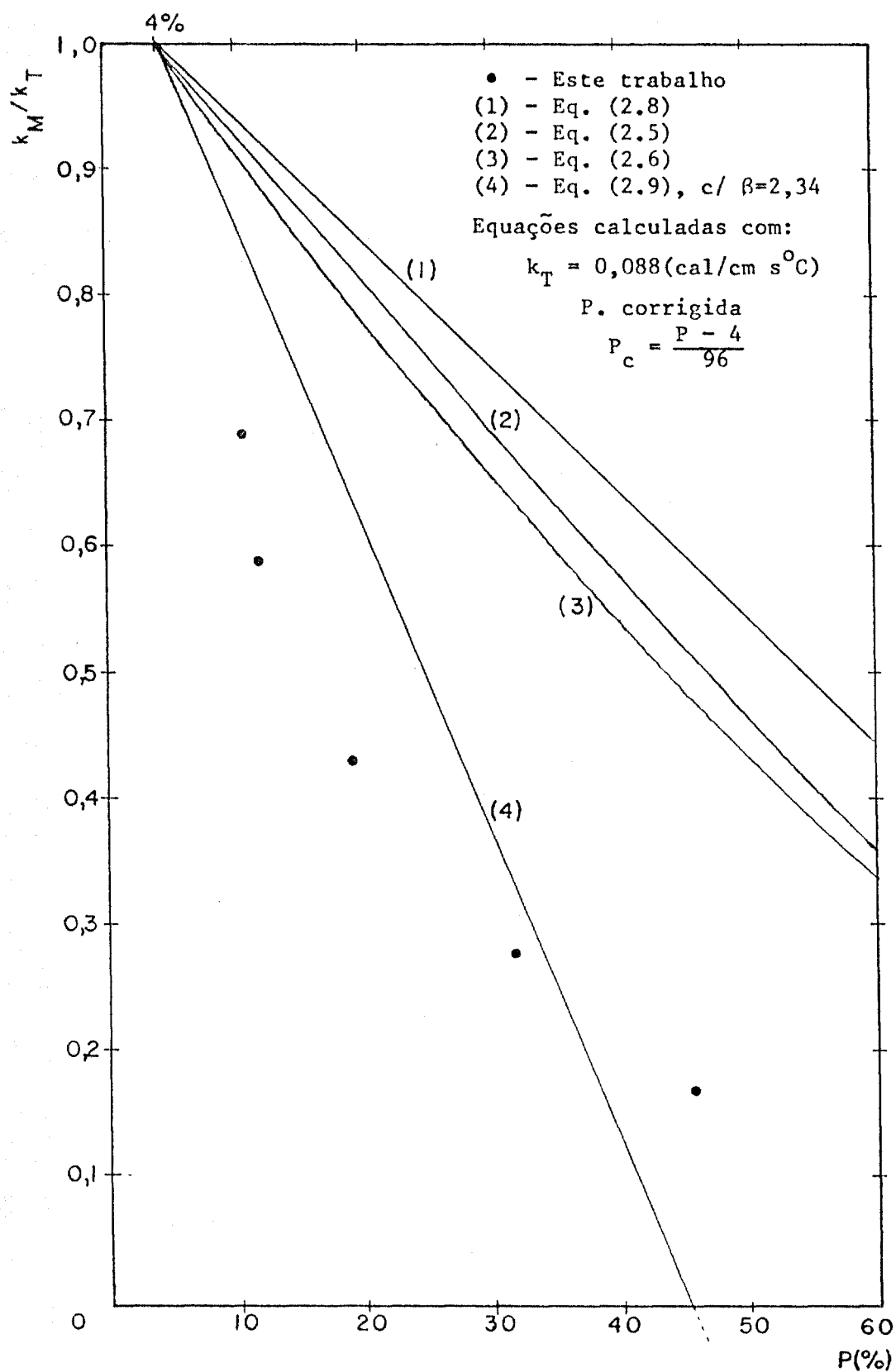


Fig. (5.6) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de Al_2O_3 com os previstos pelas relações de Laeb simplificada (1) e modificada (4), de Russell (2), e de Eucken (3), em função da porosidade.

riais refratários, os quais apresentam poros de grande dimensões, se comparados com aqueles dos poros de materiais fabricados por processos de sinterização (44).

Nas figuras (5.5) e (5.6) constata-se, também, que as curvas descritas pela equação modificada de Loeb, apresentam boa concordância com os pontos experimentais, para as amostras de UO_2 , com β igual a 2,62, e para as amostras de Al_2O_3 , com β igual a 2,34.

Observando, mais uma vez, as figuras (5.5) e (5.6), nota-se a não linearidade dos pontos experimentais. Isso indica a possibilidade da existência de pequenos agrupamentos de poros dentro das amostras. Repetindo o que já foi dito anteriormente, quando a porosidade é baixa, a geometria dos poros é predominantemente esférica, enquanto que aumentando a porosidade, a proporção de poros de forma irregular, também aumenta. Esses poros, devido aos mecanismos de sinterização (6/30/75) utilizados, podem se agrupar, e aumentar ainda mais a resistência térmica ao fluxo de calor.

Com a equação simplificada de Loeb, pode-se fazer uma correção da condutividade térmica medida:

$$k_T = \frac{k_M}{(1 - P)}$$

Neste caso, os resultados experimentais serão corrigidos para a porosidade zero. As tabelas (5.6) e (5.7), apresentam esses resultados para as amostras de UO_2 e Al_2O_3 , respectivamente. Observa-se, nestas tabelas, que o valor de k_T , diminui com o au

Correção dos resultados experimentais com a Equação Simplificada de Iøeb

Tabela (5.6) - Amostras de UO_2

Porosidade (%)	k_T (cal/cm s °C)
6,00	0,0233
8,10	0,0194
14,60	0,0169
15,10	0,0151
25,90	0,0108
26,70	0,0121
37,50	0,0093

Tabela (5.7) - Amostras de Al_2O_3

Porosidade (%)	k_T (cal/cm s °C)
4,00	0,0917
10,40	0,0675
11,50	0,0585
18,60	0,0466
31,50	0,0355
45,40	0,0273

mento da porosidade, e isto parece estar em desacordo com a equação simplificada, que determina que k_T não varie com a variação da porosidade (34).

Desse modo, pode-se atribuir, os valores mais baixos de condutividade térmica nas amostras com maior porosidade, ao formato irregular dos poros. Normalmente esses poros são formados nos contornos de grãos, e são considerados mais efetivos para reduzir o fluxo de calor, do que os poros esféricos com o mesmo volume (62).

Os resultados das tabelas (5.2.) e (5.3), são, também, rerepresentados, respectivamente, nas figuras (5.7) e (5.8), juntamente com aqueles calculados com as equações de Maxwell, modificadas para um meio de duas fases. Observa-se nestas figuras que os pontos experimentais encontram-se entre as duas curvas descritas pelas equações de Maxwell. A curva (a), é válida para materiais em que a fase sólida é contínua e a fase fluida é descontínua, representando, portanto, um limite superior para a condutividade térmica. Já a curva (b), é válida para um material em que a fase fluida é contínua e a fase sólida é descontínua, o que representa um limite inferior para a condutividade térmica.

Observa-se, também, nas figuras (5.7) e (5.8), que parece haver uma melhor concordância da curva descrita pela equação de Murabayashi, com os pontos experimentais das amostras de UO_2 , do que com os pontos experimentais das amostras de Al_2O_3 . Isso pode ser verificado pelos desvios médios quadráticos, fornecidos pelo programa ETA juntamente com o fator

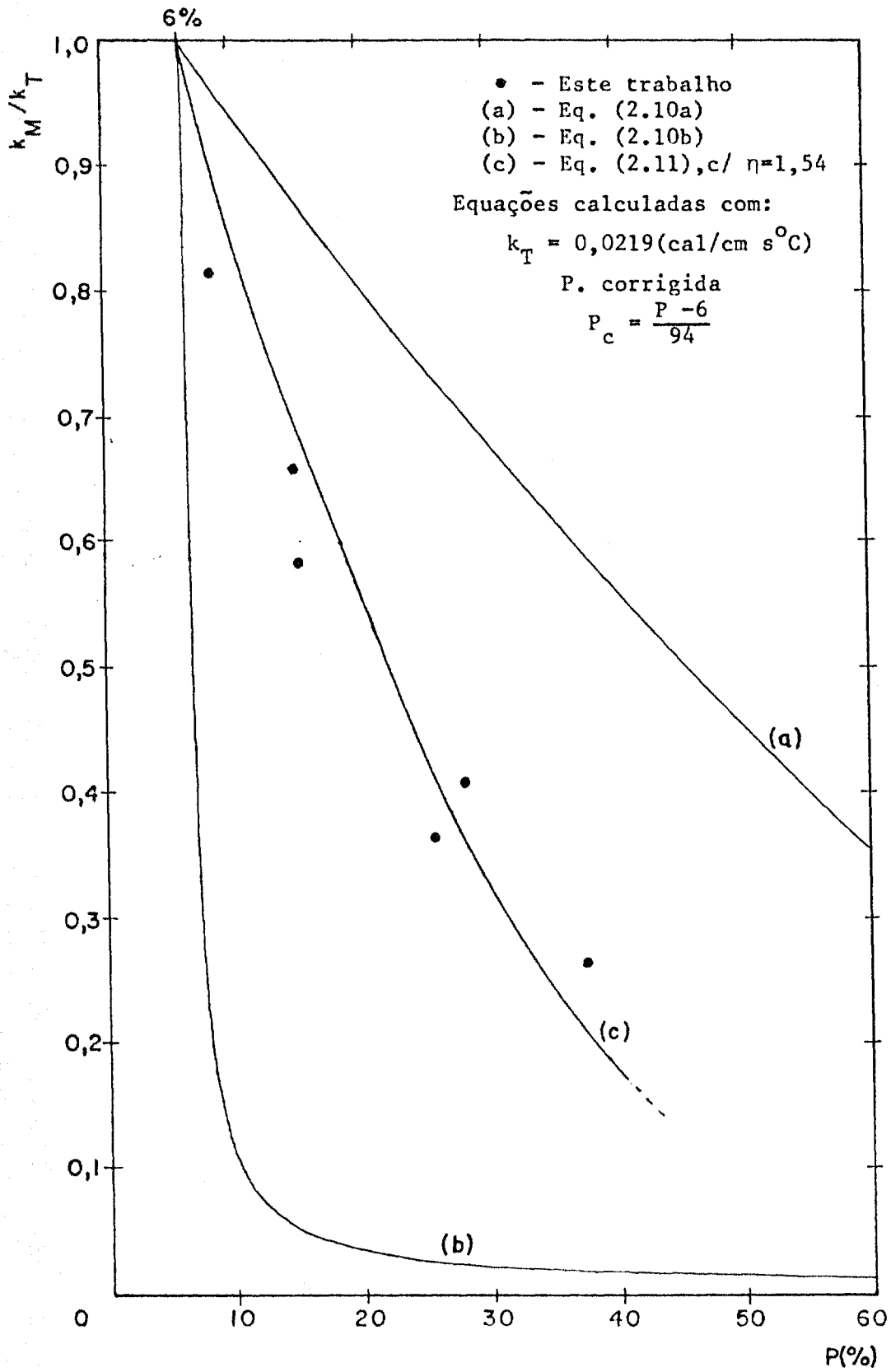


Fig. (5.7) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de UO_2 com os previstos pelas relações de Maxwell (a) e (b), e de Murabayashi (c), em função da porosidade.

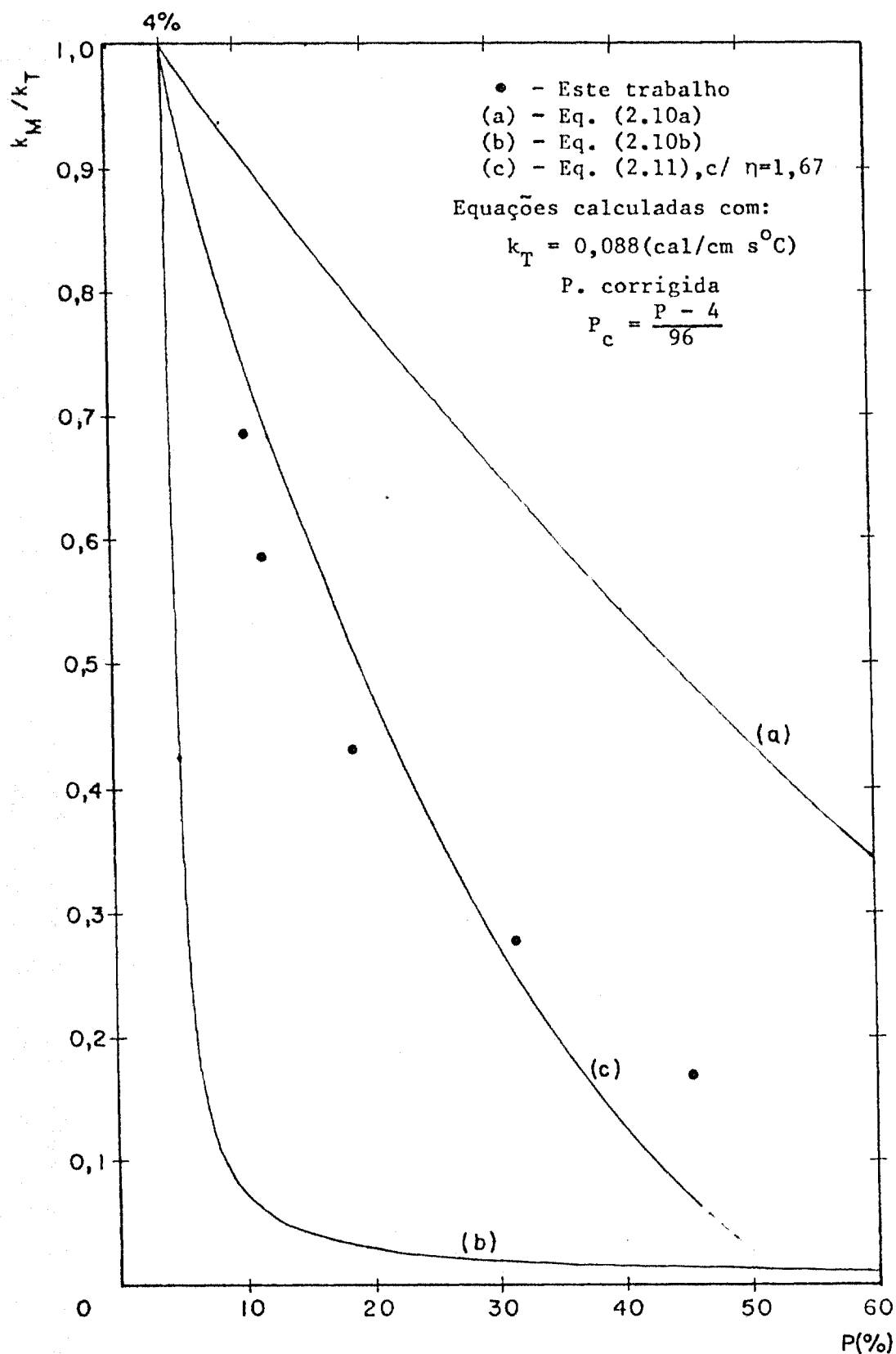


Fig. (5.8) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de Al_2O_3 com os previstos pelas relações de Maxwell (a) e (b), e de Murabayashi (c), em função da porosidade.

de correção η , para cada um dos conjuntos de amostras citados. Para as amostras de UO_2 (Fig. (5.7)), a equação de Murabayashi está representada com um fator de correção η , igual à 1,54 e o desvio médio quadrático desde ajuste é de $4,8 \times 10^{-3}$. Para as amostras de Al_2O_3 (Fig. (5.8)), a equação de Murabayashi está representada com um fator de correção η , igual à 1,67 e o desvio médio quadrático deste ajuste é de $8,8 \times 10^{-3}$.

5.3.2. Conjuntos de amostras de ThO_2

Os resultados das tabelas (5.4) e (5.5), para a condutividade térmica das amostras de ThO_2 , são apresentados na figura (5.9), juntamente com os valores calculados pelo programa CONTER, para as equações dos modelos teóricos de Loeb, de Russell e de Eucken. Na figura (5.10), esses mesmos resultados são comparados com aqueles fornecidos pelas equações de Maxwell, modificadas para um meio de duas fases.

Observa-se na figura (5.9), que o comportamento dos pontos experimentais, para as amostras de ThO_2 , com relação aos modelos: simplificado de Loeb, de Russell e de Eucken, é semelhante àquele observado para as amostras de UO_2 e Al_2O_3 , isto é, as diferenças aumentam a medida que a porosidade aumenta.

Empregando a equação modificada de Loeb, obteve-se para as amostras de ThO_2 , um valor de β igual à 4,33. Esse valor é maior do que aqueles encontrados para as amostras de UO_2 e Al_2O_3 . Murabayashi e seus colaboradores, em seu trabalho de 1969 ⁽⁵¹⁾, interpretaram valores elevados para β da equação

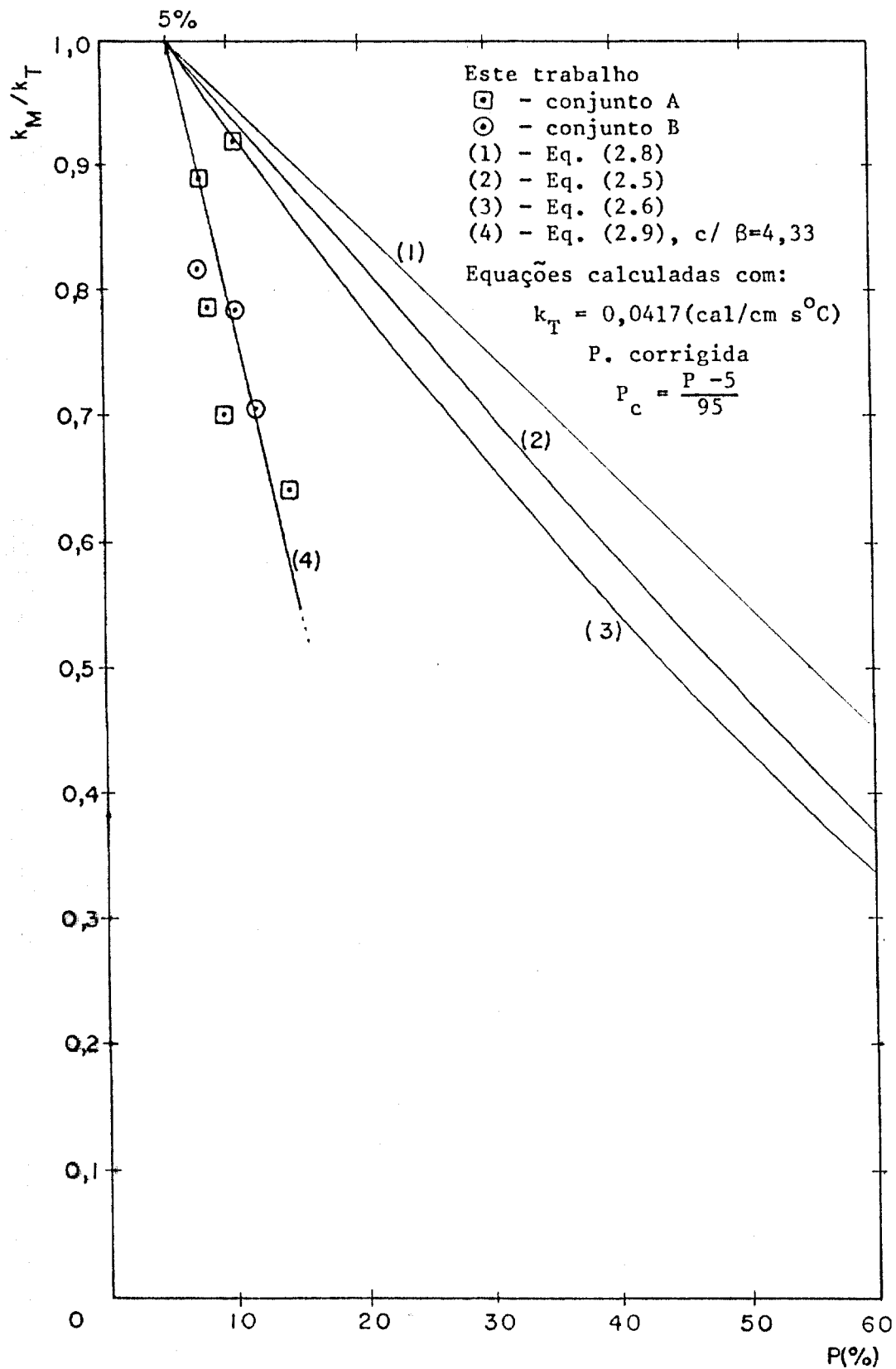


Fig. (5.9) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de ThO_2 com os previstos pelas relações de Laeb simplificada (1) e modificada (4), de Russell (2), e de Eucken (3), em função da porosidade.

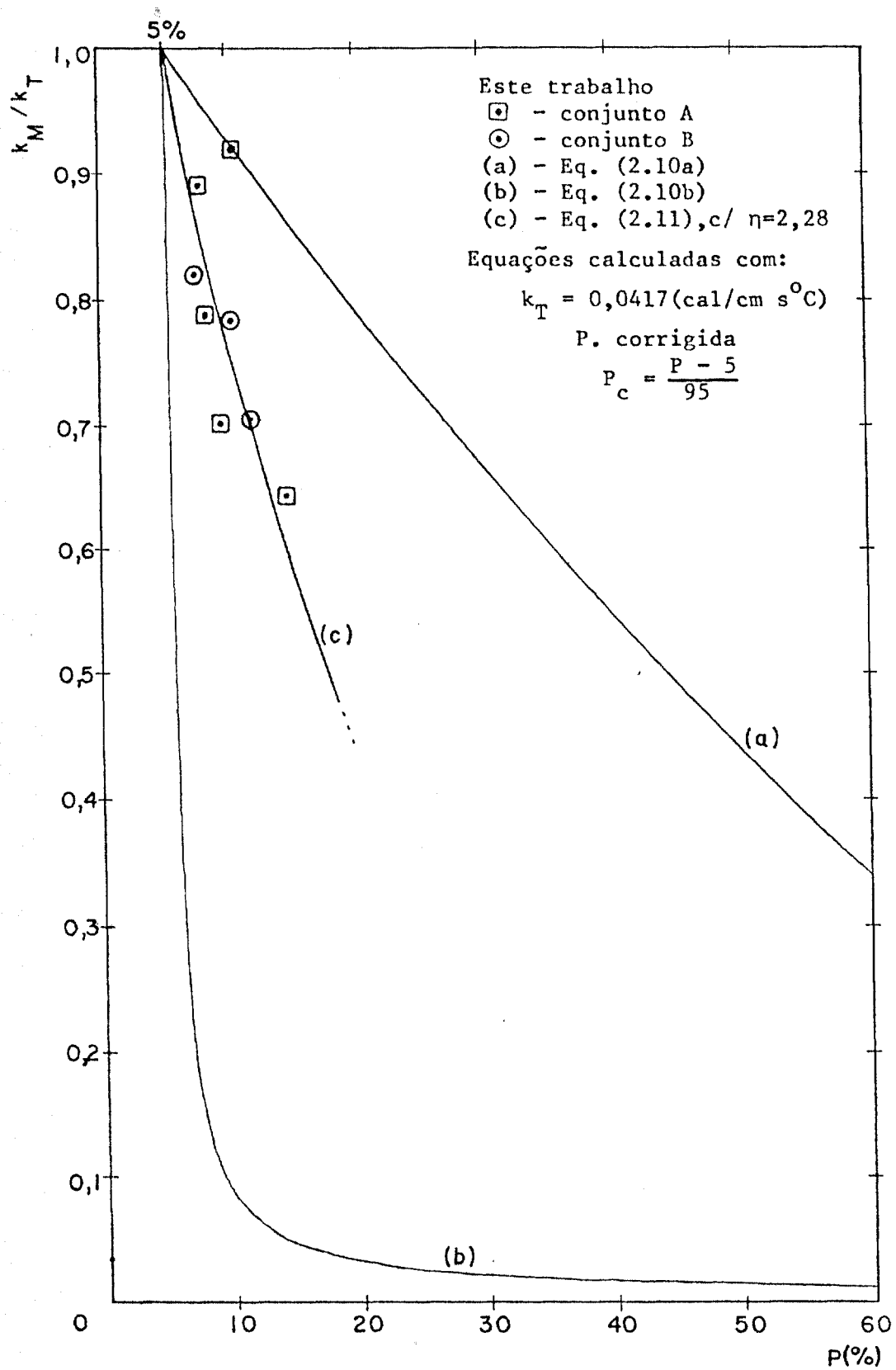


Fig. (5.10) - Comparação dos resultados obtidos para a condutividade térmica das amostras de ThO_2 com os previstos pelas relações de Maxwell (a) e (b), e de Murabayashi (c), em função da porosidade.

modificada de Loeb, como sendo indicativos da existência de uma resistência térmica devida a agrupamentos de poros dentro das amostras. Isso tenderia a diminuir a condutividade térmica das amostras. Pode-se esperar, portanto, que isto esteja ocorrendo com as amostras de ThO_2 , utilizadas neste trabalho.

Observa-se na figura (5.10), que há uma concordância muito boa entre os pontos experimentais, das amostras de ThO_2 , e a curva descrita pela equação de Murabayashi, com um fator de correção, η , igual à 2,28.

Pelas figuras (5.5) à (5.10), nota-se para os dois conjuntos de amostras de ThO_2 , há, sempre uma melhor concordância dos pontos experimentais com as curvas descritas pelas equações, modificada de Loeb e a de Murabayashi, com ligeira vantagem para esta. Nota-se, também, que para ambos os conjuntos de amostras de ThO_2 , resultaram valores elevados para η , o que apesar dos valores, também elevados, encontrados para a difusividade térmica, significa a possibilidade de existência, nestas amostras, de aglomeração de poros.

6. CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Os valores de difusividade térmica foram determinados, ajustando-se, aos pontos experimentais, pelo Método dos Mínimos Quadrados, a função adimensional do modelo teórico de Parker. Isso foi feito com o auxílio de um programa computacional (AJUST1), escrito especialmente para o novo procedimento de medida, proposto para este trabalho. Neste programa, é necessária uma estimativa inicial para a difusividade térmica. Entretanto, mesmo com valores iniciais bem afastados do valor final ajustado, a convergência do programa AJUST1, foi sempre muito rápida (menor do que 10 iterações).

Foram determinadas as difusividades térmicas de amostras de UO_2 , ThO_2 e Al_2O_3 , com densidades variando, respectivamente, de 62 à 94% (UO_2); de 85 à 95% (ThO_2) e de 54 à 96% (Al_2O_3), de suas densidades teóricas. Antes porém, foi feita a comprovação do procedimento de medida desenvolvido para este trabalho, para determinar difusividades térmicas. Obteve-se um desvio médio de $\pm 4\%$, na comparação dos resultados obtidos para amostras de ferro eletrolítico - 734, com aqueles encontrados na literatura.

Os resultados obtidos para a difusividade térmica das amostras de UO_2 foram comparados com aqueles encontrados na literatura, obtendo-se um desvio médio de $\pm 5\%$. Para as amostras de ThO_2 , contudo, os resultados deste trabalho se apresentaram cerca de 20% acima daqueles tomados para comparação. Para as amostras de Al_2O_3 , ocorreu o inverso, obtiveram-se resultados 30% abaixo daqueles encontrados na literatura pa

ra comparação.

A condutividade térmica foi determinada utilizando apenas os resultados experimentais, isto é, em função da difusividade térmica medida, da espessura da amostra, do transiente máximo de temperatura na face posterior, e da quantidade, Q , de energia absorvida na face anterior. Os valores obtidos foram comparados com aqueles previstos pelas equações, de Loeb simplificada e de Loeb modificada, de Russell, de Eucken, e de Murabayashi. Em seguida, pode-se resumir as principais conclusões obtidas:

(a) O procedimento de medida proposto para este trabalho demonstrou ser altamente satisfatório. Com ele pode-se determinar a difusividade térmica, utilizando todos os pontos da curva experimental representativa do transiente de temperatura na amostra, enquanto nos procedimentos convencionais, toma-se apenas um ponto dessa curva. Além disso, esse procedimento, foi aplicado na determinação da difusividade térmica apenas na temperatura ambiente. Contudo, não se constatou qualquer obstáculo que desaconselhe sua aplicação em temperatura elevadas.

(b) Os valores de difusividade térmica obtidos, neste trabalho, para as amostras de ThO_2 foram mais elevados do que aqueles encontrados na literatura. Já para as amostras de Al_2O_3 ocorreu exatamente o oposto, isto é, os valores obtidos foram menores que os divulgados em outros trabalhos. Em ambos os casos a explicação pode estar relacionada com o processo de fabricação das amostras. Nas primeiras, pode ter havido introdução de molibdenio e nas últimas, pode ter ocorrido um processo de carbonetação.

(c) Tanto a difusividade térmica como a condutividade térmica, dos materiais investigados, diminuem com o aumento da porosidade.

(d) O procedimento desenvolvido para calcular a condutividade térmica, sem o conhecimento prévio do calor específico e da densidade da amostra, pode ser útil na determinação da condutividade térmica de materiais irradiados, pois, nestes, a densidade inicialmente medida, varia devido a irradiação por neutrons.

(e) A teoria de Loeb determina que se a equação de correção na forma simplificada for utilizada para calcular o valor da condutividade térmica teórica, esta não deve se alterar com a variação da porosidade. Entretanto, aplicando essa equação de correção para corrigir os resultados obtidos, neste trabalho, constatou-se que a condutividade térmica teórica diminui com o aumento da porosidade. Isso mostra que outras fontes de resistência térmica, além daquelas consideradas por Loeb, estão presentes nas amostras analisadas, e em quantidades tais que seus efeitos aumentam com a porosidade.

(f) A equação de Murabayashi, com fatores de correção, respectivamente iguais a 1,54 para as amostras de UO_2 ; 2,28 para o ThO_2 e 1,67 para o Al_2O_3 , foi a que apresentou melhor concordância com os pontos experimentais. Além disso, entre os três materiais analisados, a melhor concordância do modelo de Murabayashi deu-se com os pontos experimentais referentes as amostras de ThO_2 .

Como sugestões para trabalhos futuros, empregando o procedimento de medida, aqui proposto, tem-se as seguintes:

a) Determinar a difusividade térmica de materiais porosos alterando, convenientemente, a energia do feixe de Laser para manter constante a temperatura de medida. Neste trabalho, a energia do feixe de Laser foi mantida constante. Com isso as difusividades térmicas, das amostras, foram determinadas em temperaturas que aumentaram com a porosidade, sendo necessário um valor médio para definir a temperatura efetiva de medida. Desta forma, um estudo variando a energia do feixe de Laser permitiria uma melhor análise do comportamento da difusividade térmica em função da porosidade.

b) Determinar a condutividade térmica de materiais combustíveis irradiados. Sabe-se que um material sinterizado, utilizado como combustível nuclear, durante sua vida útil dentro do reator, sofre modificações na sua estrutura. A sua densidade tende a diminuir, conduzindo, como consequência, a uma diminuição da condutividade térmica. Além disso atualmente, sabe-se também, que o material combustível mesmo novo, deve ter um certo grau de porosidade, necessário para acomodar a própria dilatação e reter uma porcentagem dos gases de fissão, durante a operação do reator. Assim, um estudo desse tipo seria de extrema valia para o estabelecimento da densidade ótima, que deveria ter o material combustível no início de sua vida dentro do núcleo do reator.

c) Determinar a difusividade e a condutividade térmicas de materiais porosos, em atmosfera controlada, e numa

larga faixa de temperaturas. Neste trabalho, a difusividade térmica foi determinada na temperatura ambiente, e isso pode ter provocado alterações nas medidas. Em tais estudos poder-se-iam, inclusive, simular as condições de temperatura e pressão existentes dentro do núcleo do reator.

d) Determinar a difusividade e a condutividade térmicas direcionais em materiais porosos. Tal estudo seria de grande valia na determinação das condutividades térmicas axial e radial de pastilhas de materiais combustíveis sinterizados (UO_2 e ThO_2).

Apêndice A - PROGRAMAS AUXILIARES

Os programas utilizados neste trabalho foram escritos para um Computador PDP-11/45 da firma Digital Equipment Corporation - EUA, em linguagem FORTRAN IV.

A.1. - Programa DIFTER para leitura do Transiente de Temperatu ra

Esse programa é uma modificação do programa CROMA 1, desenvolvido anteriormente para a leitura de dados, em testes efetuados com um Cromatógrafo à Gás.

Com o programa DIFTER, se faz a leitura do sinal do termopar, já convertido em uma sequência de pontos pelo Conversor Analógico-Digital. Esses pontos permanecem armazenados na memória (disco) do computador. Basicamente, as modificações feitas no programa CROMA 1, serviram para que ele pudesse ser utilizado com a subrotina AJUST1. Uma das modificações, foi introduzir como dado de entrada o número de pontos lidos, e a serem armazenados na memória do computador. Assim, podia-se escolher o número necessário e suficiente de pontos para determinar a difusividade térmica. A escolha desse número de pontos depende, entretanto, do tempo gasto desde o disparo do feixe de Laser até que a máxima temperatura (T_{max}) seja atingida na face posterior da amostra-alvo. Esse tempo pode ser determinado na tela de um osciloscópio.

Por outro lado, o sinal do termopar converte-se numa sequência de pontos, devido ao número de pulsos enviados pe

lo Oscilador de Pulsos ao Conversor Analógico-Digital. Nos experimentos realizados esse número de pulsos permaneceu constante e igual à 100 pulsos/s.

Assim, o número de leituras desejado, era determinado pela divisão da duração do transiente (em segundos), lida na escala horizontal do osciloscópio pelo sinal de saída do Oscilador de Pulsos, 1000 pulsos/s.

Outra modificação feita no programa CROMA 1 foi introduzir, também, como dado de entrada, o valor do passo entre os pontos experimentais, a ser usado no processamento. Assim, com passo igual a 1, levaram-se em consideração todos os pontos lidos; com passo igual a 2, tomava-se um ponto sim, um ponto não, e assim por diante.

A.2. - Programa AJUST1 para o ajuste dos Dados Experimentais

Esse programa determina o valor da difusividade térmica, ajustando a função dada pela equação (3.3), aos pontos experimentais.

Dados de Entrada:	Símbolo em FORTRAN
a) Estimativa inicial para a difusividade térmica (cm^2/s)	(A0);
b) Espessura da amostra (cm)	(E);
c) Número de pontos experimentais	(N);
d) Intervalo de tempo entre os pontos (s)	(DT);
e) Número de termos nas somatórias	(M);

Sequência de execução do programa:

- a) Leitura dos pontos experimentais armazenados no disco;
- b) Cálculo dos desvios médios quadráticos - "DMQ";
- c) Cálculo dos pontos ajustados.

Após a leitura dos pontos experimentais, com o valor inicial α_0 , calcula-se o DMQ, com a equação (3.4), dividida por N. Com o mesmo valor α_0 , calcula-se $\Delta\alpha$ com a equação (3.5). Se o $\Delta\alpha$ obtido for maior do que 10^{-6} , (valor máximo adotado para $\Delta\alpha$), calcula-se, com $\alpha'_0 = \alpha_0 + \Delta\alpha$, um novo $\Delta\alpha$, e assim sucessivamente, até a obtenção de um $\Delta\alpha$ que seja menor ou igual a 10^{-6} . Neste ponto, o último valor dado a α_0 , corresponderá a difusividade térmica procurada. A rigor, o valor final da difusividade térmica deveria ser $\alpha = \alpha_0 + \Delta\alpha$, sendo α_0 e $\Delta\alpha$ os valores obtidos na última iteração. Isso entretanto, não é feito porque α_0 é da ordem de 10^{-2} e $\Delta\alpha$ é da ordem de 10^{-6} , podendo ser desprezado em relação a α_0 . Finalmente, calculam-se os pontos ajustados com a equação (3.3).

Dados de Saída:

- a) Difusividade térmica (cm^2/s);
- b) Desvios médios quadráticos;
- c) Pontos ajustados.

A.3. - Programa CONTER para o cálculo da Condutividade Térmica Relativa

Esse programa calcula a condutividade térmica relativa para as equações de correção de Loeb (modificada ou sim

plificada), Russell, Eucken e Murabayashi.

<u>Dados de Entrada:</u>	Símbolo em FORTRAN
a) Fator de correção η para a equação de Murabayashi	(E);
b) Fator de correção β para a equação de Loeb	(B);
c) Condutividade térmica do ar (ou gás) contido no poro	(CA);
d) Condutividade térmica da parte sólida do material poroso	(CT);
e) Porosidade teórica para correção (%)	(PT).

Dados de Saída

- a) Condutividade térmica relativa em função da porosidade.

A.4. - Programa BETA para cálculo do Fator de Correção da Equação Modificada de Loeb

Esse programa determina o valor de β da equação modificada de Loeb, fazendo um ajuste dessa equação aos valores obtidos experimentalmente para a condutividade térmica.

<u>Dados de Entrada:</u>	Símbolo em FORTRAN
a) Estimativa inicial para o fator β	(B0);
b) Condutividades térmicas das amostras	(CM(I));
c) Condutividade térmica teórica	(CT);
d) Porosidade das amostras (%)	(PA(I));
e) Porosidade teórica para correção (%)	(PT);

f) Número de pontos experimentais (N).

Dados de Saída:

- a) Fator de correção β ;
- b) Desvios médios quadráticos;
- c) Pontos ajustados.

A.5. - Programa ETA para o cálculo do Fator de Correção da Equação de Murabayashi

Esse programa determina o valor de η na equação de Murabayashi, fazendo um ajuste dessa equação aos valores obtidos experimentalmente para a condutividade térmica.

Dados de Entrada:

Símbolo
em
FORTRAN

- a) Estimativa inicial para o fator η (EØ);
- b) Condutividades térmicas das amostras (CM(I));
- c) Condutividade térmica teórica (CT);
- d) Porosidade das amostras (%) (PA(I));
- e) Porosidade teórica para correção (%) (PT);
- f) Número de pontos experimentais (N).

Dados de Saída:

- a) Fator de correção η ;
- b) Desvios médios quadráticos;
- c) Pontos ajustados.

A.6.- Listagens dos programas DIFTER, AJUST1, CONTER, BETA e ETA


```

SCALE=10./ (2.**IGAN)
I=0
I=I+1
CALL ADF(2,1,0,IGAN,ICAN,0,IBUF(I),0,0,STS)
CALL ADFRDY
IF(I.GE.NUM)GO TO 100
GO TO 90
NU=NUM/K
DO 110 I=1,NU
J=I*K
W=(FLOAT(IBUF(J))/4096.)*SCALE
Y(I)=W
CONTINUE
DO 130 I=1,NU
WRITE(4,120,END=140)Y(I)
FORMAT(F8.5)
CONTINUE
CALL CLOSE(4)
WRITE(6,150)
FORMAT(1X,'OS PONTOS SERAO IMPRESSOS: SIM(S) OU NAO(N) ?')
CALL BELL
READ(6,40)C
IF(C(1).EQ.'123')GO TO 160
IF(C(1).EQ.'116')GO TO 190
WRITE(5,170)
FORMAT(1X,'/,20X,'** PONTOS EXPERIMENTAIS **',//)
WRITE(5,180)(Y(I),I=1,NU)
FORMAT(1X,8(1X,F7.4))
WRITE(6,200)
FORMAT(/,1X,'OS PONTOS SERAO AJUSTADOS:SIM(S) OU NAO(N)?')
CALL BELL
READ(6,40)C
IF(C(1).EQ.'123')GO TO 210
IF(C(1).EQ.'116')GO TO 220
CALL AJUST1(NUM)
STOP
END
210
220

```

```

C      SUBROUTINE AJUST1(M)
PROGRAMA #1 PARA AJUSTE DE DADOS EXPERIMENTAIS
LOGICAL*1 C(72)
DIMENSION B(5), T(1000), H1(50), S01(50), D501(50), FUNDAT(1000)
DIMENSION D(2)
COMMON Y(1000)
WRITE (6,10)
10  FORMAT(15X, '*** AJUSTE DOS PONTOS EXPERIMENTAIS ***',/)
15  WRITE(6,20)
20  FORMAT(1X, 'DE QUE MATERIAL E FEITA A AMOSTRA ?')
CALL BELL
30  READ(6,30)(D(I), I=1,2)
    FORMAT(2A4)
40  WRITE(6,40)
    FORMAT(1X, 'QUAL O NUMERO E A POROSIDADE DA AMOSTRA ?')
CALL BELL
50  READ (6,50)C
    P = 0
    CALL INTFF(P,C,72,NAMOST)
    CALL REALFF(P,C,72,POROS)
60  WRITE (6,50)
    FORMAT(1X, 'QUAIS OS VALORES DE AB,E,N,M,DT ? ',/)
CALL BELL
70  READ (6,60)C
    FORMAT (72A1)
    P=0
    DO 70 K=1,5
    CALL REALFF(P,C,72,B(K))
    CONTINUE
    "H1(1)" E A ESTIMATIVA INICIAL PARA A DIFUSIVIDADE TERMICA
    LCM2/SEG]
    H1(1)=B(1)
    "E" E A ESPESURA DA AMOSTRA - LCM]
    E =B(2)
    "N" E O NUMERO DE PONTOS EXPERIMENTAIS

```

```

      N = B(3)
      "M" E O NUMERO DE TERMOS NAS SOMATORIAS
      M = B(4)
      "DT" E O INTERVALO DE TEMPO ENTRE CADA PONTO - [SEG.]
      DT = B(5)
      NI=1
      C  LEITURA DOS PUNTOS EXPERIMENTAIS ARMAZENADOS NO DISCO
      DO 90 I=1,N
      READ(4,80,END=100)Y(I)
      80  FORMAT(F8.5)
      90  CONTINUE
      C  VERIFICACAO DO VALOR MAXIMO DO TRANSIENTE DE TEMPERATURA
      100  YMAX = Y(1)
      DO 110 I=2,N
      110  IF (Y(I).GE. YMAX) YMAX=Y(I)
      CONTINUE
      C  CALCULO DOS DESVIOS MEDIOS QUADRATICOS -"DMQ"
      PI = 3.14159
      H2 = E*E
      F = PI*PI/H2
      H0=H1(NI)
      DMQ=0
      DO 140 I=1,N
      SOMAT = 0
      T(I) = FLOAT(I)*DT
      DO 130 J=1,M
      SOMAUX=(-1.)**J*DEXP(-FLOAT(J*J)*F*H0*T(I))
      SOMAT= SOMAT + SOMAUX
      130  CONTINUE
      FUNC = (SOMAT+2. +1.)*YMAX
      SOMAUX = ((FUNC-Y(I))/YMAX)**2.)/N
      DMQ = DMQ + SOMAUX
      140  CONTINUE
      C  CALCULO DO INCREMENTO DO PARAMETRO ALFA - "DEALFA"

```

```

SUMAT3 = 0
SUMAT4 = 0
DO 160 I=1,N
SUMAT1 = 0
SUMAT2 = 0
T(I) = FLOAT(I)*DT
DU 150 J=1,M
SUMAU1=(-1.)*J*DEXP(-FLOAT(J*J)*F*H0*T(I))
SUMAT1 =SUMAT1+SUMAU1
SUMAU2=FLOAT(J*J)*(-1.)*J*DEXP(-FLOAT(J*J)*F*H0*T(I))
SUMAT2=SUMAT2 + SUMAU2
CONTINUE
SUMAU3=(SUMAT1*2. +1. -Y(I)/YMAX)*SUMAT2*F*T(I)*2.
SUMAT3 = SUMAT3 + SUMAU3
SUMAU4=F*T(I)*2. *F*T(I)*2. *SUMAT2*SUMAT2
SUMAT4=SUMAT4 + SUMAU4
CONTINUE
DEALFA = SUMAT3/SUMAT4
S01(N1)=DM0
DS01(N1)=DEALFA
IF(ABS(DEALFA).LE. .000001) GO TO 180
IF(N1.GE. 50) GO TO 170
A1(N1+1)=A1(N1) + DEALFA
N1=N1+1
GO TO 120
170 WRITE(S,350)
WRITE(S,340)A1(N1),S01(N1),DS01(N1)
GO TO 15
C REGISTRO DOS DADOS DE ENTRADA
180 WRITE(S,210)
WRITE(S,220) A1(1)
WRITE(S,230) E
WRITE(S,240) DT
WRITE(S,250) N
WRITE(S,260) M

```

```

WRITE(5,270)
WRITE(5,280) (D(I),I=1,2)
WRITE(5,290) NAMUST
WRITE(5,300) POROS
C   REGISTRO DO VALOR MAXIMO DO TRANSIENTE DE TEMPERATURA - YMAX
WRITE(5,305) YMAX
C   REGISTRO DOS RESULTADOS DO AJUSTE
WRITE(5,310)
WRITE(5,320) H1(NI)
WRITE(5,330) DMQ
WRITE(6,190)
190  FORMAT(1X,'OS PONTOS SERAO CALCULADOS : SIM(S) OU NAO(N) ?')
CALL BELL
READ(6,60)C
IF(C(1).EQ.'123') GO TO 200
IF(C(1).EQ.'116') GO TO 380
C   CALCULO DOS PONTOS AJUSTADOS
200  A = H1(NI)
DO 202 I=1,N
SOMAT = 0
T(I) = FLOAT(I)*DT
DO 201 J=1,M
SOMATX=(-1.)**J*DEXP(-FLOAT(J)*J)**F**A*T(I)
SOMAT = SOMAT + SOMATX
201  CONTINUE
FUNCAJ(I) = (SOMAT*2.+1.)*YMAX
202  CONTINUE
C   REGISTRO DOS PONTOS AJUSTADOS
WRITE(5,360)
WRITE(5,370)(FUNCAJ(I),I=1,N)
FORMAT(20X,'***DADOS DE ENTRADA***',//)
210  FORMAT(10X,'ESTIMATIVA INICIAL PARA ALFA :   A0 = ',F5.3,/)
220  FORMAT(10X,'ESPESSURA DA AMOSTRA :       E = ',F5.3,/)
230  FORMAT(10X,'INTERVALO TEMPO ENTRE PONTOS:  DT = ',F5.3,/)
240  FORMAT(10X,'NUMERO DE PONTOS EXPERIMENTAIS : N = ',I4,/)
250

```

```

260  FORMAT(10X, 'NUMERO DE TERMOS NAS SOMATORIAS : M = ', I1, '//)
270  FORMAT(15X, ' *** CALCULO DA DIFUSIVIDADE TERMICA ***', '//)
280  FORMAT(10X, 'PASTILHA : OXIDO DE ', 2R4, '/')
290  FORMAT(10X, 'AMOSTRA # ', I2, '//)
300  FORMAT(10X, 'POROSIDADE = ', F5.2, '//)
305  FORMAT(10X, 'VALOR MAX. TRANSIENTE = ', F6.4, ' C', '//)
310  FORMAT(20X, ' *** RESULTADOS DO AJUSTE ***', '//)
320  FORMAT(10X, 'DIFUSIVIDADE TERMICA : ALFA = ', F6.4, ' CM2/SEG', '//)
330  FORMAT(10X, 'DESVIOS MEDIOS QUADRATICOS = ', F7.5, '//)
340  FORMAT(1X, 3(10X, F7.5))
350  FORMAT(1X, 'NUMERO DE ITERACOES MUITO MAIOR QUE O ESPERADO')
360  FORMAT(1X, '//, 20X, ' ***PONTOS AJUSTADOS***', '//)
370  FORMAT(1X, 8(1X, F7.4))
380  CONTINUE
      RETURN
      END

```

```

C   PROGRAMA "CONTER" PARA CALCULO DA CONDUTIVIDADE TERMICA RELATIVA
C   DAS EQUACOES DE RUSSELL, EUCKEN, LOEB E MURABAYASHI
DIMENSION A(5)
LOGICAL*1 C(72)
CALL ERASE
WRITE(6,10)
10  FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE E, B, CA, CT, PT ?',/)
CALL BELL
READ(6,20) C
20  FORMAT(72A1)
P = 0
DO 30 J=1,5
CALL REALFF(F,C,72, A(J))
30  CONTINUE
" E " E O PARAMETRO DE CORRECAO ETA
E = A(1)
" B " E O FATOR DE CORRECAO BETA
B = A(2)
"CA" E A CONDUTIVIDADE TERMICA DO AR OU GAS
CA = A(3)
"CT" E A CONDUTIVIDADE TERMICA DO SOLIDO
CT = A(4)
"PT" E A POROSIDADE TEORICA P/ CORRECHO
PT = A(5)
CALCULO DA RELACAO ENTRE AS CONDUTIVIDADES - " R "
R = CT/CA
REGISTRO DOS DADOS DE ENTRADA
WRITE(5,41)
WRITE(5,42) E
WRITE(5,43) B

```

```

WRITE(5,44) CA
WRITE(5,45) CT
WRITE(5,46) PT
WRITE(5,47)
DO 40 I=1,100
P0 = FLOAT(I)*.01
EU1 = 1. + (P0 + P0)*((1. - R)/(R + R + 1.))
EU2 = 1. - P0*((1. - R)/(R + R + 1.))
EUCKEN = EU1/EU2
RU1 = P0**(.667 + R*(1. - P0**(.667)
RU2 = P0**(.667 - P0 + R*(1. - P0**(.667 + P0)
RUSSEL = RU1/RU2
XLOEB = 1. - B*P0
XMURA = ((2. -3.*P0*E-3.*P0*P0*(1.-E))*(1.-P0))/(2.+P0)
POROS = IFIX(P0*100. + PT)
WRITE(5,50) POROS, EUCKEN, RUSSEL, XLOEB, XMURA
CONTINUE
FORMAT(15X,'*** CONDUTIVIDADE TERMICA RELATIVA ***',//)
FORMAT(10X,'PARAMETRO DE CORRECAO :      ETA = 'F5.2,/)
FORMAT(10X,'FATOR DE CORRECAO :          BETA = 'F5.2,/)
FORMAT(10X,'CONDUTIVIDADE TERMICA DO AR OU GAS : CA = 'F5.3,/)
FORMAT(10X,'CONDUTIVIDADE TERMICA DO SOLIDO : CT = 'F5.3,/)
FORMAT(10X,'POROSIDADE TEORICA P/ CORRECAO: PT = 'F5.2,/)
FORMAT(5X,'POROS. (%)',4X,'EUCKEN',9X,'RUSSELL',9X,'XLOEB',8X,
'MURABAYASHI',//)
FORMAT(5X,F3.0,4(10X,F5.3))
STOP
END

```

40
41
42
43
44
45
46
47
50

```

C
C
PROGRAMA "BETA" PARA CALCULO DO FATOR DE CORRECAO DA
EQUACAO MODIFICADA DE LOEB
LOGICAL*1 C(72)
DIMENSION PO(12), CM(12), B1(20), S01(20), D501(20), PA(12)
DIMENSION A(3), B(12), D(2), E(12), Y(12), FUNCAJ(12)
CALL ERASE
WRITE(6,10)
FORMAT(1X,'QUAL O MATERIAL UTILIZADO?',/)
CALL BELL
10 READ(6,20) (D(I), I=1,2)
FORMAT(2A4)
20 WRITE(6,25)
FORMAT(1X,'QUAL O NUMERO DE PONTOS "N" ?',/)
CALL BELL
READ(6,40) C
P = 0
CALL INTFF(P,C,72,N)
WRITE(6,30)
30 FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE PA(I) ?',/)
C "PA(I)" SAO OS VALORES DA POROSIDADE DAS AMOSTRAS
CALL BELL
READ(6,40) C
FORMAT(72A1)
40 P = 0
DO 50 I=1,N
CALL REALFF(P,C,72,B(I))
50 CONTINUE
WRITE(6,60)
60 FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE CM(I) ?',/)
C "CM(I)" SAO OS VALORES DA CONDUTIVIDADE TERMICA MEDIDA

```

```

CALL BELL
READ(6,40) C
P = 0
DO 70 I=1,N
CALL REALFF(P,C,72,E(I))
CONTINUE
70 DO 80 I=1,N
PA(I) = B(I)
CM(I) = E(I)
CONTINUE
80 WRITE(6,90)
85 FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE B0, CT, PT ?',/)
90 CALL BELL
READ(6,40) C
P = 0
DO 100 K=1,3
CALL REALFF(P,C,72,A(K))
CONTINUE
100 "B(1)" E A ESTIMATIVA INICIAL DO FATOR DE CORRECAO
C B1(1) = A(1)
C "CT" E A CONDUTIVIDADE TERMICA TEORICA EM [CAL/CM.S.C]
C CT = A(2)
C "PT" E A POROSIDADE TEORICA P/ CORRECAO
C PT = A(3)
C NI = 1
C CALCULO DOS DESVIOS MEDIOS QUADRATICOS - "DMQ"
110 B0 = B1(NI)
DMQ = 0
DO 120 I=1,N

```

```

120 PO(I) = (PA(I) - PT)/(100. - PT)
    FUNC1 = (1. - B0*PO(I))*CT
    DMGAUX = ((CM(I) - FUNC1)/CT)**2. )
    DMQ = DMQ + DMGAUX
    CONTINUE
    DMQ = DMQ/N
C   CALCULO DO INCREMENTO DO PARAMETRO BETA - "DEBETA"
    SOMAT1 = 0
    SOMAT2 = 0
DO 130 I=1,N
    Y(I) = CM(I)/CT
    PO(I) = (PA(I) - PT)/(100. - PT)
    SOMAU1 = (-PO(I))*(Y(I) - 1. + B0*PO(I))
    SOMAT1 = SOMAT1 + SOMAU1
    SOMAU2 = PO(I)*PO(I)
    SOMAT2 = SOMAT2 + SOMAU2
    CONTINUE
130 DEBETA = SOMAT1/SOMAT2
    S01(NI) = DMQ
    DS01(NI) = DEBETA
    IF (ABS(DEBETA).LE. .00001)GO TO 150
    IF (NI. GE. 20)GO TO 140
    B1(NI+1) = B1(NI) + DEBETA
    NI=NI+1
    GO TO 110
140 WRITE(6,290)
    WRITE(6,295)
    WRITE(6,300) B1(NI), S01(NI), DS01(NI)
    GO TO 85
    CALCULO DOS PONTOS AJUSTADOS

```

```

150      B2= B1<NI>
DO 155 I=1,N
FUNC = 0.
PO<I> = <PA<I> - PT>/<100. - PT>
FUNCAU = 1. - B2*PO<I>
FUNC = FUNC + FUNCAU
FUNCAJ<I> = FUNC
CONTINUE
155      REGISTRO DOS DADOS DE ENTRADA
WRITE<5,160>
WRITE<5,170><D<I>,I=1,2>
WRITE<5,180>
WRITE<5,190> B1<1>
WRITE<5,200> CT
WRITE<5,205> PT
WRITE<5,210> N
WRITE<5,220>
WRITE<5,230> <PA<I>,I=1,N>
WRITE<5,240>
WRITE<5,250> <CM<I>,I=1,N>
REGISTRO DOS RESULTADOS DO AJUSTE
WRITE<5,260>
WRITE<5,270> B1<NI>
WRITE<5,280> CMQ
C      REGISTRO DOS PONTOS AJUSTADOS
WRITE<5,310>
WRITE<5,320>
WRITE<5,330> <FUNCAJ<I>,I=1,N>
160      FORMAT<15X,'*** CALCULO DO FATOR DE CORRECAO ***',//>
170      FORMAT<10X,' MATERIAL DAS AMOSTRAS : OXIDO DE '2A4,///>

```

```

180 FORMAT(22X, ' ** DADOS DE ENTRADA **', //)
190 FORMAT(10X, ' ESTIMATIVA INICIAL PARA BETA:      B0 = 'F4.2, //)
200 FORMAT(10X, ' CONDUTIVIDADE TERMICA TEORICA : CT = 'F6.4, //)
205 FORMAT(10X, ' POROSIDADE TEORICA P/ CORRECAO: PT = 'F5.2, //)
210 FORMAT(10X, ' NUMERO DE PONTOS P/ O AJUSTE :      N = 'I2, //)
220 FORMAT(15X, ' POROSIDADES DAS AMOSTRAS (%)', //)
230 FORMAT(' ', 2(17X, 6(2X, F4.2), //))
240 FORMAT(/, 15X, ' CONDUTIVIDADES TERMICAS MEDIDAS-[CAL/CM. S. C] ', //)
250 FORMAT(' ', 2(17X, 6(2X, F6.4), //))
260 FORMAT(/, 20X, ' ** RESULTADOS DO AJUSTE **', //)
270 FORMAT(10X, ' FATOR DE CORRECAO : BETA = 'F4.2, //)
280 FORMAT(10X, ' DESVIO MEDIO QUADRATICO = 'F7.5, //)
290 FORMAT(1X, ' NUMERO DE ITERACOES EXCEDE O ESPECIFICADO', //)
295 FORMAT(1X, 9X, ' BETA', 10X, ' DM0', 8X, ' DEBETA', //)
300 FORMAT(1X, 3(5X, F10.6), //)
310 FORMAT(22X, ' ** PONTOS AJUSTADOS **')
320 FORMAT(26X, ' (NORMALIZADOS)', //)
330 FORMAT(1X, 12(1X, F4.2), //)
STOP
END

```

```

C
C
PROGRAMA "ETA" PARA CALCULO DO PARAMETRO DE CORRECAO DA
EQUACAO DE MURABAYASHI
LOGICAL*1 C(72)
DIMENSION PD(12), CM(12), B1(20), S01(20), DS01(20), PA(12)
DIMENSION A(3), B(12), D(2), E(12), Y(12), FUNCAJ(12)
DIMENSION S01(20), S02(20)
CALL ERASE
WRITE(6,10)
FORMAT(1X,'QUAL O MATERIAL UTILIZADO?',/)
CALL BELL
10 READ(6,20) (D(I), I=1,2)
FORMAT(2A4)
20 WRITE(6,25)
FORMAT(1X,'QUAL O NUMERO DE PONTOS "N" ?',/)
CALL BELL
READ(6,40) C
P = 0
CALL INTFF(P,C,72,N)
WRITE(6,30)
30 FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE PA(I) ?',/)
"PA(I)" SAO OS VALORES DA POROSIDADE DAS AMOSTRAS
CALL BELL
40 READ(6,40) C
FORMAT(72A1)
P = 0
DO 50 I=1,N
CALL REALFF(P,C,72,B(I))
50 CONTINUE
WRITE(6,60)
60 FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE CM(I) ?',/)

```

```

C      "CM(I)" SAO OS VALORES DA CONDUTIVIDADE TERMICA MEDIDA
      CALL BELL
      READ(6,40) C
      P = 0
      DO 70 I=1,N
      CALL REALFF(P,C,72,E(I))
      CONTINUE
70     DO 80 I=1,N
      PA(I) = B(I)
      CM(I) = E(I)
      CONTINUE
80     WRITE(6,90)
90     FORMAT(1X,'QUAIS OS VALORES DE E0, CT, PT ?',/)
      CALL BELL
      READ(6,40) C
      P = 0
      DO 100 K=1,3
      CALL REALFF(P,C,72,A(K))
      CONTINUE
100    "B(1)" E A ESTIMATIVA INICIAL DO PARAMETRO DE CORRECAO
      B1(1) = A(1)
      "CT" E A CONDUTIVIDADE TERMICA TEORICA EM [CAL/CM. S. C]
      CT = A(2)
      "PT" E A POROSIDADE TEORICA P/ CORRECAO
      PT = A(3)
      NI = 1
      CALCULO DOS DESVIOS MEDIOS QUADRATICOS - "DMQ"
      E0 = B1(NI)
      DMQ = 0
      DO 120 I=1,N

```

```

PO(I) = (PA(I) - PT)/(100. - PT)
FUNC1 = (2. - 3*PO(I))*E0 - 3.*PO(I)*PO(I)*(1. - E0)*(1. - PO(I))
FUNC2 = (2. + PO(I))
FUNC3 = (FUNC1/FUNC2)*CT
DMQAUX = ((CM(I) - FUNC3)/CT)**2. )
DMQ = DMQ + DMQAUX
CONTINUE
120 DMQ = DMQ/N
C CALCULO DO INCREMENTO DO PARAMETRO ETA - "DEETA"
SOMAT1 = 0
SOMAT2 = 0
DO 130 I=1,N
Y(I) = CM(I)/CT
PO(I) = (PA(I) - PT)/(100. - PT)
S01(I) = (6.*PO(I)**2 - 3.*PO(I) - 3.*PO(I)**3)/(2. + PO(I))
S02(I) = (3.*PO(I)**3 - 3.*PO(I)**2 - 2.*PO(I) + 2.)/(2. + PO(I))
SOMAU1 = (Y(I) - S01(I))*E0 - S02(I))*S01(I)
SOMAT1 = SOMAT1 + SOMAU1
SOMAU2 = S01(I)*S01(I)
SOMAT2 = SOMAT2 + SOMAU2
CONTINUE
130 DEETA = SOMAT1/SOMAT2
S01(NI) = DMQ
D501(NI) = DEETA
IF(ABS(DEETA).LE..00001)GO TO 150
IF(NI.GE.20)GO TO 140
B1(NI+1) = B1(NI) + DEETA
NI=NI+1
GO TO 110
140 WRITE(6,290)

```

```

WRITE(6,295)
WRITE(6,300) B1(NI),S01(NI),DS01(NI)
GO TO 85
C
150  CALCULO DOS PONTOS AJUSTADOS
      E2= B1(NI)
      DO 155 I=1,N
      FUNC = 0.
      PO(I) = (PA(I) - PT)/(100.-PT)
      FUNC4=(2.-3.*PO(I)*E2-3.*PO(I)*PO(I))*(1.-E2))*(1.-PO(I))
      FUNC5=(2. + PO(I))
      FUNCAU = FUNC4/FUNC5
      FUNC= FUNC + FUNCAU
      FUNCAJ(I)= FUNC
      CONTINUE
155  REGISTRO DOS DADOS DE ENTRADA
      WRITE(5,160)
      WRITE(5,170)(D(I),I=1,2)
      WRITE(5,180)
      WRITE(5,190) B1(1)
      WRITE(5,200) CT
      WRITE(5,205) PT
      WRITE(5,210) N
      WRITE(5,220)
      WRITE(5,230) (PA(I),I=1,N)
      WRITE(5,240)
      WRITE(5,250) (CM(I),I=1,N)
      REGISTRO DOS RESULTADOS DO AJUSTE
      WRITE(5,260)
      WRITE(5,270) B1(NI)
      WRITE(5,280) DMQ

```

```

C
REGISTRO DOS PONTOS AJUSTADOS
WRITE(5,310)
WRITE(5,320)
WRITE(5,330) (FUNCAJ(I), I=1, N)
FORMAT(15X, ' *** CALCULO DO PARAMETRO DE CORRECAO ***', //)
FORMAT(10X, ' MATERIAL DAS AMOSTRAS : OXIDO DE '2A4', //)
FORMAT(22X, ' ** DADOS DE ENTRADA **', //)
FORMAT(10X, ' ESTIMATIVA INICIAL PARA ETA:      E0 = 'F4.2, //)
FORMAT(10X, ' CONDUTIVIDADE TERMICA TEORICA : CT = 'F6.4, //)
FORMAT(10X, ' POROSIDADE TEORICA P/ CORRECAO: PT = 'F5.2, //)
FORMAT(10X, ' NUMERO DE PONTOS P/ O AJUSTE :      N = 'I2, //)
FORMAT(15X, ' POROSIDADES DAS AMOSTRAS (Z)', //)
FORMAT(' ', 2(15X, 6(2X, F4.2), //))
FORMAT(/, 15X, ' CONDUTIVIDADES TERMICAS MEDIDAS-[CAL/CM. S. C]', //)
FORMAT(' ', 2(15X, 6(2X, F6.4), //))
FORMAT(/, 20X, ' ** RESULTADOS DO AJUSTE **', //)
FORMAT(10X, ' PARAMETRO DE CORRECAO : ETA = 'F4.2, //)
FORMAT(10X, ' DESVIO MEDIO QUADRATICO      = 'F7.5, //)
FORMAT(1X, ' NUMERO DE ITERACOES EXCEDE O ESPECIFICADO', //)
FORMAT(1X, 9X, 'ETA', 10X, 'DMQ', 8X, 'DEETA', //)
FORMAT(1X, 3(5X, F10.6), //)
FORMAT(22X, ' ** PONTOS AJUSTADOS **')
FORMAT(26X, ' (NORMALIZADOS)', //)
FORMAT(1X, 12(1X, F4.2), //)
STOP
END

```

160
170
180
190
200
205
210
220
230
240
250
260
270
280
290
295
300
310
320
330

Apêndice B - ERRO EXPERIMENTAL

O erro experimental, que afetou as medidas de di fusividade e condutividade térmicas, realizadas neste trabalho, foi estimado, levando-se em conta as principais fontes de erro, que foram agrupadas da seguinte forma:

- (i) Erros introduzidos pelo procedimento de medida do transiente de temperatura;
- (ii) Erros associados ao pulso de energia radiante fornecido pelo raio Laser;
- (iii) Erros introduzidos pelo ajuste por mínimos quadrados;
- (iv) Erros na determinação da energia absorvida na face anterior da amostra.

B.1.- Erros introduzidos pelo procedimento de medida do tran siente de temperatura

Esses erros são:

- a) erro do termopar: $\pm 1^{\circ}\text{C}$ (36)
- b) erros da amplificação: $\pm 3\%$
- c) erro da Conversão Analógico Digital: $\pm 0,1\%$

Levando-se em conta esses erros, no processamento dos dados com o programa AJUST1, obteve-se um erro na medida da difusividade térmica de +0,49% e -1,13%.

B.2.- Erros associados ao pulso de energia radiante, fornecido pelo raio Laser

Esses erros são inerentes à Técnica de Pulso de Energia e podem ser divididos em dois tipos:

- a) erros devido a não uniformidade do pulso de energia;
- b) erros devido a não instantaneidade do pulso de energia.

O erro cometido na medida da difusividade térmica, pela não uniformidade do pulso de energia, foi investigado por alguns pesquisadores, entre eles, Beedham e Dalrymple (1970) (4). Segundo estes pesquisadores, esse erro está relacionado com a localização do termopar na face posterior da amostra. Para o termopar localizado no centro da face posterior da amostra, que é o caso deste trabalho, o erro na medida da difusividade térmica, associado a não uniformidade do pulso de energia, é de +4%.

O erro introduzido pela não instantaneidade do pulso de energia pode ser estimado com o auxílio de um procedimento simples de correção, desenvolvido por Heckman (1973) (26). Para o caso do presente trabalho, a aplicação deste procedimento levou a um erro de +1% na medida da difusividade térmica, devido a não instantaneidade do pulso de energia.

B.3.- Erros introduzidos pelo ajuste por Mínimos Quadrados

Uma estimativa desses erros é fornecida pelo programa AJUST1, para cada experimento. Entretanto, além do erro inerente ao processo de ajuste propriamente dito, deve-se levar em conta, também, o erro introduzido pela medida da espessura da amostra. A espessura das amostras foi medida, neste trabalho, com um micrometro Mitutoyo - modelo M110-25, com uma precisão de $\pm 0,01\text{mm}$. Apenas para exemplificar, no caso da amostra de Al_2O_3 , de espessura $0,151\text{cm}$ e com porosidade $45,4\%$, estimou-se, como associado ao ajuste por mínimos quadrados, um erro de $\pm 1,3\%$ na medida da difusividade térmica.

B.4.- Erros na determinação da energia absorvida na face anterior da amostra

Esses erros são:

- a) erro na medida da densidade da amostra padrão:
 $\pm 0,1\%$;
- b) erro associado a medida de T_{max} : $\pm 4,22\%$;
- c) erro na medida da espessura da amostra padrão:
 $\pm 0,01\text{mm}$.

A energia absorvida na face anterior da amostra padrão é calculada pela equação (4.1). Resolvendo essa equação com os valores da densidade, T_{max} e espessura da amostra afetados pelos seus respectivos erros chega-se a um erro na determinação da energia absorvida na face anterior da amostra, de $+5,30\%$ e $-5,46\%$.

B.5.- Erros totais para a Difusividade e Condutividade Térmicas

O erro introduzido na determinação da difusividade térmica foi de +6,78% e -2,43%.

O erro introduzido na determinação da condutividade térmica foi de +6,84% e -3,49%.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANGSTROM, A.J. A new method of determining the thermal conductivity of solids. Annln. Phys., 64:513-30, 1861 apud ACTON, R.U. Recent developments in the measurement of thermal diffusivity. Albuquerque, N.M., Sandia Laboratories, Aug. 1971 (SC-DC-714213).
2. ASAMOTO, R.R.; ANSELIN, F.L.; CONTI, A.E. The effect of density on the thermal conductivity of uranium dioxide. J. nucl. Mater., 29:67-81, 1969.
3. BAKER, D.E. Thermal conductivity of irradiated graphite by a rapid thermal-pulse method. J. nucl. Mater., 12(1): 120-24, 1964.
4. BEEDHAM, K. & DAIRYMPLE, I.P. The measurement of thermal diffusivity by the flash method: an investigation into errors arising from the boundary condiction. Rev. Int. Hautes Temp. Réfract., 7:278-83, 1970.
5. BELLE, J.; BERMAN, R.M.; BOURGEOIS, W.F.; COHEN, I.; DANIEL, R.C. Thermal conductivity of bulk oxide fuels. Pittsburgh, Pa., Westinghouse Electric Corp., 1967. (WAPD-TM-586).
6. BELLE, J. & LUSTMAN, B. Properties of uranium dioxide. In: U.S. ATOMIC ENERGY COMISSION. Fuel elements: conference on ... held ... in Paris, 18-23 November 1957, v.2. Washington, D.C., 1958. p.442-515.
7. BIANCHERIA, A. The effect or porosity on thermal conductivity of ceramic bodies. Trans. Am. nucl. Soc., 9:15, 1966.
8. BRAILSFORD, A.D. & MAJOR, K.G. The thermal conductivity of aggregates of several phases, including porous materials. Br. J. appl. Phys., 15:313-19, 1964.

- effects in the flash method for measuring thermal diffusivity. J. appl. Phys., 34(7):1909-13, Jul. 1963.
10. CHAKRABORTY, S. Modified non linear least squares fit program: internal report. Würenlingen, Swiss Federal Institut of Reactor Research, 1973. (TM-PH-455).
 11. CHARVAT, F.R. & KINGERY, W.D. Thermal conductivity: XIII, effect of microstructure on conductivity of single phase ceramics. J. Am. Ceram. Soc., 40(9):306-15, 1957.
 12. CHIOTTI, P. & CARLSON, O.N. Semi-annual hanford slug report. Washington, D.C., U.S. Atomic Energy Commission, Rept. ISC-709, 1956. p.1-23 apud TOULOUKIAN, Y.S.; POWELL, R.W.; HO, C.Y.; NICOLAOU, M.C. Thermal diffusivity. New York, N.Y., Plenum, 1973. p.85. (TPRC data series, v.10).
 13. COSTA, G.J.S. Efeitos de perdas de calor na determinação da difusividade térmica pela técnica de pulso de energia. São Paulo, 1977. (Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica. Universidade de São Paulo).
 14. COWAN, D. Pulse method of measuring thermal diffusivity at high temperatures. J. appl. Phys., 34(4):926-7, Apr. 1963.
 15. CRAEYNEST, J.C. van & STORA, J.P. Effet de la porosité sur la variation de conductibilité thermique du bioxide d'uranium en fonction de la température. J. nucl. Mater., 37:153-8, 1970.
 16. CUTLER, M. & CHENEY, G.T. Heat wave methods for the measurement of thermal diffusivity. J. appl. Phys., 34(7):1902-9, Jul. 1963.
 17. DEEM, H.W. & WOOD, W.D. Flash thermal diffusivity measurement using a laser. Rev. Scient. Instrum., 33(10):1107-9, Oct. 1962.

18. DI NOVI, R.A. Application of the pulse method to a specific heat and density independent measurement of thermal conductivity: extension of the method to very small specimens. J. Phys. E. Scientific Instruments, 1:379-82, Apr. 1968.
19. EUCKEN, A. Thermal conductivity of refractory materials: calculation from thermal conductivity of constituents. Forsch. Gebiete Ingenieurw, B3(353):16, 1932 apud Ceram. Abstr., 11(11):576, 1932.
20. FERRO, C.; PATIMO, C.; PICONI, C. Thermal diffusivity of mixed ($\text{Th}_{1-x}\text{U}_x$) oxides and some materials to be used as reference in range 650-2700 K. J. nucl. Mater., 43:273-6, 1972.
21. FLETCHER, R. A modified Marquart subroutine for non linear least square. Harwell, Berks, Atomic Energy Research Establishment, 1971. (AERE-R6799).
22. FRANCL, J. & KINGERY, W.D. Thermal conductivity: IX, Experimental investigation of effect of porosity on thermal conductivity. J. Am. Ceram. Soc., 37(2):99-107, 1954.
23. FREUND, J.E.; LIVERMORE, P.E.; MILLER, I. Manual of experimental statistics., Englewood Cliffs, N.J., Prentice-Hall, 1962.
24. FRICKE, H. A mathematical treatment of the electric conductivity and capacity of disperse systems. Phys. Rev., 24:575-8, 1924.
25. GEBHART, B. Heat Transfer. New York, N.Y., McGraw-Hill, 1961.
26. HECKMAN, R.C. Finite pulse time and heat loss effects in pulse thermal diffusivity measurements. J. appl. Phys., 44(4):1455-60, Apr. 1973.

27. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY Thermal conductivity of uranium dioxide: report of the panel on ... held in Vienna, 26-30 April 1965. Vienna, 1966. (Technical Reports series, 59).
28. JAKOB, M. & GEORGE, A.H. Elements of heat transfer and insulation. 2.ed. New York, N.Y., Wiley, 1954. p.168-86.
29. JENKINS, R.J. & WESTOVER, R.W. Thermal diffusivity of stainless-steel from 20 to 1000°C. J. chem. Engng. Data, 7(3):434-37, Jul. 1962.
30. JOHNSON, J.R. & SOWMAN, H.G. Thermal conductivity. In: BELLE, J., ed. Uranium dioxide: properties and nuclear applications. Washington, D.C., U.S. Atomic Energy Commission, 1961. p.321-42.
31. KIKUCHI, T.; TAKAHASHI, T.; NASU, S. Porosity dependence of thermal conductivity of uranium mononitride. J. nucl. Mater., 45:284-92, 1972/1973.
32. KING, R.W. A method of measuring heat conductivities. Phys. Rev., 6(6):437-45, 1915.
33. KINGERY, W.D. & MCQUARRIE, M.C. Thermal conductivity: I, Concepts of measurements and factors affecting thermal conductivity of ceramic materials. J. Am. Ceram. Soc., 37(2):67-72, 1954.
34. KINGERY, W.D.; ROSS, A.M.; BELLE, J. Thermal conductivity. In: BELLE, J., ed. Uranium dioxide: properties and nuclear applications. Washington, D.C., U.S. Atomic Energy Commission, 1961. p.177-89.
35. KOBAYASHI, K. & KUMADA, T. A method measuring thermal diffusivity of a small solid disk by step wise heating. Tohoku Univ. Tech. Rept., Japan, 33(2):169-86, 1968 apud TOULOUKIAN, Y.S.; POWELL, R.W.; HO, C.Y.; NICOLAOU, M.C. Thermal diffusivity. New York, N.Y., Plenum, 1973. p.403. (TPRC data series, v.10).

36. LACROIX, R. Couples thermoélectriques et mesure des températures. In: DEBAENE, J. & DEMARLES, F. Techniques de l'ingénieur: mesures et controle, v.3. Paris, Techniques de L'ingénieur, 1972. ref.2590, p.1-19. .
- *37. LARSON, K.B. & KOYAMA, K. Correction for finite pulse time effects in very thin samples using the flash method of measuring thermal diffusivity. J. appl. Phys., 38(2): 465-74, Feb. 1967.
38. LITTLECHILD, J.E. & BUTLER, G.G. The specification and quality control of UO_2 , fuel pellet microstructure to ensure density stability and low moisture content. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. Nuclear fuel quality assurance: proceeding of a seminar on ... held ... in Oslo, 24-27 May 1976, Vienna, 1976. p.207-21.
39. LOEB, A.L. Thermal conductivity: VIII, a theory of thermal conductivity of porous materials. J. Am. Ceram. Soc., 37(2):98-9, 1954.
40. MACHADO, E.L. Determinação da relação O/U em óxidos de urânio. São Paulo, 1976. (Dissertação de mestrado. Instituto de Energia Atômica).
41. MACEWAN, J.R.; STOUTE, R.L.; NOTLEY, M.J.F. Effect of porosity on the thermal conductivity of UO_2 . J. nucl. Mater., 24:109-12, 1967.
42. MARINO, G.P. The porosity correction factor for the thermal conductivity of ceramic fuels. J. nucl. Mater., 38:178-90, 1971.
43. MAXWELL, J.C. A treatise on electricity and magnetism, v.1. 3.ed. New York, N.Y., Dover, 1954. p.440. .
44. McCLELLAND, J.D. & PETERSEN, L.O. The effect of porosity on the thermal conductivity of alumina. Canoga Park, Ca., Atomics International, 1960. (NAA-SR-6473).

45. MENDELSON, A.R. The effect of heat loss on the flash of determining thermal diffusivity. Appl. Phys. Lett., 2(1):19-21, Jan. 1963.
46. MOSER, J.B. & KRUGER, O.L. Development of thermal diffusivity for ceramic materials. U.S. Atomic Energy Commission, Rept. ANL-7000, 1964. p.106-10 apud TOULOUKIAN, Y.S.; POWELL, R.W.; HO, C.Y.; NICOLAOU, M.C. Thermal diffusivity. New York, N.Y., Plenum, 1973. p.383. (TPRC data series, v.10).
47. MOSER, J.B. & KRUGER, O.L. Heat pulse measurements on uranium compounds. J. nucl. Mater., 17:153. 1965.
48. MOSER, J.B. & KRUGER, O.L. Thermal conductivity and heat capacity of the monocarbide, monophosphide, and monosulfide of uranium. J. appl. Phys., 38(8):3215-22, 1967.
49. MOSER, J.B. & KRUGER, O.L. Thermal conductivity and heat capacity of the monophosphide and monosulfide of plutonium. J. Am. Ceram. Soc., 51(7):369-72, 1968.
50. MURABAYASHI, M.; NAMBA, S.; TAKAHASHI, Y.; MUKAIBO, T. Thermal conductivity of ThO₂-UO₂ system. J. nucl. Sci. Technol., 6(3):128-31, Mar. 1969.
51. MURABAYASHI, M.; TAKAHASHI, Y.; MUKAIBO, T. Effect of porosity on the thermal conductivity of ThO₂. J. nucl. Sci. Technol., 6(11):657-62, Nov. 1969.
52. MURABAYASHI, M.; TAKAHASHI, Y.; MUKAIBO, T. Measurement of heat capacity at high temperatures by laser flash method (heat capacity of alumina). J. nucl. Sci. Technol., 7(6):312-6, Jun. 1970.
53. MURCH, G.E. & THORN, R.J. The mechanism of oxygen diffusion in near stoichiometric uranium dioxide. J. nucl. Mater., 71:219-26, 1978.

54. NALIMOV, V.V. The application of mathematical statistics to chemical analysis. Oxford, Pergamon, 1963. p.47-53.
55. NAMBA, S.; KIM, P.H.; ARAI, T.; KIKUCHI, T. Measurements of thermal diffusivity by laser pulse. Jap. J. appl. Phys., 6(8):1019, Aug. 1967.
56. NASU, S. & KIKUCHI, T. Thermal diffusivity of UN from 20 to 1000°C by laser pulse method. J. nucl. Sci. Technol., 5(6):318-9, 1968.
57. PARKER, W.J.; JENKINS, R.J.; BUTLER, C.P.; ABBOTT, G.L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity. J. appl. Phys., 32(9):1679-84, Sept. 1961.
58. PARKER, W.J. & JENKINS, R.J. Thermal conductivity measurements on bismuth telluride in the presence of a 2 MeV electron beam. Adv. Energy Conversion., 2:87-103, 1962.
59. POWELL, R.W. The thermal conductivity of beryllia. Trans. Br. Ceram. Soc., 53:389-97, 1954.
60. RAHMAN, N.A. A course in theoretical statistics. London, Griffin, 1968. p.293.
61. ROBERTSON, J.A.L.; ROSS, A.M.; NOTLEY, M.J.F.; MACEWAN, J. R. Temperature distribution in UO₂ fuel elements. J. nucl. Mater., 7(3):225-62, 1962.
62. ROSS, A.M. The dependence of the thermal conductivity of uranium dioxide on density, microstructure, stoichiometry and thermal neutron irradiation. Chalk River, Atomic Energy of Canada Limited, 1960. (AECL-1060).
63. RUDKIN, R.L.; JENKINS, R.J.; PARKER, W.J. Thermal diffusivity measurements on metals at high temperatures. Rev. scient. Instrum., 33(1):21-4, Jan. 1962.

64. RUSSELL, H.W. Principles of heat flow in porous insulators. J. Am. Ceram. Soc., 18(1):1-5, 1935.
65. SANTOS, T.D.S.; HAYDT, H.M.; GENTILE, E.F.; AMBROZIO Fº, F.; QUADROS, N.F.de; FOGAÇA, Fº, N. Fabricação de pastilhas de UO_2 no IEA. Metalurgia São Paulo, 34(244):187-92, Mar. 1978.
66. SHANKS, H.R.; KLEIN, A.H.; DANIELSON, G.C. Thermal properties of Armco iron. J. appl. Phys., 38(7):2885-92, 1967 apud TOULOUKIAN, Y.S.; POWELL, R.W.; HO, C.Y.; NICOLAOU, M.C. Thermal diffusivity. New York, N.Y., Plenum, 1973. p.88. (TPRC data series, v.10).
67. SIDLES, P.H. & DANIELSON, G.C. Thermal diffusivity of metals at high temperatures. J. appl. Phys., 25(1):58-66, Jan. 1954.
68. SIEGEL, R. & HOWELL, J.R. Thermal radiation heat transfer. New York, N.Y., McGraw-Hill, 1972.
69. SPRINGER, J.R.; ELDRIDGE, E.A.; GOODYEAR, M.U.; WRIGHT, T.R.; LAGEDROST, J.F. Fabrication characterization, and thermal measurements of ThO_2-UO_2 fuel materials. Columbus, Ohio, Battelle Memorial Institute, 1967. (BMI-X-10210).
70. STARR, C. An improved method for the determination of thermal diffusivities. Rev. scient. Instrum., 8:61-4, Feb. 1937.
71. TAKAHASHI, Y.; MURABAYASHI, M.; AKIMOTO, Y.; MUKAIBO, T. Uranium monoxide: heat capacity and thermal conductivity from 298 to 1000°K. J. nucl. Mater., 38:303-8, 1971.
72. TAYLOR, R. An investigation of the heat pulse method for measuring thermal diffusivity. Br. J. appl. Phys., 16:509-15, Apr. 1965.
73. TAYLOR, R.E. & CAPE, J.A. Finite pulse time effects in the flash diffusivity technique. Appl. Phys. Lett., 5(10):212-3, Nov. 1964.

74. TAYLOR, R.E. & MORREALE, J. Thermal conductivity of titanium carbide, zirconium carbide and titanium nitride at high temperatures. J. Am. Ceram. Soc., 47:69-73, 1964.
75. TIMMERMANS, W.; VAN HECK-HENNEN, A.; GORLE, F.; DE BATIST, R. Sintering characterization of UO_2 powders. J. nucl. Mater., 71(2):256-67, Jan. 1978.
76. WALTER, A.J.; DELL, R.M.; BURGESS, P.C. The measurement of thermal diffusivity using a pulsed electron beam. Rev. Int. Hautes Temp. Refract., 7:271-7, 1970 apud TOULOUKIAN, Y.S.; POWELL, R.W.; HO, C.Y.; NICOLAOU, M. C. Thermal diffusivity New York, N.Y., Plenum, 1973. p.403. (TPRC data series, v.10).
77. WATT, D.A. Theory of thermal diffusivity by pulse technique. Br. J. appl. Phys., 17:231-40, Feb. 1966.
78. WHITE, J.L. & KOYAMA, K. Graphitic materials hot-worked with a dispersed liquid carbide: thermal and electrical conductivity. J. Am. Ceram. Soc., 51(7): 394-97, 1968.
79. WOISARD, E.L. Pulse method for measurement of thermal diffusivity of metals. J. appl. Phys., 32(1):40-5, Jan. 1961.
80. ZERKLE, R.D. & SUNDERLAND, J.E. The transient temperature distribution in a slab subject to thermal radiation. J. Heat Transfer, 87:117-33, Feb. 1965.