INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Análise das propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2
em base aquosa visando aplicações em reatores nucleares**

PRISCILA GOMES MOREIRA

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Reatores**

Orientador:

Prof. Dr. Marcelo da Silva Rocha

Coorientador:

Prof. Dr. Delvonei Alves de Andrade

**São Paulo
2020**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Análise das propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2
em base aquosa visando aplicações em reatores nucleares**

Versão Corrigida

Versão Original disponível no IPEN

PRISCILA GOMES MOREIRA

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Reatores**

Orientador:

Prof. Dr. Marcelo da Silva Rocha

Coorientador:

Prof. Dr. Delvonei Alves de Andrade

**São Paulo
2020**

*Aos meus pais, familiares e amigos.
Obrigada pelo apoio em todos os
momentos difíceis e todo o
encorajamento e carinho durante este
projeto. Dedico este trabalho a vocês,
sem vocês eu nada seria.*

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

MOREIRA, P. G. ***Análise das propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al₂O₃, TiO₂ e ZrO₂ em base aquosa visando aplicações em reatores nucleares.*** 2020. 188 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Moreira, Priscila Gomes

Análise das propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al₂O₃, TiO₂ e ZrO₂ em base aquosa visando aplicações em reatores nucleares / Priscila Gomes Moreira; orientador Marcelo da Silva Rocha; co-orientador Delvonei Alves de Andrade. -- São Paulo, 2020.

188 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Reatores) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2020.

1. Nanotecnologia. 2. Condutividade térmica. 3. Radiação ionizante. 4. Propriedades nanofluidos. 5. Reatores nucleares. I. Rocha, Marcelo da Silva, orient. II. Andrade, Delvonei Alves de, co-orient. III. Título.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Marcelo da Silva Rocha, por toda a paciência, confiança e amizade na orientação e incentivo na conclusão desse grande projeto da minha vida.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN-CNEN/SP), pela a oportunidade do curso, incentivo e capacitação.

Ao Centro de Energia Nuclear (CEN), na pessoa do Prof. Dr. Alfredo Alvim por abrir uma porta para esse novo mundo de sabedoria.

Aos Profs. Dr. Luis Terremoto e Dra. Dolores Ribeiro Ricci Lazar pelo direcionamento para a conclusão deste curso.

A amiga e Prof.^a. Me. Rosani Maria Libardi da Penha pelos conselhos e ajuda nessa caminhada.

Ao amigo e Prof. Me. Raimundo Ferreira Ignácio (Alemão) por me inspirar a percorrer o caminho da pesquisa e ensino.

Aos amigos Izabela Stefaniak, Me. Ivan Cordova Morales, Prof.^a Dra. Nádia Bou-Chacra, Prof.^a Dra. Denise Petri, Karina Pandelo e Me. Mirla Anali Bazán Henostroza pela ajuda no trabalho experimental cedendo equipamentos e tempo para me auxiliar na conclusão desta tese.

Ao ex-colega de trabalho e meu companheiro Rob Tidwell pela compreensão e apoio para que eu conseguisse concluir esse importante projeto.

“Eu nunca perco. Ou eu ganho ou aprendo.”

Nelson Mandela

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”

Madre Teresa de Calcutá

“Todo mundo é um gênio. Mas se você julgar um peixe pela sua habilidade de subir em árvores, ele viverá o resto de sua vida acreditando que é um idiota.”

Albert Einstein

“Seu tempo é limitado, então não percam tempo vivendo a vida de outro. Não sejam aprisionados pelo dogma – que é viver com os resultados do pensamento de outras pessoas. Não deixe o barulho da opinião dos outros abafar sua voz interior. E mais importante, tenha a coragem de seguir seu coração e sua intuição. Eles de alguma forma já sabem o que você realmente quer se tornar. Tudo o mais é secundário.”

Steve Jobs

MOREIRA; P. G. Análise das propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 em base aquosa visando aplicações em reatores nucleares. 2020. 188 f. Tese (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo 2020.

RESUMO

Esta dissertação apresenta as propriedades termofísicas dos nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 de medições de bancada e também por comparações com literatura. Estudos existentes indicam que os nanofluidos mostram cerca de 50% de aumento na condutividade térmica em relação ao fluido base que neste estudo será água, dessa forma, podem ser classificados como fluidos promissores para aplicações nucleares. As propriedades estudadas são: condutividade térmica, condutividade elétrica, densidade, viscosidade, tensão superficial e ângulo de contato de superfície e análises microscópicas. Como o propósito é usá-los em aplicações nucleares, o levantamento dessas medidas foi feito antes e depois a irradiação no irradiador multipropósito do IPEN uma fonte de ^{60}Co para estudar o efeito da radiação ionizante (gama) nas propriedades dos nanofluidos. Após as medições pode-se concluir que não houve grande variação das propriedades, por outro lado, as partículas se encontraram mais aglomeradas após a irradiação dando indícios que o pH da amostra pode ter sido alterado e assim alterando a eletrocinética entre as partículas.

Palavras chaves:

Nanotecnologia, nanofluidos, nanopartícula, condutividade térmica, condutividade elétrica, densidade, viscosidade, tensão superficial, ângulo de contato, reator nuclear, radiação ionizante.

MOREIRA; P. G. Analysis of thermo-physical properties of nanofluids of Al_2O_3 , TiO_2 and ZrO_2 aqueous base for nuclear reactor applications. 2020. 188 p. Master Thesis - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo 2020.

ABSTRACT

This dissertation presents the thermophysical properties of the Al_2O_3 , TiO_2 and ZrO_2 nanofluids from bench measurements and also by comparisons with literature. Existing studies indicate that nanofluids show about a 50% increase in thermal conductivity in relation to the base fluid, which in this study will be water, thus, they can be classified as promising fluids for nuclear applications. The studied properties are: thermal conductivity, electrical conductivity, density, viscosity, surface tension and surface contact angle and microscopic analysis. As the purpose is to use them in nuclear applications, the survey of these measures was done before and after the irradiation in the IPEN multipurpose irradiator, a ^{60}Co source to study the effect of ionizing radiation (gamma) on the properties of nanofluids. After the measurements, it can be concluded that there was no big variation in properties, on the other hand, the particles were more agglomerated after irradiation, indicating that the pH of the sample may have been altered and thus altering the electrokinetics between the particles.

Key words:

Nanotechnology, nanofluids, nanoparticle, thermal conductivity, electrical conductivity, density, viscosity, surface tension, contact angle, nuclear reactor, ionizing radiation.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Objetivos	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1	Condutividade térmica	19
2.2	Viscosidade	24
2.3	Densidade	28
2.4	Ângulo de contato	29
2.5	Análises Microscópicas	31
2.5.1	Microscopia Eletrônica	31
2.5.2	Análise de Rastreamento de Nanopartículas	33
2.6	Condutividade Elétrica	34
2.7	Síntese das nanopartículas	35
2.8	Sistema de remoção de calor residual em um reator nuclear	36
2.9	Cálculo da dose	38
2.10	Estabilidade das nanopartículas	42
2.11	Efeitos da irradiação	43
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	46
3.1	Preparação das amostras para medidas experimentais	46
3.1.1	Procedimento experimental para medidas de viscosidade	51
3.1.2	Procedimento experimental para medidas da densidade	53
3.1.3	Procedimento experimental para medidas de ângulo de contato	54
3.1.4	Procedimento experimental para medidas de microscopia eletrônica (NTA)	55
3.1.5	Procedimento experimental para medidas de condutividade elétrica	56
3.1.5	Procedimento experimental para medidas de condutividade térmica	57
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	57
4.1	Resultados Viscosidade antes da irradiação	57

4.2	Resultados Viscosidade após a irradiação	61
4.3	Resultados Densidade antes da irradiação.....	64
4.4	Resultados Densidade após a irradiação	65
4.5	Resultados Ângulo de Contato antes da irradiação	66
4.6	Resultados Ângulo de Contato após a irradiação	67
4.7	Resultados Análises Microscópicas antes da irradiação	67
4.7.1	Microscopia Eletrônica de Varredura	67
4.7.2	Análise de Rastreamento de Nanopartículas.....	71
4.8	Resultados Análises Microscópicas após a irradiação	80
4.8.1	Microscopia Eletrônica de Varredura	80
4.8.2	Análise de Rastreamento de Nanopartículas.....	80
4.9	Resultados Condutividade elétrica antes da irradiação.....	88
4.10	Resultados Condutividade elétrica após a irradiação	88
4.11	Resultados Condutividade térmica antes da irradiação	89
4.12	Resultados Condutividade térmica após a irradiação.....	98
4.12.1	Comparativos ZrO ₂	99
4.12.2	Comparativos TiO ₂	99
4.12.3	Comparativos Al ₂ O ₃	101
5	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	102
5.1	Viscosidade	102
5.2	Densidade	103
5.3	Ângulo de Contato.....	103
5.4	Análises Microscópicas.....	104
5.5	Condutividade elétrica	105
5.6	Condutividade térmica	105
5.7	Conclusão geral.....	106
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	108

Apêndice 1 – Análise de incerteza	117
Apêndice 2– Cálculos da Densidade	122
Apêndice 3– Imagens Ângulo de contato	126
Apêndice 4 – Resultados Condutividade Térmica – Amostras não irradiadas	132
Apêndice 5 – Resultados Condutividade Térmica – Amostras irradiadas	144
ANEXO 1 – Descrição técnica das nanopartículas adquiridas	147
ANEXO 2 – Relatório NTA NanoSight.....	175

1 INTRODUÇÃO

A transferência de calor em processos e sistemas de engenharia é comumente realizada por meio de fluidos de transporte. Diversos estudos são realizados objetivando-se aumentar a eficiência de tais processos de transferência de calor, aumentando assim a segurança e reduzindo custos de tais sistemas. A utilização dos fluidos de transferência de calor convencionais (água, ar, óleos e fluidos refrigerantes) é, em casos específicos, limitada, devido à baixa eficiência do fluido. Nos casos em que o fluido de transferência de calor deve ser altamente eficiente, como em sistemas com altos fluxos de calor, há a necessidade de se intensificar tal processo, e isso é feito por meio de aplicação de fluidos mais eficientes e/ou materiais. Os nanofluidos são fluidos muito promissores para tais aplicações.

Nanofluidos são soluções compostas por um fluido base acrescido de partículas em escala nanométricas. Essas soluções possuem, por vezes, propriedades muito distintas das do fluido base. Os primeiros experimentos que foram feitos utilizavam partículas de dimensões micrométricas ou de milímetros para a mistura do sólido e líquido. Choi em 1995 propôs a suspensão de nanopartículas em um fluido base chamado então de *nanofluido* nos quais, não só as propriedades térmicas, mas também outras propriedades físicas foram alteradas. A partir de então, inúmeros pesquisadores se dedicaram ao estudo experimental do comportamento de nanofluidos buscando a caracterização de suas propriedades como o próprio Choi et al. (2006) e W. Daungthongsuk, W.; Wongwises, S. (2007). O comportamento termodinâmico e as propriedades desses fluidos vêm sendo estudados então desde meados de 2006, demonstrando assim, como ainda esse assunto é recente.

Os nanofluidos e suas diversas aplicações na área de transferência de calor são, atualmente, um dos tópicos da nanotecnologia com crescente número de publicações científicas, o que demonstra a importância que esse assunto adquiriu nas últimas décadas, embora a contribuição do Brasil nessa área ainda seja reduzida, conforme dados Web of Knowledge (2006). Entretanto, uma abordagem ainda pouco explorada é a influência da radiação ionizante sobre os nanofluidos, por esse motivo, neste trabalho é proposto um estudo teórico e experimental para avaliar o efeito da radiação ionizante sobre as propriedades físicas que estão associadas à eficiência no processo de

transferência de calor, como a condutividade térmica, a viscosidade, a densidade, a tensão superficial e outras. Além dos efeitos da concentração de nanopartículas na solução e da temperatura, os efeitos da radiação ionizante nas propriedades citadas são investigados. Os fluidos testados são em base aquosa de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 . A escolha desses nanofluidos tem base nas suas propriedades termofísicas comprovadamente mais interessantes do ponto de vista da capacidade de transferência de calor e também na quantidade de dados disponíveis em literatura como: Choi et al. (2014), Yang et al. (2017), Motta (2012), Hadad et al. (2015), Paula et al. (2010), Ramadhan et al. (2016), que permitirá fazer uma comparação com outros resultados já apresentados.

1.1 Objetivos

Este projeto tem como objetivo geral a realização de um estudo teórico e experimental das propriedades físicas associadas à capacidade de transporte de calor de nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 em base aquosa e dos efeitos da radiação ionizante sobre tais propriedades, visando à possibilidade de aplicação nuclear.

Os objetivos específicos propostos neste projeto são:

- a. Estudo teórico e experimental das propriedades físicas de amostras de nanofluidos à base de óxidos metálicos Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 em base aquosa, e os efeitos das concentrações e da temperatura, antes e após a ação da radiação ionizante. Análise de modelos teóricos, parâmetros de influência e resultados experimentais disponíveis em literatura especializada.
- b. Estudo experimental das propriedades físicas de amostras de nanofluidos (Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2) em base aquosa em diversas concentrações (0,001%vol., 0,01%vol. e 0,1%vol.), e em diversas temperaturas (20°C, 30°C, 40°C e 50°C), sem a ação da radiação ionizante (gama). As propriedades físicas investigadas são a condutividade térmica, condutividade elétrica, densidade, viscosidade, tensão superficial e ângulo de contato superficial. Esses testes têm como objetivo verificar o efeito da concentração de nanopartículas e da temperatura nas propriedades físicas citadas.

c. Irradiação das amostras de nanofluidos de (Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2) em base aquosa nas concentrações 0,001%vol. e 0,01% vol., no Irradiador Multipropósito do IPEN (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares). Esse teste tem como objetivo verificar o efeito da radiação ionizante sobre os nanofluidos. As doses de radiação foram calculadas de acordo com os critérios estabelecidos em Lucas, T. R., (2008).

d. Análises utilizando técnicas de visualização das amostras de nanofluidos antes e após a irradiação utilizando análises microscópicas. Os ensaios de visualização são realizados para a verificação da alteração distribuição das nanopartículas após a irradiação das amostras. Esse teste tem como objetivo verificar existência de alterações na estrutura das nanopartículas.

Com os resultados provenientes dessa dissertação iremos contribuir no avanço do conhecimento das aplicações dos nanofluidos em sistemas de transferência de altos fluxos de calor e, especificamente, em aplicações nucleares.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Condutividade térmica

Atualmente, o número de estudos sobre a condutividade térmica dos nanofluidos sobressai com relação aos estudos das outras propriedades, isso ocorre, pois a principal característica do nanofluidos é o fato de que sua condutividade térmica sempre ser superior às do fluido de base. Segundo Buongiorno (2006) há um aumento de 40% na condutividade térmica do etileno-glicol com 0,3% vol. de nanopartículas de cobre de 10 nm de diâmetro. Outro estudo que analisou a condutividade térmica é Alias H., Ani M.F.C. (2017) que utilizou o nanofluido TiO_2 com fluido base etileno glicol. A Figura 1 foi retirada deste no estudo da qual podemos visualizar o incremento da condutividade térmica.

Figura 1 - Condutividade térmica dos nanofluidos em função da concentração mássica de TiO_2 na temperatura ambiente.

Fonte: Alias H., Ani M.F.C. (2017)

Neste mesmo estudo, a condutividade térmica contra o perfil de temperatura em diferentes concentrações apresentaram os seguintes resultados: para 1% em peso de TiO_2 , a condutividade térmica foi aumentada em 32%, 113% e 231% para a temperatura 40 ° C, 50 ° C e 60 ° C, notou-se então que aumentando a temperatura dos nanofluidos, a condutividade térmica também aumentará.

Na Tabela 1 é possível verificar um resumo de outros estudos com resultados levantados experimentalmente sobre a condutividade térmica levando em consideração o diâmetro das partículas bem como as concentrações. Pode-se notar que ainda há uma discrepância nos valores.

Tabela 1 - Estudos experimentais da condutividade térmica de alguns nanofluidos.

Autor	Dados dos nanofluidos similares ao estudo presente	Concentração (ϕ = %vol.)	Tamanho (nm)	Incremento na condutividade térmica em relação ao fluido base
Eastman et al. (1997)	Al ₂ O ₃ - água	0-5	33	30% (ϕ = 5%)
Pak e Cho (1998)	Al ₂ O ₃ - água TiO ₂ - água	0-4,3	13 27	32% (ϕ = 4,3%) 11% (ϕ = 4,3%)
Eastman et al. (1999)	Al ₂ O ₃ - água	0-5		18% (ϕ = 5%)
Lee et al. (1999)	Al ₂ O ₃ - água	0-5	38,4	9% (ϕ = 4,3%)
Chon et al. (2005)	Al ₂ O ₃ - água	1-4	11/47/150	10% (ϕ = 4% temperatura 21°C) 28% (47nm temperatura 71°C)
Murshed et al. (2005)	TiO ₂ - água	0,5-5	15/10	29,7% (ϕ = 5%)
Wen e Ding (2005)	Al ₂ O ₃ - água	0-1	30-40	6,40%
Lee et al. (2008)	Al ₂ O ₃ - água	0,01-0,3	30	1,44% (ϕ = 0,3%)
Dong-Wook et al. (2008)	Al ₂ O ₃ - água	1-4	45	13,3% (ϕ = 4%)
Duangthongsuk et al. (2009)	TiO ₂ - água	0,2-2	21	7% (ϕ = 2%)
Do et al. (2010)	Al ₂ O ₃ - água	1/3	30	4% (ϕ = 1%) 8% (ϕ = 3%)
Motta (2012)	Al ₂ O ₃ - água	0,5-1,5	20-30	40% (ϕ = 1,5%)

Fonte: Autores citados na tabela.

Como apresentado no estudo de Alias (2017), pesquisas recentes visam explicar como a condutividade térmica dos nanofluidos varia em função de algumas variáveis como a concentração e a temperatura. Outras teorias foram introduzidas por Mossotti, Clausius, Maxwell e Lorenz no final do século 19, e foram firmemente estabelecidas com o trabalho de Bruggeman (1935), e exaustivamente investigados e aplicados em muitos campos de ciência e engenharia desde então como se pode observar no trabalho de Bang e outros (2009).

Os métodos mais utilizados para medir a condutividade térmica de um nanofluido são: os métodos de transiente a quente (THW), oscilação de temperatura (TO) e estado estacionário (SS) como nos trabalhos de Hong et al. (2005), Hong et al. (2006), Murshed et al. (2005), Lo et al. (2005), Xuan et al. (2000), Zhang et al. (2006), Kestin e Wakeham(1978), Nagasaka e Nagashima(1981).

O método de fio quente transiente é estabelecido como a técnica de medição mais precisa, confiável e robusta para a condutividade térmica de nanofluidos e, portanto, é utilizado na maioria das medições de condutividade térmica. O fio quente transitório funciona como aquecedor e termômetro, e muitas modificações vêm sendo propostas, como por exemplo o revestimento do fio quente.

No método de oscilação, os componentes elétricos são removidos da amostra de teste e funcionam como puramente térmicos conforme relatado por Das et al. (2003), Roetzel et al. (1990), Czarnetzki e Roetzel (1995), de modo que o movimento do íon não afetem as medições.

O método de estado estacionário foi usado por Wang et al (1999) e Li e Peterson (2006) para medir a condutividade térmica efetiva de nanofluidos de Al_2O_3 e CuO com uma melhora de 12% no aumento da condutividade térmica em 3% da fração volumétrica de nanopartículas.

Tendo em vista todos esses estudos que apontam a alta condutividade térmica dos nanofluidos em relação à água, é possível classificá-los como fluidos promissores para aplicações nucleares, assim esse trabalho apresenta a aplicação em sistemas de remoção de calor residual de um reator nuclear. Para que utilizemos os nanofluidos nesta aplicação é importante entendermos qual é a influência da radiação ionizante nesses fluidos.

Esse tipo de estudo já despertou interesse em alguns pesquisadores, tendo até mesmo gerado uma patente por Pop et al. (2008). Pesquisas foram realizadas para entender a influência da radiação ionizante sobre nanofluidos e a possibilidade de sua utilização como fluido de trabalho ou de refrigeração do núcleo dos reatores nucleares em casos de acidentes em sua maioria nas pesquisas do Buongiorno (2008). Mesmo assim, há uma deficiência de dados e experimentos em torno desse tema.

Segundo a literatura especializada, os principais modelos teóricos de previsão da condutividade térmica para nanofluidos levando em consideração a concentração volumétrica ϕ_v são os mencionados abaixo:

Modelo de Bruggeman (1935):

$$\phi_v \left(\frac{k_p - k_{eff}}{k_p + 2k_{eff}} \right) + (1 - \phi_v) \left(\frac{k_b - k_{eff}}{k_b + 2k_{eff}} \right) = 0 \quad (1)$$

Modelo de Hamilton e Crosser (1962):

$$k_{eff} = 3\psi^{-1}\phi \frac{k_p - k_b}{(3\psi^{-1} - 1).k_b + k_p - \phi.(k_p - k_b)} \cdot k_b \quad (2)$$

ψ = fator empírico de forma, partículas esféricas $\psi = 1$

Modelo de Yamada e Ota (1980):

$$k_{eff} = \frac{\frac{k_p}{k_b} + k - k\phi_v \left(1 - \frac{k_p}{k_b} \right)}{\frac{k_p}{k_b} + k + \phi_v \left(1 - \frac{k_p}{k_b} \right)} k_b \quad (3)$$

Modelo de Yu e Choi (2003, 2004):

$$k_{eff} = \frac{k_{pe} + 2k_b + 2(k_{pe} - k_b)(1 - \beta)^3 \theta_v}{k_{pe} + 2k_b - (k_{pe} - k_b)(1 - \beta)^3 \theta_v} k_b; \quad k_{pe} = \frac{[2(1 - \gamma) + (1 + \beta)^3(1 + 2\gamma)]\gamma}{-(1 - \gamma) + (1 + \beta)^3(1 + 2\gamma)} k_p \quad (4)$$

Em que ϕ_v representa a concentração volumétrica de nanopartículas no fluido base e k_{eff} , k_b e k_p representam a condutividade térmica do nanofluido (efetiva), fluido base e nanopartículas, respectivamente, $\beta = 2h/d_{np}$, e $\gamma = k_{layer}/k_p.h$ é a espessura da nanocamada e d_{np} é o diâmetro das nanopartículas. k_{layer} representa a condutividade térmica da nanocamada e k_{pe} é a condutividade térmica equivalente da combinação entre nanopartícula e nanocamada, considerando a formação de uma nanopartícula equivalente.

Neste estudo os cálculos que serão apresentados da condutividade térmica teórica serão pelo modelo para determinação da condutividade térmica de suspensões de

partículas sólidas em líquidos. Este modelo foi proposto por Maxwell (1873 apud CHOI, 1995) e ele é baseado na “Teoria do Potencial” onde se considera que forças fundamentais são provenientes de potenciais que satisfazem a equação de Laplace, (KUMAR et al., 2010). O modelo de Maxwell assim é válido para concentrações reduzidas em que não se verificam interações entre as partículas.

A Equação (5) é o modelo matemático de Maxwell.

$$k_{eff} = k_f \left[\frac{k_p + 2k_f + 2\phi_v(k_p - k_f)}{k_p + 2k_f - 2\phi_v(k_p - k_f)} \right] \quad (5)$$

Onde:

k_{eff} é a condutividade térmica efetiva da solução;

k_f é a condutividade térmica do fluido;

k_p é a condutividade térmica das partículas.

E ϕ_v é a fração volumétrica dada por pela Equação (6).

$$\phi_v = \left(\frac{\phi_m \cdot \rho_f}{\rho_p + \phi_m \cdot \rho_f - \phi_m \cdot \rho_p} \right) \quad (6)$$

Onde:

ρ_f é a densidade (massas específicas) do fluido;

ρ_p é a densidade (massas específicas) do material das partículas;

ϕ_m é a fração mássica de partículas dispersas no fluido

Nesta dissertação, as concentrações já serão pré-estabelecidas como: 0,001%, 0,01% e 0,1% em volume de nanopartículas em água deionizada e desmineralizada.

2.2 Viscosidade

Espera-se que os nanofluidos sejam usados sob condições de escoamento e o fluxo com partículas suspensas pode ser drasticamente diferente dos fluidos de

transferência de calor mais comuns que possuem características newtonianas, por isso é essencial ter as propriedades reológicas do nanofluido para uso prático. As propriedades reológicas podem fornecer o conhecimento sobre a microestrutura sob condições estáticas e dinâmicas, que são importantes para entender o mecanismo de aumento da transferência de calor usando nanofluidos. Os fluidos têm forças de atrito entre as moléculas e, portanto, apresentam uma certa resistência ao fluxo, assim se faz necessário a medida da viscosidade e entender o quanto a viscosidade altera do fluido base para o nanofluido. Os fluidos são newtonianos ou não-newtonianos, dependendo de sua viscosidade.

Estudos constataam que a viscosidade dos nanofluidos é principalmente dependente da concentração volumétrica, seu tamanho de nanopartículas da temperatura da mistura. Essas dependências são comprovadas nos estudos de Prasher et al. (2006), Li et al. (2006), Chen et al. (2007), Guo et al. (2006), Nguyen et al. (2007), Das et al. (2003), Lee et al. (2007), Kole et al. (2010) e Kwak et al. (2005). A fim de exemplificar a alteração da viscosidade nos nanofluidos seguem os resultados de alguns autores na Tabela 2.

Tabela 2 - Estudos experimentais da viscosidade em alguns nanofluidos.

Autor	Dados dos nanofluidos similares ao estudo presente	Diâmetro (nm)	Concentração (ϕ = %vol.)	Temperatura (°C)	Resultados
Pak e Cho (1998)	Al ₂ O ₃ - água TiO ₂ - água	13 27	1-10	25	Aumento de 200% para ϕ = 10%
Wang et al. (1999)	Al ₂ O ₃ - água	28	5	25	Aumento de 86%
Lee et al. (2008)	Al ₂ O ₃ - água	30	0,01-0,03	21-39	Aumento de 2,9% para ϕ = 0,3%
Murshed et al. (2008)	Al ₂ O ₃ - água	80	4,3 e 5	20-60	Aumento de 60%
Chandrasekar et al. (2009)	Al ₂ O ₃ - água	43	0,33-5	25	Viscosidade aumenta linearmente com o aumento da concentração das nanopartículas.
Motta (2012)	Al ₂ O ₃ - água	15 20-30	0,5-1,5	20-40	Aumento de 75% para ϕ = 1,5%

Fonte: Autores citados na tabela.

Nanofluidos com alta concentração de nanopartículas com diâmetros grandes têm alta interação de partículas e podem resultar em aglomeração das mesmas, assim, aumentam a resistência ao fluxo e diminuir a transferência de calor. A forma de partículas desempenha um papel importante, pois durante o processo de cisalhamento, as partículas giram conforme se movem. As partículas em forma de cubo ocupam mais volume ao girar do que as partículas esféricas e, portanto, há menos volume livre disponível para o líquido entre as partículas.

Os principais modelos para previsão da viscosidade dinâmica dos nanofluidos se resumem nas equações (7) a (12).

Einstein (1956):

$$\mu_{nf} = (1 - 2,5\phi_v)\mu_f \quad (7)$$

Brinkman (1952):

$$\mu_{nf} = \frac{1}{(1-\phi_v)^{2,5}} \mu_f \quad (8)$$

Batchelor (1977):

$$\mu_{nf} = (1 + 2,5\phi_v + 6,5\phi_v^2)\mu_f \quad (9)$$

Wang et al. (1999):

$$\mu_{nf} = (1 + 7,3\phi_v + 123\phi_v^2)\mu_f \quad (10)$$

Maiga et al (2004):

$$\mu_{nf} = (1 + 0,19\phi_v + 306\phi_v^2)\mu_f \quad (11)$$

Modelo Empírico Corcione (2011):

$$\mu_{nf} = \left[\frac{1}{\left(1 - 34,87 \left(\frac{d_p}{d_f}\right)^{-0,3} \phi_v^{1,03}\right)} \right] \mu_f \quad (12)$$

Onde:

μ_{nf} é a viscosidade dinâmica do nanofluido

μ_f é a viscosidade dinâmica do fluido base

ϕ_v é a fração volumétrica da partícula,

d_p é dado pela relação $d_p = d_f = 0,1(M/N\pi\rho_{f0})^{1/3}$ com M sendo o peso molecular da partícula ou do fluido e N numero de Avogadro

ρ_{f0} a densidade do fluido base.

A Figura 2 apresenta algumas curvas da viscosidade experimental e teórica.

Figura 2- Comparação de resultados teóricos e experimentais da viscosidade efetiva em nanofluidos.

Fonte: MOTTA, F. C. (2012)

2.3 Densidade

A densidade de um nanofluido é uma das propriedades físicas mais importantes do nanofluido (como um fluido) que não foi adequadamente investigado até hoje. O modelo clássico de densidade de mistura (abordagem linear para densidades e frações de volume) para a mistura sólido-líquido convencional tem sido usado por quase todos os pesquisadores ao calcular a densidade de nanofluidos.

Baseado em pesquisas recentes, o coeficiente convectivo monofásico de transferência de calor de um nanofluido sob condição de fluxo turbulento pode ser expresso modificando as constantes da equação de Dittus-Boelter (1930/1985) dada pela equação (13).

$$Nu = C \times Re^a \times Pr^b \quad (13)$$

A equação para a densidade de misturas de duas fases para partículas de tamanho micrométrico está disponível na literatura sobre escoamentos de lama de Cheremisinoff (1986). Pak e Cho (1998) adotaram a mesma equação para partículas de tamanho nanométrico, que é expressa pela equação (14).

$$\rho_{nf} = \rho_p \phi_v + \rho_{bf}(1 - \phi_v) \quad (14)$$

Onde:

ρ_{nf} é a densidade do fluido;

ρ_p é a densidade da partícula;

ϕ_v é a concentração em volume da partícula;

ρ_{bf} é a densidade do fluido base.

Pak e Cho (1998) realizaram o experimento com apenas uma temperatura (25 °C) para os nanofluidos de Al_2O_3 e TiO_2 com concentração volumétrica de 4,5% e comparou seus resultados com a Equação (14). Neste trabalho, é realizado o levantamento das

densidades dos nanofluidos com medidas experimentais e comparados à literatura com a equação apresentada acima.

A densidade foi calculada nesta dissertação utilizando a definição que Clark (1996) utilizou em seu trabalho, ou seja, pela a Equação (15).

$$\text{Densidade: } \frac{\text{Massa (g)}}{\text{Volume (ml)}} \quad (15)$$

2.4 Ângulo de contato

O ângulo de contato é definido como o ângulo formado entre um plano tangente à interface líquido-vapor traçado a partir da linha de contato triplo (líquido-gás-sólido) e o plano líquido-sólido medido na fase líquida. Através desse angulo é possível mensurar de forma indireta a molhabilidade de um par liquido-sólido. Essa característica é relevante em sistemas de troca térmica, quanto mais o grau de molhabilidade, mais alta será a eficiência na troca térmica. Na Figura 3 podemos ver a ilustração do ângulo de contato.

Figura 3- Ângulo de contato

Fonte: Luz et al., (2008)

Por definição tem-se que para ângulos de contato maiores que 90° , não há o molhamento do sólido pelo líquido. Para menores que 90° , há o molhamento, com o líquido se espalhando espontaneamente sobre a superfície e quando $\theta \approx 0$, o líquido se espalha indefinidamente sobre a superfície sólida e o molhamento é total.

O valor do ângulo de contato indica se a superfície é hidrofóbica ou hidrofílica, isto é, um ângulo de contato elevado corresponde a uma superfície hidrofóbica, enquanto que um ângulo de contato reduzido implica uma superfície hidrofílica.

A molhabilidade de uma superfície está relacionada ao balanço de energia interfacial sólido-líquido-vapor. O balanço de energia é baseado na equação de forças de Young (1805) e na equação de energia de Dupré (1869). A equação de Young relaciona as tensões superficiais do sólido γ_S e do líquido γ_L , a tensão interfacial sólido-líquido γ_{SL} e o ângulo de contato do líquido na linha tripla sólido/líquido/ar. A representação dessas tensões pode ser vista na Figura 4.

Figura 4- Representação do ângulo de contato e as tensões superficiais

Fonte: MOTTA, F. C. (2012)

A equação (16) apresenta um balanço entre as tensões.

$$\gamma_S = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta \quad (16)$$

Já na equação de Dupré é relacionado às tensões superficiais do sólido γ_S e do líquido γ_L , a tensão interfacial sólido-líquido γ_{SL} e introduz o conceito de trabalho de adesão W_a , que nada mais é que o trabalho para separar o líquido do sólido, veja a equação (17):

$$W_a = \gamma_S + \gamma_{SL} - \gamma_{LV} \quad (17)$$

Combinando as equações (16) e (17) temos a equação (18).

$$W_a = \gamma_{LV}(1 + \cos \theta) \quad (18)$$

Dentre os fatores que podem influenciar diretamente a molhabilidade do fluido tem-se a rugosidade da superfície que estará em contato, da existência de reações químicas sólido-líquido, tempo de contato entre a superfície e líquido e também da temperatura.

Os nanofluidos à base de óxidos metálicos propostos para o estudo neste trabalho não possuem a capacidade de gerar produtos de alta atividade após a irradiação conforme Was, G.S. (2007) tornando mais simples o processo das medições após a irradiação e não exigindo então procedimentos específicos de radioproteção.

No caso dos estudos de propriedades físicas com a ação da radiação ionizante existem poucos dados disponíveis e não há consenso entre esses poucos resultados apresentados, mais informações podem ser vistas no capítulo 2.11 deste trabalho.

2.5 Análises Microscópicas

2.5.1 Microscopia Eletrônica

O microscópio eletrônico de varredura ou microscópio eletrônico de varrimento (MEV) é um instrumento capaz de produzir imagens de alta resolução da superfície de uma amostra. Devido à maneira com que as imagens são criadas, imagens de MEV têm uma aparência tridimensional característica e são úteis para avaliar a estrutura superficial da amostra. Além de avaliar os aspectos topográficos, essa técnica também é útil para verificar a composição e outras características superficiais do material que compõem as amostras.

O princípio de funcionamento do Microscópio Eletrônico de Varredura consiste na utilização de um feixe de elétrons, guiado por um sistema de bobinas de deflexão, que realiza uma varredura da superfície da amostra ponto a ponto e transmite o sinal do detector a uma tela catódica.

A maioria dos equipamentos de pesquisa/comerciais utilizam um filamento de tungstênio aquecido para fonte de elétrons, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o

ânodo. Em seguida, o feixe é focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas. Esse feixe, ao interagir com a amostra, produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores e são convertidos em um sinal de vídeo.

A imagem é o resultado da amplificação de um sinal obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra. Dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados, sendo que os elétrons retroespalhados possuem maior energia do que os elétrons secundários.

Utilizar MEV para analisar quaisquer tipos de materiais e amostras biológicas requer a compreensão de diversos parâmetros originados na interação do feixe de elétrons com o objeto a ser analisado. Ou seja, a interação elétron-amostra é fundamental para que seja possível interpretar diversos dados que serão produzidos a partir desse fenômeno, por exemplo: potencial eletrostático, composição e topografia. Por fim, a interpretação depende da compreensão dos fenômenos físicos envolvidos nessas interações.

Quando o feixe primário interage com a amostra, os elétrons perdem energia por dispersão e absorção em um volume em forma de gota, conhecido como volume de interação, o qual se estende de menos de 100 nm até em torno de 5 μm para dentro da superfície da amostra. O tamanho do volume de interação depende da energia dos elétrons, do número atômico dos átomos da amostra e da densidade da amostra. A interação entre o feixe de elétrons e a amostra resulta na emissão de elétrons secundários, elétrons retroespalhados, elétrons Auger, raios-x Bremsstrahlung, raios-x característicos, radiação eletromagnética na região do infravermelho, do visível e do ultravioleta, fônons além de causar aquecimento da amostra como visto na dissertação de Neves, N. C. V. (2013).

2.5.2 Análise de Rastreamento de Nanopartículas

Análise de Rastreamento de Nanopartículas (*Nanoparticle Tracking Analysis* (NTA)). É utilizado para caracterizar nanopartículas de 10nm a 2000nm em solução. Neste tipo de equipamento, cada partícula é analisada individual e simultaneamente por observação direta e o coeficiente de difusão é medido. Essa metodologia de partícula por partícula produz resultados de alta resolução para distribuições de tamanho e quantificação de partículas, enquanto a validação visual proporciona aos usuários confiança adicional em seus dados. Tanto o tamanho como a concentração das partículas são medidos, de forma que o modo de fluorescência proporciona a diferenciação de partículas previamente marcadas ou naturalmente fluorescentes.

Com a capacidade de ser fornecido com módulos laser permutáveis e a introdução de uma roda de filtro motorizada de 6 lugares significa que diferentes marcadores fluorescentes podem ser analisados. A roda de filtro de 6 lugares totalmente controlada por *software* significa que a análise automatizada de múltiplos marcadores fluorescentes pode ser realizada sem a presença do operador. O instrumento utilizado é o NanoSight NS300 da Malvern e algumas das suas características foram retiradas do site do fabricante.

- A temperatura da amostra é totalmente programável através do *software* NTA
- Medição simultânea de múltiplas características, economizando tempo e volume de amostra.
- A validação visual dos resultados dá maior confiança.
- *Software* com fácil configuração de procedimento operacional padrão
- Preparação mínima de amostras.
- Escolha dos comprimentos de onda do laser.
- A escolha de até 6 filtros diferentes numa roda motorizada fornece capacidade de detecção de fluorescência flexível.

A Análise de rastreamento de nanopartículas do NanoSight® usa a dispersão de partículas partícula por partícula para fornecer informações de tamanho de partícula de alta resolução para amostras de nanopartículas. A velocidade, ou difusão, das nanopartículas em solução é registrada a partir dos pontos de luz que dispersam. Nanopartículas menores se movem mais rapidamente pelo movimento browniano do que partículas maiores e espalham menos luz.

O princípio de dimensionamento da NTA é absoluto, portanto, não é necessária calibração. Cada partícula é dimensionada independentemente e medida simultaneamente, permitindo uma compreensão profunda de amostras muito complexas. A menor mudança no tamanho das partículas é detectada com precisão, para fornecer informações rápidas sobre eventos como agregação dentro da população. Esta precisão e sensibilidade são inestimáveis quando se considera a pureza do lote de nanopartículas e a consistência do processo, bem como as propriedades físico-químicas do material, que estão intrinsecamente ligadas ao seu tamanho na escala nano.

2.6 Condutividade Elétrica

O controle da condutividade elétrica fornece a concentração aproximada de eletrólitos dissolvidos na água e alterações no valor dela fornecem indicações de que está ocorrendo contaminação na água. A Tabela 3 apresentam os valores médios de um reator IEA-R1 localizado no IPEN.

Tabela 3- Características da água em um reator IEA-R1

Parâmetro	Valor
Condutividade	< 2,0 S/cm
pH	5,5 a 6,5
Alumínio	0,02 mg/l
Ferro	0,01 mg/l
Sódio	0,04 mg/l
Cálcio+Magnésio	0,6 mg/l
Cloreto	< 0,2 mg/l

Fonte: AGUIDA, L. A. et al. (1999)

A água pura (deionizada e desmineralizada) tem baixa condutividade, ou seja, baixa capacidade de transportar uma corrente elétrica. A concentração de espécies iônicas dissolvidas, além do H^+ e OH^- já presentes, determina a condutividade da água. Quanto mais ânions e cátions contiverem a água, mais eletricidade será transportada e assim mais favorável será a corrosão de materiais. Tendo em vista a importância de manter a integridade dos sistemas nos reatores, a condutividade deve estar a mais baixa possível, assim evitando a corrosão do mesmo.

2.7 Síntese das nanopartículas

Algumas técnicas para a fabricação de nanopartículas é descrito no trabalho de Yu et al. (2008) em processos físicos e químicos. Um dos métodos deve-se a trituração mecânica de um certo tipo de material ou até mesmo pela condensação de um gás, um outro processo é pela precipitação química. Seguem a descrição dos métodos de um passo e de dois passos.

Método de um passo: Obtenção de nanopartícula, na maioria dos casos, por sínteses químicas e a dispersão no líquido se dá pela evaporação da nanopartícula e em seguida da condensação no seu fluido base.

Método dois passos: A nanopartícula é sintetizada e dispersa em um fluido base. Essa técnica traz a facilidade na comercialização das nanopartículas em pó por laboratórios especializados, porém esse método traz a desvantagem das partículas se aglomerarem rapidamente após a dispersão uniforme. É possível homogeneizar a mistura utilizando técnicas avançadas de agitação como: misturador de elevado cisalhamento (PAK e CHO, 1999), Banho ultrassônico (XUAN e LI, 2000) e agitador magnético (XIE et al., 2002) e outros.

As forças que ocasionam essa aglomeração são do tipo *London Van der Waals* (Wen et al. 2009), uso de surfactantes podem ser usados para minimizar esse efeito e assim mantendo a mistura mais tempo dispersa.

2.8 Sistema de remoção de calor residual em um reator nuclear

Como citado no capítulo 1, umas das possíveis aplicações que podemos citar é utilizar os nanofluidos nos sistemas de remoção de calor residual passivo. Em um reator nuclear, após o desligamento seguro, o calor continua sendo gerado no núcleo devido aos produtos de fissão, sendo assim o núcleo necessita ser resfriado continuamente. Na maioria das plantas nucleares, esse resfriamento é feito pelo sistema de água de emergência com auxílio de bombas acionadas eletricamente. Porém, na perda de energia elétrica as bombas não estão disponíveis. O sistema de remoção de calor residual é um sistema passivo, que não utiliza nenhuma fonte de energia externa e funciona à base de circulação natural, removendo calor do núcleo por convecção natural no caso da não-disponibilidade do sistema normal de alimentação de água. A circulação natural é um fenômeno causado pelo empuxo e gradiente de densidade e altura, sendo as diferenças de densidade no fluido criadas através de mudanças na sua temperatura. A Figura 5 apresenta um exemplo de circulação natural em um sistema de remoção de calor residual passivo, onde podemos ver que o fluido em contato com uma fonte de calor (núcleo do reator) é aquecido, diminuindo sua densidade nesta região. Ao entrar em contato com o trocador de calor localizado acima da fonte, o fluido é resfriado e consequentemente sua densidade aumenta. Quando a diferença de temperatura for grande o suficiente, as forças de empuxo do fluido superam as forças viscosas, e junto com o gradiente de densidade, agindo por gravidade sobre a diferença de elevação entre a fonte e o trocador, geram uma circulação do fluido. A vazão de circulação forçada do fluido de resfriamento primário gerada pela bomba primária, é no sentido da perna fria para a perna quente. A vazão de circulação natural é no sentido contrário, isto é, da perna quente para a perna fria.

Figura 5 - Esquema do sistema de circulação natural em um sistema passivo de remoção de calor residual.

Fonte: Adaptado de SILVA, J. G. (2007).

As principais funções do sistema de remoção de calor residual passivo (SILVA, J. G. (2007)) são:

- Remover o calor do núcleo e do sistema de refrigeração do reator durante a parada da usina. Este sistema reduz a temperatura do sistema de resfriamento do reator durante a segunda fase do resfriamento do reator durante uma eventual parada, tendo em vista que a primeira fase de redução da temperatura utiliza os geradores de vapor como fonte fria.
- Redirecionar o fluxo do sistema de refrigeração do reator para o sistema de controle químico e volumétrico durante a troca de combustível para que o inventário seja purificado.
- Proporciona resfriamento da água do tanque de reserva de água da contenção durante a operação do sistema de remoção de calor residual passivo ou durante operação normal da usina quando for necessário.
- Resfriar o sistema de refrigeração e o núcleo do reator em baixa pressão utilizando a água do tanque de reserva de água da contenção após despressurização do sistema.

- Proporcionar resfriamento do núcleo do reator durante acidentes do tipo LOCA (*Loss-Of-Coolant Accident*), por um longo período de tempo, evitando assim o descobrimento do núcleo.

A água empregada no resfriamento de um reator nuclear tem como característica comum um alto grau de pureza, usando-se normalmente desmineralizador para a sua produção, e em muitos sistemas ela é continuamente purificada por desmineralizadores contendo resinas de troca iônica para minimizar os processos de corrosão nos materiais estruturais. A água é empregada com os seguintes propósitos: a) refrigerar o núcleo do reator, b) moderar os nêutrons de alta energia produzidos na reação nuclear de fissão, c) refletir os nêutrons novamente ao núcleo do reator e, d) blindagem biológica contra as radiações. Reatores com partes estruturais de alumínio podem sofrer ataques em pH ao redor de 7,0 ou ligeiramente superior, sendo necessário o controle de acidez ou alcalinidade da água, além disso os processos corrosivos podem ser acelerados devido à presença das radiações pelas partículas alfa, beta, raios gama, prótons, e nêutrons rápidos e lentos.

2.9 Cálculo da dose

De acordo com os critérios de escolha do fluido responsável pela remoção e transporte do calor produzido no núcleo de um reator nuclear, deve-se atender aos requisitos de qualidade térmica (capacidade de remoção de calor), de propriedades físico-químicas, nucleares e econômicas do fluido, segundo Bouré (1964). O critério de qualidade térmica do fluido diz respeito à potência de bombeamento, à capacidade de remoção de calor do núcleo e à função de transporte térmico desse fluido, sendo um compromisso entre essas duas características.

Já o critério de propriedades físico-químicas leva em consideração às propriedades termodinâmicas e estabilidade devido à temperatura e à radiação ionizante (fenômenos de dissociação e ionização químicas), e à atividade química (corrosão e toxicidade) do fluido.

O critério nuclear relaciona à capacidade de absorção e moderação de nêutrons térmicos e à sua ativação na presença de radiação ionizante.

O terceiro critério, mas não menos importante, é o critério econômico, que apresenta a importância do custo de produção, armazenamento e tratamento do fluido.

Levando essas premissas em consideração, pode-se citar um dos estudos do Buongiorno, J. (2008) sobre nanofluidos na refrigeração de reatores em caso de acidentes, que experimentalmente exploraram alguns tópicos como a máxima remoção de calor com nanofluidos, a influência da variação de pH de nanofluido na sua capacidade de dissolução quando irradiado e os efeitos químicos. Neste estudo foi posto um nanofluido à base de óxidos metálicos Al_2O_3 exposto à radiação gama durante um período de 5 horas. Os resultados deste experimento demonstraram que o tamanho das partículas de alumina variou pouquíssimo conforme a exposição à radiação, que também não houve sedimentação e que somente o pH teve uma leve alteração.

A principal ideia deste estudo é que os nanofluidos serão injetados após o reator ser desligado restando somente o calor de decaimento, utilizando como base estudo por Lucas, T. R., (2008), essa injeção irá ocorrer após os nêutrons atrasados já terem percorrido seu curso não restando radiação de nêutrons significativa. Neste mesmo trabalho, o autor apresenta dois modelos para o cálculo da dose em um PWR (*Pressurized Water Reactor*), um levando em consideração o método de modelação através do calor de decaimento constituído de gama e beta conforme equação (19) que para produzir um modelo de dose deve ser utilizado o método de Monte Carlo e o outro a partir da Figura 6 de Glasstone, S. (1963) .

Para o método do calor de decaimento observa-se:

$$P_g = 0,031 P_o t^{-0,21} \quad (19)$$

Onde:

P_g é a potência devido à radiação gama

P_o é a potência de funcionamento do reator

t é o tempo após o desligamento.

Tabela 4- Distribuição de energia de fissão.

Fonte de Energia	Energia de Fissão	Calor Produzido	
		MeV	% do Total
Fragmentos de Fissão	165	168	84
Nêutrons	5	5	2.5
Gamas prontos	7	7	3.5
Betas atrasados	20	8	4
Gamas atrasados	7	7	3.5
Gamas de captura radiativa	-	5	2.5
Total	204	200	100

Fonte: KNIEF (1992)

A Tabela 4 apresenta a repartição conhecida de energia gerada a partir da fissão e nela observa-se que os gamas são responsáveis por cerca de 11 % do total de energia de fissão térmica.

Para a dose durante a operação, é feita a leitura do gráfico na Figura 6 a seguir:

Figura 6- Dose Calculada para PWR.

Fonte: GLASSTONE et al. (1994)

Segundo Glasstone (1963), o reator usado para produzir o gráfico da Figura 6 é um PWR de 2900 MWth. Utilizando a razão entre o 11% da dose de funcionamento, retirado da Tabela 4, segue a equação:

$$\frac{0,11D_r}{2900} = \frac{D_{sd}}{P_g} \quad (20)$$

Onde:

D_r é a dose do reator em operação, tomada a partir da figura 6.

D_{sd} é a dose de desligamento devido à radiação gama

Combinando as equações (19) e (20) e resolvendo para D_{sd} , temos:

$$D_{sd} = 3,41 \times 10^{-3} D_r T^{-0,2} \quad (21)$$

O período de tempo de exposição é de 1 a 5,8 horas após a vítima para o sistema de resfriamento do núcleo de emergência e de 2 a 12 horas após a vítima no caso de acidente no vaso de retenção. Estes tempos são usados com base no tempo de início de cada sistema seguindo um LOCA, sendo a faixa correspondente de dose total para o público de 1×10^5 a 1×10^7 rad.

A fim de extrapolar as doses, foram pré-estabelecidas neste trabalho as de 1 MGy e 2 MGy.

As propriedades dos nanofluidos que serão estudadas neste trabalho são: condutividade térmica, condutividade elétrica, densidade, viscosidade, tensão superficial e ângulo de contato superficial, todos elas antes e depois da irradiação. No trabalho de Motta (2012) foram levantados alguns dados experimentais de Al_2O_3 e comparados com modelos e correlações da literatura. Para a condutividade térmica, por exemplo, na tese de Motta (2012) verificou-se quanto maior a concentração de nanopartículas de Al_2O_3 na água, maior será o incremento nas leituras de condutividade térmica e da viscosidade dinâmica em relação ao fluido base. A viscosidade apresenta um aumento linear conforme a concentração, já com aumento da temperatura há um decaimento da

viscosidade. Além disso, observou-se que os nanofluidos apresentam comportamento de fluidos Newtonianos.

Em relação aos valores de ângulo de contato estático, apresentaram uma redução, ou seja, um incremento na molhabilidade da superfície com o aumento da concentração volumétrica de nanopartículas.

2.10 Estabilidade das nanopartículas

Um tópico que deve ser discutido é sobre estabilidade da suspensão, é importante entender como as nanopartículas interagem e quanto tempo após um processo de mistura por ultrassom as partículas podem aglomerar-se na suspensão.

O conceito que explica a estabilidade das partículas é o da Camada Dupla proposto por Grahame (1947) ou a teoria DLVO (Derjaguin, Landau, Verwey e Overbeek) por Brunauer, (1938). De acordo com essas teorias, a estabilidade pode ser controlada ajustando a carga superficial de partículas variando os valores de pH, repelindo ou atraindo as partículas, em muitos casos, são colocados dispersantes para promover a estabilização da suspensão por impedimento físico, caracterizado como estabilização esférica por Montanaro (1988) e por Appiagyei (2008), mas outro ponto que devemos considerar é que alguns produtos não podem ser utilizados após serem irradiados por apresentarem uma carga radioativa, portanto, o uso de surfactantes não é recomendado, pois pode se tornar radioativo e também poderá mudar as propriedades do nanofluido que é o foco deste estudo.

O estudo apresentado por Dongsheng et al (2009) mostrou que um nanofluido sem estabilizadores deve ser usado imediatamente porque, após um período, caso em que o experimento durou 5 horas, eles decantaram completamente. Tomando como premissa que o nanofluido usado neste trabalho possui uma concentração muito baixa e que estará em regime turbulento quando usado para resfriar o reator, acredita-se que o presente nanofluido seja mais tempo para esta aglomeração, para medir o tempo que existe estabilidade em um nanofluido no trabalho de Dongsheng foi aplicado um campo elétrico através de dois eletrodos, uma suspensão de partículas possui uma certa carga de

sinal, causando seu movimento em direção ao eletrodo com o sinal oposto de carga recebendo o nome de eletroforese.

Na eletroforese, a partícula individual e os íons que estão mais fortemente associados a ela (camada de Stern) se movem como uma unidade. O potencial elétrico na fronteira desta unidade onde ocorre o deslizamento entre as fases recebe o nome potencial Zeta. Na situação em que ocorre um balanceamento de carga, ou seja, quando as atividades de íons positivos e negativos são iguais, a superfície de carga média e o potencial de superfície são zero e, portanto, não prejudicam o desempenho da camada dupla, tendo como consequência uma coagulação. Este ponto é chamado de ponto de carga zero. Assim, deve-se afastar ao máximo dessa condição na preparação de suspensões estáveis.

2.11 Efeitos da irradiação

Alguns estudos usam íons de irradiação para estudar seus efeitos em nanofluidos e, especialmente, em materiais nanocristalinos, como Chang (2013), Chimi (2001), que estudou o acúmulo e a recuperação de defeitos no ouro nanocristalino irradiado por íons e os resultados experimentais mostram que a irradiação os defeitos produzidos na nano-Au são termicamente instáveis devido à existência de uma grande fração volumétrica dos limites de grãos. Isso sugere a possibilidade do uso de materiais nanocristalinos como materiais resistentes à irradiação, Meldrum (2002), que estudou a amorfização de zircônia nanocristalina por irradiação de íons; Novikov (2014), ele estudou os efeitos da radiação causados pela radiação ionizante em nanotubos de carbono e concluiu que eles são resistentes à formação e acúmulo de defeitos de radiação devido ao fato de que uma grande fração de átomos de carbono eliminados deixa a nanoestrutura sem colisão com outros átomos e defeitos são curados pela restauração de ligações quebradas e recombinação de átomos e vagas migrando sobre Okubo (2013) trabalhou com amorfização da superfície em Al_2O_3 induzida por rápida irradiação de íons pesados, Rose (1997) mostrou alguns resultados, como a correlação entre tamanho de grão e densidade de defeitos foi encontrada, mostrando uma drástica redução de agrupamentos de

defeitos nos grãos pequenos abaixo de 50 nm. Nos menores grãos de ZrG (<15 nm) e Pd (<30 nm) não foram detectados defeitos, Wurster e Pipan (2009) o trabalho mostrou que a irradiação de partículas tem uma influência pronunciada nas propriedades mecânicas e térmicas dos materiais, em grande parte devido à geração de defeitos pontuais, mas com a introdução de precipitados finos, esse efeito pode ser equilibrado. Outros autores publicaram mais artigos, como Andrievskii (2010) e Chang (2013), que avaliaremos um pouco mais.

Chang (2013) preparou um estudo envolvendo materiais nanocristalinos que levando em consideração que os materiais nanocristalinos têm um grande potencial para aumentar a resistência à irradiação no reator devido a uma grande fração de limites ou interfaces de grãos que podem absorver e aniquilar defeitos móveis produzidos durante irradiação. O crescimento dos grãos depende da dose de pico térmico ou de irradiação, e não tem relação com a temperatura de irradiação, pois as amostras com defeitos de baixa densidade foram irradiadas a baixa temperatura. Em outras palavras, os efeitos da irradiação dominam o crescimento de grãos devido aos processos em cascata, e o movimento térmico não é necessário para o crescimento de grãos em baixa temperatura. Neste momento, o tamanho de grão dos materiais nanocristalinos pode aumentar ou o cristal recristalizar. Por outro lado, se existirem muitos defeitos nos materiais nanocristalinos, o mecanismo estimulado por defeitos pode ser dominado pelo crescimento de grãos sob irradiação. Se os materiais nanocristalinos foram irradiados a alta temperatura, a difusão térmica de defeitos pontuais produzidos na condição de irradiação afeta o crescimento dos grãos, e o crescimento depende da irradiação e da temperatura. A temperatura de transição entre os regimes térmicos não térmicos varia para diferentes materiais. Dessa forma, neste trabalho, os resultados dos cálculos e dos experimentos revelaram que os materiais nanocristalinos podem melhorar a resistência à irradiação, enquanto alguns relatórios mostram que os materiais nanocristalinos exibem pior resistência à irradiação, ou mesmo amorfos com uma dose de irradiação mais baixa em comparação com seus materiais a granel. Durante o processo de irradiação, o crescimento de grãos dominado pela dose de irradiação, efeito térmico ou defeitos também foi contestado.

Andrievskii (2010), utilizou como base para o experimento os íons de irradiação e apresentou os principais resultados que podemos visualizar na Tabela 5.

Tabela 5- Efeito da irradiação em aceleradores na estrutura e propriedades de nanomateriais baseados em óxidos, carbonetos e nitretos.

Objeto/Autor	Tamanho do grão (nm)	Condições da irradiação				Principais resultados
		Íon	Energia MeV	Dose (dpa), Fluência (íon/m ²)	Temperatura, (K)	
ZrO ₂ poroso (P = 5 a 20%) / Rose, M. et al. (1997)	10-300	Kr	4	3-8	293	A densidade de defeitos diminui com a diminuição de L; a L <15 nm, não são detectados defeitos
Nanocristais de SiO ₂ amorfo / Meldrum et al. (2002)	3	Xe	1	0,3-0,8	293	Observa-se amorfização de nanocristais
Filme amorfo de ZrO ₂ / Lian, J et al. (2009)	Espessura 70 nm	Kr	1	3 x10 ¹¹	293	Observa-se formação de modificação tetraédrica de ZrO ₂ e crescimento de grãos sob irradiação
MgCa ₂ O ₄ compacto / Shen, T. D. et al. (2007)	4-12	Kr	0,3	12-96	100	Para os nanocristais, foi encontrada estabilidade à amorfização
SiC poroso (P = 8%) / Leconte, Y. et al. (2007)	36	Xe Au	95 4	8 4,5	100	Amostras nanoestruturadas foram mais estáveis à amorfização
Filme de modificação cúbica de BN / Zhang, X. W. et al. (2005)	10-70	Ar	0,3	1,2	293	Estabilidade estrutural foi observada; transições de fase são observadas em doses mais altas
Filmes porosos de VN _x (P = 10-20%) e CrN _x / Guglya, A. et al. (2007)	5-50	N He	0,04 0,02	1,6 x10 ¹³ 1,2 x10 ¹³	573	Diminuição do tamanho dos grãos e transformação de poros fechados em poros abertos são observados
Filme de TiN / Wang, H. et al. (2007)	8-100	He	0,012 0,035	4 x10 ¹² 10 ¹³	293	Observa-se o aprimoramento da resistência à radiação com a diminuição do tamanho do grão
Filme de TiN ~ 240 nm de espessura / Popovi, M. et al. (2009)	13-16	Ar	0,12	10 ¹³ - 10 ¹²	293	Com fluência crescente, o tamanho dos grãos diminui e as micro estresses e a densidade de deslocamento aumentam.

Fonte: Andrievskii (2010)

Como base para este trabalho, pode-se apresentar o trabalho de Buongiorno (2008) que teve em sua pesquisa a irradiação do nanofluido de alumina de referência sob um fluxo gama foi realizada porque a radiação ionizante cria radicais livres no fluido, assim potencialmente alterando a química dos fluidos e a carga superficial das nanopartículas, que por sua vez, podem causar aglomeração.

Como se pode constatar neste capítulo 2, ainda há um campo vasto a ser explorado nesta área principalmente se restringimos aos temas que são abordados neste trabalho, por esse motivo, é de suma importância aprofundar nesse assunto a fim de criar uma convergência de resultados experimentais e também apresentar parâmetros para novas pesquisas. A geração de resultados sobre as propriedades físicas desses nanofluidos é importante para geração de um banco de dados mais consistente. Já os dados sobre a influência da radiação ionizante sobre aqueles nanofluidos, ainda estão disponibilizados de forma pouco clara na literatura.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Preparação das amostras para medidas experimentais

Para este estudo foram necessárias 12 soluções, utilizando 3 tipos de nanopartículas diferentes sendo elas Al_2O_3 , ZrO_2 e TiO_2 em três concentrações volumétricas distintas (0,1%, 0,01% e 0,001%) .

Todas as nanopartículas de Al_2O_3 e ZrO_2 foram adquiridas na concentração em volume de 5% ,10% ,20% em água nos frascos que são apresentados na Figura 7.

Figura 7 – Frascos Nanofluidos adquiridos da Empresa Aldrich® Chemistry.

Fonte: Autor da tese.

As nanopartículas de TiO_2 foram adquiridas em pacotes de 500g como apresentado na Figura 8 e mais detalhes sobre os nanofluidos podem ser encontrados no Anexo 1.

Figura 8 – Nanopartícula adquirida da empresa Nanostructured & Amorphous Materials, INC.

Fonte: Autor da tese.

Utilizou-se como fluido base a água desmineralizada e deionizada com volume total de 200 ml para cada solução e acondicionados em recipientes de vidro. Com as soluções já pré-preparadas na concentração de 1% em volume de cada nanopartículas e após a homogeneização da mesma, foram feitas as diluições para cada concentração e assim foram obtidas 3 amostras de cada nanopartícula, gerando 9 soluções no total.

Após a diluição nas concentrações pré-estabelecidas, para executar as medições, se foi necessário a homogeneização por 30 minutos no Ultrassom QR 500, Figura 9, a fim de não termos nenhum material sedimentado já que não foi feito o uso de nenhum surfactante neste estudo.

Figura 9– Ultrassom QR 500

Fonte: Autor da tese.

Com todas as amostras preparadas, foram seguidos alguns passos para garantir a dispersão das nanopartículas e assim a obtenção dos resultados serem mais apuradas, os passos a seguir foram utilizados para cada amostra a ser estudada para a obtenção das propriedades.

- 1) Homogeneização no ultrassom ECO-SONICS QR 500 por 30 minutos
- 2) Para cada amostra foi dedicado um frasco para medições a fim de eliminar a contaminação cruzada entre os tipos de nanofluidos.

Seguindo os passos acima, foram preparadas 8 amostras para serem irradiadas. Elas foram numeradas para que não existisse a mistura entre os fluidos já que fitas de identificação não iriam suportar a irradiação e se degradariam. Um suporte foi utilizado conforme Figura 10 e os nanofluidos foram levados para o Irradiador Multipropósito do IPEN.

Figura 10 - Amostras enumeradas no suporte já preparadas para o processo de irradiação.

Fonte: Autor da tese.

O Irradiador Multipropósito, instalado no Centro de Tecnologia das Radiações (CTR) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), foi idealizado para o desenvolvimento de novas aplicações utilizando a radiação ionizante gerada por fontes de ^{60}Co . Além de dar auxílio as instalações comerciais e industriais existentes na implementação de processos já consolidados, pela versatilidade planejada durante o seu projeto básico, é possível também realizar pesquisas inovadoras.

O projeto do Irradiador Multipropósito de ^{60}Co consiste de um sistema de transporte contínuo utilizando contêineres cuja entrada e saída de produtos é feita por uma porta giratória integrada à blindagem, eliminando a necessidade de abertura constante da porta da câmara de irradiação o que diminui o número de subidas e descidas dos racks de fontes e eliminando a necessidade do labirinto para passagem dos produtos, aumentando a segurança radiológica e maior disponibilidade de operação da instalação. O radiador foi totalmente projetado e construído com tecnologia nacional. O Irradiador Multipropósito possui hoje uma atividade de 92 kCi de ^{60}Co e a maioria dos pontos de monitoração apresentaram valores muito próximos à radiação natural de fundo (Kodama, Y. et al (2005)).

O Irradiador Multipropósito, Figura 11, possui um sistema de blindagem de concreto composto de paredes, teto e duas portas, uma deslizante para intervenções dentro da câmara e uma porta giratória para o manuseio de produtos, integrada ao

sistema de blindagem, o qual permite a alimentação e retirada de produtos sem ser necessário abaixar as fontes e abrir a câmara de irradiação.

A câmara de irradiação do Irradiador Multipropósito possui área de 76 m², com capacidade total licenciada de 37 PBq (1 milhão de curies). O conjunto consiste de: uma piscina para armazenamento de fontes de 7,0 m de profundidade; duas portas de concreto, 1 deslizante, para montagem e manutenção da instalação e 1 giratória, para entrada e saída de produtos na câmara de irradiação; parede de concreto: 1,8 m de espessura (densidade = 2,35g/cm³).

A irradiação tipo *product overlapping*, ou seja, a altura final dos produtos em caixas metálicas ou pallets, no sistema de transporte, ultrapassa a altura dos racks de fontes de cobalto-60, é realizada utilizando-se contêineres contendo os produtos a serem irradiados e a taxa de dose pode ser alterada utilizando-se dois racks de fontes independentes entre si. As principais aplicações desta instalação são: desinfestação e preservação de produtos alimentícios (temperos, ervas aromáticas liofilizadas, proteínas animal e vegetal), esterilização de material médico-hospitalar, produtos agrícolas (turfa, sementes), esterilização de tecidos biológicos para implantes cirúrgicos, modificações de materiais poliméricos induzidas por radiação ionizante, além do desenvolvimento e testes de componentes para irradiadores e acessórios para irradiação, e detectores e sensores de radiação.

Figura 11- Irradiador Multipropósito IPEN.

Fonte: Kodama, Y. et al (2005)

As amostras dos nanofluidos por ordem de sua numeração são as abaixo:

- 1) Al_2O_3 – Concentração 0,001% em volume, Dose 1MGy
- 2) TiO_2 – Concentração 0,001% em volume, Dose 1MGy
- 3) ZrO_2 – Concentração 0,001% em volume, Dose 1MGy
- 4) TiO_2 – Concentração 0,01% em volume, Dose 1MGy
- 5) Al_2O_3 – Concentração 0,001% em volume, Dose 2MGy
- 6) TiO_2 – Concentração 0,001% em volume, Dose 2MGy
- 7) ZrO_2 – Concentração 0,001% em volume, Dose 2MGy
- 8) TiO_2 – Concentração 0,01% em volume, Dose 2MGy

A Figura 12 apresenta as amostras após a irradiação.

Figura 12 - Amostras após a irradiação.

Fonte: Autor da tese

3.1.1 Procedimento experimental para medidas de viscosidade

Após a homogeneização de 30 minutos descrita no tópico acima, as amostras foram levadas ao departamento da Farmácia na USP para o uso do equipamento Brookfield DV-I Prime que foi concedido para este estudo.

O princípio de operação do DV-I PRIME é o acionamento de um fuso (que é imerso no fluido de teste) através de uma mola calibrada. A resistência viscosa do fluido contra o fuso é medida pela deflexão da mola. A deflexão da mola é medida com um transdutor rotativo. Este sistema fornece detecção contínua e exibição da medição durante todo o teste. A faixa de medição de um DV-I PRIME (em centipoise ou milliPascal-seconds) é determinada pela velocidade de rotação do fuso, o tamanho e a forma do fuso, o contêiner em que o fuso está girando e o torque total do fuso a mola calibrada. Essas informações foram retiradas no manual do fabricante No. M07-022-D0613.

Existem quatro séries básicas de torque de mola oferecidas pela Brookfield conforme podemos ver na Tabela 6.

Tabela 6 - Informações sobre o torque Brookfield DV-I Prime.

Torque da Mola		
<u>Modelo</u>	<u>dyne-cm</u>	<u>milli Newton-m</u>
LVDV-I PRIME	673.7	0.0673
RVDV-I PRIME	7,187.0	0.7187
HADV-I PRIME	14,374.0	1.4374
HBDV-I PRIME	57,496.0	5.7496

Fonte: Manual de operação Brookfield DV-I Prime.

Na Figura 13 temos a foto do equipamento com o *spindle* que foi selecionado para a faixa de viscosidade do nanofluido.

Figura 13 - Brookfield DV-I Prime com o *spindle* utilizado.

Fonte: Autor da tese

Para esse trabalho a rotação utilizada foi de 100 rpm utilizando assim por volta de 22% do torque do modelo LVDV-I PRIME. A incerteza nesse equipamento para o *spindle* utilizado é de $\pm 0,06$ cP que pode ser consultada no Apêndice 1.

3.1.2 Procedimento experimental para medidas da densidade

Após a homogeneização de 30 minutos, as amostras foram levadas para serem pesadas e por diferença de massa calculadas as densidades. A balança da Figura 14 foi utilizada para as medições e ela apresenta uma incerteza de no máximo 500g/0,1mg.

Figura 14 - Balança de precisão digital Shimadzu AUY220.

Fonte: <http://www.shimadzu.com.br>

Para este estudo foram levantados alguns dados para os nanofluidos nas diferentes concentrações. Todas as medidas foram anotadas para a temperatura de 25°C ($\pm 2^\circ\text{C}$).

O método experimental para os cálculos de densidade tem como princípio medir a massa do béquer quando ele está cheio e dele vazio assim a diferença das massas dos dois dividido pelo o volume que ele ocupa será a medida final da densidade do fluido conforme equação (22).

$$\text{Densidade: } \frac{M_{\text{béquer cheio}} - M_{\text{béquer vazio}}}{V} \quad (22)$$

Onde:

- As massas são dadas em gramas
- V = Volume = 10 ml

3.1.3 Procedimento experimental para medidas de ângulo de contato

Para as medidas de ângulo de contato, foi necessário que previamente uma superfície fosse preparada para o depósito da gota que foi analisada. O material escolhido foi o aço Inox do qual foi feito o polimento gerando uma superfície de 0,04 a 0,1 μm .

Depois de feita a dispersão no ultrassônico por 30 minutos, as amostras foram levadas ao departamento de química da USP para as medidas dos ângulos de contato. Foi utilizado uma câmera interligada ao *software* Surfaceware 9, Figura 15, para as medições. Na superfície, livre de alguma sujeira ou corpo estranho, foi depositada uma gota de 10 μL em volume de cada nanofluido, assim a câmera projeta a medida no software e o operador do equipamento traça tangentes à curvatura da gota que se forma em contato à superfície. A incerteza desse instrumento é de $\pm 1^\circ$.

Figura 15- Câmera e computador para as fotografias dos ângulos de contato utilizando o software Surfaceware 9

Fonte: Autor da tese

Após as medições para cada nanofluido a superfície foi higienizada com álcool etílico para não haver contaminação entre os nanofluidos.

3.1.4 Procedimento experimental para medidas de microscopia eletrônica (NTA)

As amostras após preparadas como descrito no capítulo 3.1 foram levadas até o Centro de Ciências e Tecnologia de Materiais (CCTM) no IPEN para que as medidas fossem executadas.

O NTA foi realizado no equipamento NS300 da Malvern, Figura 16, e o *software* utilizado foi o NanoSight. As amostras foram colocadas em seringas com 10 ml e assim depositadas dentro do equipamento para as medições. Cada amostra se encontrou dentro do equipamento por volta de 5 minutos para a criação de cada relatório com os gráficos e imagens sobre as nanopartículas.

Os resultados apresentados pelo software foram vídeos assim para a exposição neste trabalho foram retiradas algumas fotos e assim convertidos em imagem para análise, foram gerados também relatórios na extensão pdf que podem ser consultados no Anexo 2 deste trabalho.

Figura 16 – Equipamento NS300 da Malvern, software NanoSight.

Fonte: Catálogo Fabricante Malvern.

3.1.5 Procedimento experimental para medidas de condutividade elétrica

Neste trabalho foram executadas medidas na temperatura na faixa de 20°C para entender melhor como a concentração influencia nessas propriedades, para a leitura da condutividade elétrica foi utilizado o instrumento da Figura 17 com a incerteza de medição de $\pm 1\%$.

Figura 17 - Medidor Ômega CDH-7021.

Fonte: <https://br.omega.com>

Para as medições, deve-se seguir os passos já indicados no item Procedimento experimental para a agitação das amostras, após isso as medidas foram feitas em um ambiente com a temperatura controlada e o equipamento com a ponteira toda submersa no fluido e na posição vertical.

3.1.5 Procedimento experimental para medidas de condutividade térmica

Para as medidas da condutividade térmica foi necessário que toda a solução preenchesse totalmente o frasco a fim de evitar erros nas medidas, como o equipamento para a medição da condutividade térmica KD2 PRO Figura 18 realiza uma média entre o valor da condutividade do ar contido no frasco e do fluido estudado.

Figura 18– Equipamento de medição da condutividade térmica KD2PRO.

Fonte: Autor da tese.

As amostras foram preparadas conforme capítulo 3 e colocadas em frascos dedicados a cada nanofluido e concentração. Para as medições com a temperatura elevada (30 a 50 °C) foi feito um sistema de imersão das amostras em um banho a fim de controlar a temperatura. A incerteza desse instrumento é de KD2 PRO $\pm 5\%$ de 0,2 à 2 W/m K que pode ser consultada no Apêndice 1 deste trabalho

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Resultados Viscosidade antes da irradiação

Seguindo o procedimento experimental de agitação das amostras e utilizando o equipamento LVDV-I PRIME, obtivemos as medidas da Tabela 7 do qual gerou-se o gráfico da Figura 19 abaixo na temperatura de 26°C em % das concentrações em volume:

Tabela 7- Resultados experimentais da viscosidade dos nanofluidos.

Viscosidades (cP) - $\pm 0,06$ cP			
Nanofluido	Concentrações (%)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO ₂	1,36	1,34	1,28
Al ₂ O ₃	1,36	1,34	1,33
TiO ₂	1,37	1,33	1,30

Fonte: Autor da tese

Figura 19- Resultados experimentais da viscosidade versus concentração em volume dos nanofluidos.

Fonte: Autor da tese

Podemos visualizar que as viscosidades se mantêm muito próximas, principalmente nas concentrações maiores das nanopartículas.

Utilizando as referências bibliográficas como Lide (1990) e Mills (1993) a fim de checar se há discrepância nos dados experimentais retiramos os dados abaixo à 25°C:

- Viscosidade de água adotada: 0,891 cP
- Peso Molecular da água: 18,02 g/mol
- Densidade da água 0,997 g/ml

Com os dados acima foram calculadas as viscosidades teóricas de cada nanofluido, não se faz necessário os cálculos para cada tipo de nanofluido pois os cálculos levam em consideração somente a viscosidade do fluido base e a concentração de nanopartículas e essas variáveis são comuns para cada nanofluido. Os resultados podem ser vistos na Tabela 8.

Tabela 8- Resultados teóricos de alguns modelos matemáticos. Modelo Corcione (empírico) considerado $d_p=60\text{nm}$.

Viscosidades (cP) $\pm 0,06$ cP			
Modelos matemáticos	Concentrações (%)		
	0,1	0,01	0,001
Einstein (1956) $\mu_{nf} = (1 - 2,5\phi_v)\mu_f$	0,893	0,891	0,891
Brinkman (1952) $\mu_{nf} = \frac{1}{(1 - \phi_v)^{2,5}}\mu_f$	0,893	0,891	0,891
Batchelor (1977) $\mu_{nf} = (1 + 2,5\phi_v + 6,5\phi_v^2)\mu_f$	0,893	0,891	0,891
Wang et al. (1999) $\mu_{nf} = (1 + 7,3\phi_v + 123\phi_v^2)\mu_f$	0,898	0,892	0,891
Maiga et al (2004) $\mu_{nf} = (1 + 0,19\phi_v + 306\phi_v^2)\mu_f$	0,891	0,891	0,891
Corcione (2011) $\mu_{nf} = \frac{1}{\left[1 - 34,87\left(\frac{d_p}{d_f}\right)^{-0,3} \times \phi_v^{1,03}\right]}\mu_f$	0,891	0,891	0,891

Fonte: Autor da tese

Abaixo seguem os gráficos das Figuras 20, 21 e 22 apresentando os resultados adquiridos.

Figura 20- Comparação dos resultados teóricos versus resultados experimentais ZrO_2 em diferentes concentrações (% vol.)

Fonte: Autor da tese

Figura 21 - Comparação dos resultados teóricos versus resultados experimentais Al_2O_3 em diferentes concentrações (% vol.)

Fonte: Autor da tese

Figura 22- Comparação dos resultados teóricos versus resultados experimentais TiO_2 em diferentes concentrações (% vol.)

Fonte: Autor da tese

Pode-se observar que as viscosidades dos modelos apresentados se mantêm muito próximas entre si e também bem próximas do valor de viscosidade da água retirado de Lide (1990) e Mills (1993). O comportamento se assemelha as medições experimentais dos nanofluidos, com o acréscimo da concentração houve o incremento da viscosidade, porém existe um grande *gap* entre os modelos matemáticos e os resultados experimentais.

4.2 Resultados Viscosidade após a irradiação

Foram obtidas as medidas para 1MGy, Tabela 9, e 2MGy, Tabela 10, na temperatura de 26°C nas % das concentrações em volume.

Dose 1MGy

Tabela 9- Resultados experimentais da viscosidade dos nanofluidos após a irradiação, dose 1MGy.

Viscosidades (cP) $\pm 0,06$ cP		
Nanofluido	Concentrações (%)	
	0,01	0,001
ZrO ₂	-	1,34
Al ₂ O ₃	-	1,36
TiO ₂	1,36	1,35

Fonte: Autor da tese

Dose 2MGy

Tabela 10- Resultados experimentais da viscosidade dos nanofluidos após a irradiação, dose 2MGy.

Viscosidades (cP) $\pm 0,06$ cP		
Nanofluido	Concentrações (%)	
	0,01	0,001
ZrO ₂	-	1,35
Al ₂ O ₃	-	1,36
TiO ₂	1,34	1,34

Fonte: Autor da tese

Para uma melhor visualização, abaixo seguem os gráficos , Figuras 23 a 26, das viscosidades comparadas antes e após a irradiação nas diferentes doses e concentrações.

Figura 23- Comparação dos resultados experimentais antes e após da irradiação no nanofluido ZrO₂.

Fonte: Autor da tese

Figura 24- Comparação dos resultados experimentais antes e após da irradiação no nanofluido Al_2O_3

Fonte: Autor da tese

Figura 25- Comparação dos resultados experimentais antes e após da irradiação no nanofluido TiO_2 concentração 0,001% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 26- Comparação dos resultados experimentais antes e após da irradiação no nanofluido TiO_2 concentração 0,01% em volume.

Fonte: Autor da tese

Conforme os resultados acima, podemos afirmar que após os nanofluidos serem expostos à radiação, as viscosidades se mantem muito próximas umas das outras e a pequena alteração que podemos observar, na maioria das medições, mostra um aumento suave quando eles são expostos à radiação, entretanto ainda estão dentro da incerteza de medição é de $\pm 0,06$.

4.3 Resultados Densidade antes da irradiação

Conforme abordado no capítulo 3.1.2 o levantamento dos dados para os cálculos de densidade tem como princípio medir a massa do béquer quando ele está cheio e dele vazio, assim a diferença das massas dos dois dividido pelo o volume que ele ocupa será a medida final da densidade do fluido. Desta forma segue o exemplo de um dos cálculos e o restante pode ser encontrado no Apêndice 2 deste trabalho.

ZrO_2 0,1%

Média da massa béquer vazio: 34,67 g

Média da massa béquer cheio: 44,29 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,29 - 34,67}{10} = 0,993 \frac{g}{ml}$$

Para todos os nanofluidos os resultados seguem na Tabela 11 lembrando que a balança utilizada apresenta uma incerteza de no máximo 500g/0,1mg.

Tabela 11- Resultados experimentais da densidade em diversas concentrações.

Densidade (g/ml)			
Nanofluido	Concentrações (%)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO ₂	0,993	0,983	0,979
TiO ₂	0,981	0,972	0,983
Al ₂ O ₃	0,985	0,984	0,970

Fonte: Autor da tese.

Podemos concluir que os valores são muito próximos ao da água e não possuindo grande variação entre si. Há um pequeno aumento na densidade para concentrações elevadas, porém como o trabalho utiliza concentrações próximas da água a diferença não é significativa.

4.4 Resultados Densidade após a irradiação

Os resultados da densidade após a irradiação podem ser visualizados na Tabela 12.

Tabela 12- Resultados experimentais da densidade em diversas concentrações após a irradiação.

Densidade (g/ml)				
Nanofluido	1MGy		2MGy	
	Concentrações (%)			
	0,01	0,001	0,01	0,001
ZrO ₂	-	0,954	-	0,985
TiO ₂	0,983	0,981	0,984	0,990
Al ₂ O ₃	-	0,976	-	0,984

Fonte: Autor da tese.

Com a análise dos resultados, pode-se concluir que os valores são muito próximos ao da água após a irradiação também e não possuindo grande variação entre si. Não é possível estabelecer uma razão de acréscimo ou decréscimo da densidade devido a exposição à radiação, pois os resultados se divergem entre nanofluidos diferentes, como o método utilizado não foi muito preciso por falta de um equipamento especializado na medição da densidade as conclusões e comparações ficam um pouco limitadas.

4.5 Resultados Ângulo de Contato antes da irradiação

Para as medidas dos ângulos de contato, foi utilizado uma câmera interligada ao *software* Surfaceware 9 concedidos pelo o laboratório de química da USP. A superfície escolhida foi a de Aço Inox polida e o volume da gota depositado na superfície foi de 10 μ L.

Com o equipamento mencionado anteriormente, foram obtidas algumas imagens que podem ser consultadas no Apêndice 3 deste trabalho, porém para exemplificar podemos ver as medidas do nanofluido ZrO₂ na Figura 27 e na Tabela 13 seguem os resultados para todos os nanofluidos para a temperatura ambiente de 20°C.

Figura 27- Medida do ângulo de contato do nanofluido ZrO₂ à superfície, concentração 0,1% em volume.

Fonte: Autor da tese

Tabela 13- Resultados experimentais do ângulo de contato em diversas concentrações.

Ângulo de Contato (°)			
Nanofluido	Concentrações (%)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO ₂	63,728	67,689	65,082
Al ₂ O ₃	65,746	68,480	65,024
TiO ₂	63,514	49,548	65,771

Fonte: Autor da tese.

4.6 Resultados Ângulo de Contato após a irradiação

Foram feitos ensaios para os nanofluidos após a irradiação e os resultados se encontram na Tabela 14, temperatura de 20°C.

Tabela 14- Resultados experimentais do ângulo de contato em diversas concentrações após a irradiação.

Ângulo de Contato (°)				
Nanofluido	1MGy		2MGy	
	Concentrações (%)			
	0,01	0,001	0,01	0,001
ZrO ₂	-	54,632	-	50,971
TiO ₂	54,665	54,581	57,266	68,726
Al ₂ O ₃	-	50,971	-	63,098

Fonte: Autor da tese.

Pode-se concluir que os valores não mostraram uma convergência de resultados, isso pode ser devido, apesar de polida, a superfície do qual foi depositada a gota ainda possuir algumas imperfeições e assim causar discrepância nos resultados.

4.7 Resultados Análises Microscópicas antes da irradiação

4.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

Alguns testes foram realizados com amostras de nanofluidos de Al₂O₃ e ZrO₂ e apresentados no Relatório Científico de Progresso da FAPESP intitulado: Estudo da

Influência da radiação ionizante sobre os nanofluidos visando aplicações em novas gerações de reatores nucleares, número: 2013/11703-2 (2016) do qual deu origem a essa dissertação de mestrado. Devido a falta de disponibilidade do equipamento, os resultados apresentados servirão como base orientativa do comportamento dos nanofluidos, já que algumas amostras diferem da dissertação apresentada.

Para este teste as amostras foram preparadas na concentração volumétrica de 10% e visualizadas em microscópio eletrônico de varredura, no CCTM/IPEN.

Após a dispersão no ultrassônico, as soluções foram colocadas diretamente sobre o porta-amostras (latão ou alumínio) e analisadas em microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol, modelo JSM 6701F, operando em 5 kV a uma distância de trabalho de 3,0 mm. Os resultados das visualizações do nanofluido de Al_2O_3 são apresentadas na Figura 28.

Figura 28 – Análise de visualização das amostras de nanofluidos de Al_2O_3 na concentração volumétrica de 10% em microscópio eletrônico de varredura (SEM-FEG).

Fonte: ROCHA, M. S. (2016)

Na Figura 29 temos os resultados da visualização das amostras de nanofluidos de ZrO_2 na concentração volumétrica de 10%.

Figura 29 – Análise de visualização das amostras de nanofluidos de ZrO_2 na concentração volumétrica de 10% em microscópio eletrônico de varredura.

Fonte: ROCHA, M. S. (2016)

Observa-se que apesar das amostras de nanofluido de Al_2O_3 terem sido submetidas ao processo de dispersão ultrassônica, elas encontram-se aglomeradas. As aglomerações possuem forma de flocos com dimensões que chegam a 500 nm. A Figura 29, nota-se que as nanopartículas de ZrO_2 estão mais dispersas sendo que o formato das amostras é nitidamente esférico. Observa-se pela análise dimensional que as nanopartículas observadas nas amostras estão em acordo com as especificações do fabricante ($<100\text{nm}$), sendo que a maior parte das nanopartículas possuem dimensões entre 10 nm e 50 nm.

Na Figura 30 podemos visualizar as amostras na concentração em volume de 5% de Al_2O_3 (a,b) e ZrO_2 (c,d).

Figura 30 – Visualização das amostras de nanofluidos de Al_2O_3 (a,b) e ZrO_2 (c,d) na concentração volumétrica de 5% em microscópio eletrônico de varredura.

(a)

(b)

(c)

(d)

Fonte: ROCHA, M. S. (2016)

Nas amostras de Al_2O_3 , Figura 30 (a-b), observa-se que apesar do processo de homogeneização da amostra há aglomeração de nanopartículas formando partículas maiores. Nas amostras de ZrO_2 , Figura 30 (c-d), as nanopartículas também apresentam aglomeração e possuem forma esférica. Nos dois casos as dimensões das nanopartículas estão dentro da especificação do fabricante (< 100 nm).

4.7.2 Análise de Rastreamento de Nanopartículas

Os testes realizados foram feitos nas amostras Al_2O_3 , ZrO_2 , e TiO_2 nas concentrações de 0,001% em volume. Para cada nanofluido foi reportado um relatório e eles se encontram no Anexo 2 deste trabalho.

Dos resultados reportados pelo NanoSight temos o SD que é uma medida da largura (espalhamento) do tamanho de distribuição do perfil. Temos também os valores de D10, D50 e D90 correspondente às porcentagens de 10%, 50% e 90% sob o tamanho de partícula relatado dando assim outra indicação da distribuição dos tamanhos das partículas na amostra. O dado coletado *Mode* (modo) é o pico da distribuição de frequência, ou pode ser mais fácil visualizá-lo como o pico mais alto visto na distribuição. O modo representa o tamanho da partícula (ou faixa de tamanho) mais comumente encontrada na distribuição, já o *Mean* (média) é um valor calculado semelhante ao conceito de média. Existem várias definições de média porque o valor médio está associado à base do cálculo da distribuição (número, superfície, volume). Os resultados da difração a laser são relatados com base no volume, portanto, a média do volume pode ser usada para definir o ponto central, embora a mediana seja mais frequentemente usada do que a média ao usar esta técnica. A equação para definir a média do volume é apresentada na Equação (23). A melhor maneira de pensar sobre esse cálculo é pensar em uma tabela de histograma mostrando os limites superior e inferior de n canais de tamanho, juntamente com a porcentagem nesse canal. O valor D_i para cada canal é a média geométrica, a raiz quadrada dos diâmetros superior x inferior. Para o numerador, leve o D_i geométrico à quarta potência x a porcentagem naquele canal, somada a todos os canais. Para o denominador, leve o D_i geométrico à terceira potência x a porcentagem naquele canal, somada a todos os canais.

$$D[4,3] = \frac{\sum_1^n D_i^4 v_i}{\sum_1^n D_i^3 v_i} \quad (23)$$

Assim temos os resultados abaixo com os respectivos gráficos nas Figuras 31 e 32.

Al₂O₃ – 0,001% em volume

Mean: 171.1 +/- 4.6 nm

Mode: 133.2 +/- 22.3 nm

SD: 63.5 +/- 2.2 nm

D10: 84.1 +/- 8.4 nm

D50: 171.7 +/- 3.6 nm

D90: 240.7 +/- 10.3 nm

Concentração: 7.24e+008 +/- 5.43e+007 partículas/ml

As linhas dos gráficos gerados no NanoSight possuem intervalos de mais ou menos 1 minuto de intervalo entre elas, assim podemos verificar que mesmo a amostra em repouso as nanopartículas se movimentam.

Figura 31 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, Al₂O₃ em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight.

O próximo gráfico, Figura 32, foi gerado a partir dos dados da Figura 31, nele são expostos os maiores resultados e eliminado os valores intermediários.

Figura 32 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight.

A Figura 33 apresenta uma fotografia gerada pelo vídeo do relatório do NanoSight após um minuto ao realizar o teste. Para cada nanofluido foram em torno de 5 vídeos com intervalo de 1 minuto para cada um deles, assim podemos ver o quinto minuto na Figura 34.

Neste trabalho as fotografias expostas correspondem ao primeiro e último minuto, assim podemos visualizar melhor o efeito da aglomeração das partículas conforme o tempo em repouso.

Figura 33 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight.

Figura 34 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight.

Podemos observar que com o tempo as partículas começam a ser atraídas umas pelas outras.

Os próximos resultados abaixo seguem a mesma raciocínio utilizado e apresentado acima sobre os relatórios do NanoSight. Os respectivos gráficos seguem nas Figuras 35 e 36, as imagens seguem nas Figuras 37 e 38.

TiO₂ – 0,001% em volume

Mean: 129.1 +/- 2.6 nm

Mode: 117.6 +/- 19.7 nm

SD: 48.7 +/- 0.9 nm

D10: 58.9 +/- 4.2 nm

D50: 131.7 +/- 2.9 nm

D90: 191.3 +/- 7.1 nm

Concentração: 8.41e+008 +/- 4.03e+007 partículas/ml

Figura 35 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, TiO₂ em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 36 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, TiO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 37 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido TiO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 38 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido TiO_2 ,

Fonte – Relatório NanoSight

Para as medidas do ZrO_2 , seguem os gráficos nas Figuras 39 e 40, as imagens seguem nas Figuras 41 e 42.

ZrO_2 – 0,001% em volume

Mean: 141.1 +/- 1.2 nm

Mode: 145.2 +/- 9.1 nm

SD: 31.8 +/- 0.9 nm

D10: 98.6 +/- 2.7 nm

D50: 139.8 +/- 0.8 nm

D90: 182.1 +/- 2.2 nm

Concentração: 2.01e+009 +/- 7.93e+007 partículas/ml

Figura 39 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, ZrO_2 em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 40 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 41 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 42 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

4.8 Resultados Análises Microscópicas após a irradiação

4.8.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

Por falta de equipamento disponível para o uso no período estipulado para a conclusão da tese, não foram realizados testes nas amostras após a irradiação.

4.8.2 Análise de Rastreamento de Nanopartículas

Para as medidas do Al_2O_3 , após a irradiação de 1MGy, seguem os gráficos nas Figuras 43 e 44, as imagens seguem nas Figuras 45 e 46.

Al_2O_3 – 0,001% em volume

Mean: 110.9 +/- 23.7 nm

Mode: 60.2 +/- 30.4 nm

SD: 81.5 +/- 20.4 nm

D10: 28.5 +/- 7.0 nm

D50: 77.2 +/- 27.1 nm

D90: 239.4 +/- 52.5 nm

Concentração: 2.69e+008 +/- 4.16e+007 partículas/ml

Figura 43 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, Al_2O_3 em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 44 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 45 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 46 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido Al_2O_3 .

Fonte – Relatório NanoSight

Para as medidas do TiO_2 (0,001%), após a irradiação de 1MGy, seguem os gráficos nas Figuras 47 e 48, as imagens seguem nas Figuras 49 e 50.

TiO_2 – 0,001% em volume

Mean: 61.7 +/- 11.8 nm

Mode: 38.6 +/- 7.4 nm

SD: 53.5 +/- 15.1 nm

D10: 18.2 +/- 0.6 nm

D50: 45.2 +/- 6.8 nm

D90: 113.6 +/- 35.0 nm

Concentração: $1.29\text{e}+008$ +/- $2.49\text{e}+007$ partículas/ml

Figura 47 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, TiO_2 em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 48 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, TiO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 49 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido TiO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 50 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido TiO_2 ,

Fonte – Relatório NanoSight

Para as medidas do ZrO_2 , após a irradiação de 1MGy, seguem os gráficos nas Figuras 51 e 52, as imagens seguem nas Figuras 53 e 54.

ZrO_2 – 0,001% em volume

Mean: 146.1 +/- 5.8 nm

Mode: 133.3 +/- 5.1 nm

SD: 52.1 +/- 8.5 nm

D10: 86.9 +/- 5.8 nm

D50: 140.1 +/- 4.1 nm

D90: 211.2 +/- 6.7 nm

Concentração: 4.67e+008 +/- 2.87e+007 partículas/ml

Figura 51 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre a Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, ZrO_2 em minutos distintos.

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 52 – Gráfico gerado pelo NanoSight sobre as maiores concentrações da Distribuição do tamanho das partículas pela concentração em mililitro, ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 53 – Fotografia do primeiro minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Figura 54 – Fotografia do 5º minuto do vídeo gerado no NanoSight, nanofluido ZrO_2 .

Fonte – Relatório NanoSight

Podemos notar o mesmo comportamento para os nanofluidos diferentes, após a irradiação há uma maior aglomeração de partículas.

4.9 Resultados Condutividade elétrica antes da irradiação

Neste trabalho foram executadas medidas na temperatura somente em 20°C para entender melhor como a concentração influencia nessas propriedades

Para as medidas, deve-se seguir os passos já indicados no item Procedimento experimental para a agitação das amostras, após isso as medidas foram feitas em um ambiente com a temperatura controlada e o equipamento com a ponteira toda submersa no fluido e na posição vertical.

Após cerca de 8 medidas na mesma condição tivemos que para o nanofluido ZrO_2 antes de ser irradiado uma diminuição na condutividade elétrica conforme havia um decréscimo na concentração (apresentado na Tabela 15).

Tabela 15 – Resultados experimentais antes da irradiação do nanofluido ZrO_2

ZrO_2	
Concentrações (%. vol.)	Condutividade Elétrica (uS/cm)
0,1	156
0,01	14
0,001	12

Fonte: Autor da tese

Medidas com outros nanofluidos e outras concentrações foram feitas, mas por falta de um equipamento mais preciso, os resultados obtidos em sua maioria foram 0 uS/cm, principalmente com a elevação da temperatura.

4.10 Resultados Condutividade elétrica após a irradiação

Após a irradiação, foram seguidos os mesmos passos do procedimento experimental para as novas medidas e todas elas, independente da temperatura, foram iguais a zero.

4.11 Resultados Condutividade térmica antes da irradiação

Para as tabelas e gráficos apresentados abaixo, os pontos utilizados são uma média de ± 8 pontos, detalhes sobre as medidas podem ser encontrados do Apêndice 4 e 5 deste trabalho.

Os resultados experimentais das amostras antes da irradiação para a temperatura de 20°C ($\pm 2^{\circ}\text{C}$) seguem na Tabela 16 e o gráfico na Figura 55.

Tabela 16 – Resultados experimentais dos nanofluidos antes da irradiação, $T=20^{\circ}\text{C}$. Incerteza de $\pm 5\%$ de 0,2 à 2 W/m K

ZrO₂		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	Temperatura (°C)
0,1	0,695	20
0,01	0,656	20
0,001	0,582	20
TiO₂		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	Temperatura (°C)
0,1	0,695	20
0,01	0,865	20
0,001	0,581	20
Al₂O₃		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	Temperatura (°C)
0,1	0,823	20
0,01	0,614	20
0,001	0,602	20

Fonte: Autor da tese

Figura 55 – Plotagem das curvas de condutividade térmica de cada nanofluido em concentrações (% vol.) diferentes.

Fonte: Autor da tese

Podemos visualizar que para ZrO₂ e Al₂O₃ há um aumento da condutividade conforme o aumento da concentração das nanopartículas. Para o TiO₂ isso acontece bruscamente até uma determinada concentração e após ela decresce.

Para os resultados da Tabela 17 e Figura 56, foram considerados as concentração de 0,1% de cada nanofluido em 4 temperaturas (± 2°C) distintas.

Tabela 17 – Resultados experimentais dos nanofluidos antes da irradiação com variação de temperatura.

0,1% vol. ZrO ₂	
Temperatura (°C)	k (W/mK)
20	0,695
30	0,846
40	1,846
50	2,000
0,1% vol. TiO ₂	
Temperatura (°C)	k (W/mK)
20	0,695
30	0,766
40	0,906
50	1,419
0,1% vol. Al ₂ O ₃	
Temperatura (°C)	k (W/mK)
20	0,823
30	0,830
40	0,894
50	1,697

Fonte: Autor da tese

Figura 56– Plotagem das curvas de condutividade térmica de cada nanofluido na concentração de 0,1% vol. em diferentes temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Analisando os nanofluidos em uma isolada concentração, podemos concluir que há um aumento significativo, cerca de até 75% mais alta com o dobro da temperatura. Os resultados isolados de cada nanofluido em diversas temperaturas e concentrações diferentes antes a irradiação do mesmo seguem nas Tabelas 18, 19 e 20 e nas Figuras 57, 58 e 59.

Tabela 18– Variação da condutividade térmica do nanofluido ZrO₂ em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

ZrO ₂	0,1	0,01	0,001
Temperatura (°C)	k (W/mK)	k (W/mK)	k (W/mK)
20	0,695	0,656	0,582
30	0,846	0,907	0,639
40	1,846	0,973	0,766
50	2,000	1,972	1,005

Fonte: Autor da tese

Figura 57– Representação gráfica da variação da condutividade térmica do nanofluido ZrO_2 em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Tabela 19 – Variação da condutividade térmica do nanofluido TiO_2 em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

TiO_2	0,1	0,01	0,001
Temperatura (°C)	k (W/mK)	k (W/mK)	k (W/mK)
20	0,695	0,865	0,581
30	0,766	0,711	0,611
40	0,906	1,131	0,84
50	1,419	2,261	1,853

Fonte: Autor da tese

Figura 58– Representação gráfica da variação da condutividade térmica do nanofluido TiO_2 em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Tabela 20 – Variação da condutividade térmica do nanofluido Al_2O_3 em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

Al_2O_3	0,1	0,01	0,001
Temperatura (°C)	k (W/mK)	k (W/mK)	k (W/mK)
20	0,823	0,614	0,602
30	0,830	0,633	0,758
40	0,894	0,464	0,958
50	1,697	0,586	1,683

Fonte: Autor da tese

Figura 59 – Representação gráfica da variação da condutividade térmica do nanofluido Al_2O_3 em diversas concentrações (%) em volume para diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Podemos observar que para maiores temperaturas e maiores concentrações de nanopartículas, a condutividade térmica aumenta significativamente no nanofluido com partículas de ZrO_2 . Já para o TiO_2 , nas diferentes concentrações a condutividade se manteve muito próximas entre si mesmo com o aumento de temperatura, o que também ocasionou no aumento da condutividade. Para a nanofluido Al_2O_3 a relação entre aumento da condutividade térmica com o aumento da temperatura ficou bem evidente nas concentrações 0,001 e 0,1% em volume, porém para 0,01% o resultado ficou fora do esperado tendo uma condutividade térmica mais baixa para altas temperaturas, como um trabalho experimental, não podemos descartar que algum erro no aparelho, ou posicionamento do mesmo, e o método para manter a amostra aquecida possa ter ocasionado um desvio nas medições.

Para um estudo mais aprofundado das medições adquiridas, conforme apresentado anteriormente, o modelo matemático que será utilizado para a comparação dos resultados teóricos x experimentais é o do Maxwell, Equação (5). Este modelo leva em consideração, as condutividades do fluido, e a concentração das partículas e a condutividade térmica de cada material, este foi pesquisado no site AZO Materials (<https://www.azom.com>), assim foram adotados os valores a seguir:

- Partículas de Al_2O_3 : 33 (W/mK)
- Partículas de TiO_2 : 5 (W/mK)
- Partículas de ZrO_2 : 3 (W/mK)

Utilizando esses dados acima, foram obtidos os resultados pelo modelo de Maxwell na Tabela 21.

Tabela 21 – Resultados teóricos dos nanofluidos antes da irradiação com variação de temperatura; Modelo matemático Maxwell (1873 apud CHOI, 1995).

Temperatura 20°C / Água : 0,514 (W/mK)			
Condutividade térmica k (W/mK)			
Modelo matemático Maxwell	Concentrações (% vol.)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO_2	0,659	0,527	0,515
TiO_2	0,694	0,530	0,516
Al_2O_3	0,757	0,534	0,516
Temperatura 30°C / Água : 0,615 (W/mK)			
Condutividade térmica k (W/mK)			
Modelo matemático Maxwell	Concentrações (% vol.)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO_2	0,771	0,629	0,616
TiO_2	0,817	0,633	0,617
Al_2O_3	0,902	0,639	0,617
Temperatura 40°C / Água : 0,627 (W/mK)			
Condutividade térmica k (W/mK)			
Modelo matemático Maxwell	Concentrações (% vol.)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO_2	0,784	0,641	0,628
TiO_2	0,831	0,645	0,629
Al_2O_3	0,919	0,651	0,629
Temperatura 50°C / Água : 0,641 (W/mK)			
Condutividade térmica k (W/mK)			
Modelo matemático Maxwell	Concentrações (% vol.)		
	0,1	0,01	0,001
ZrO_2	0,800	0,655	0,642
TiO_2	0,848	0,659	0,643
Al_2O_3	0,939	0,666	0,643

Fonte: Autor da tese

Para podermos visualizar melhor os resultados, foi escolhido a temperatura de 20°C para a plotagem dos pontos, assim no gráfico da Figura 60, o fluido que apresenta a maior condutividade térmica é o Al_2O_3 e como já comentado em outros tópicos, a condutividade térmica aumenta conforme o incremento da concentração das nanopartículas. Analisando a Tabela 21, podemos concluir também que com o incremento da temperatura a condutividade também aumenta.

Figura 60 – Plotagem das curvas teóricas de condutividade térmica de cada nanofluido segundo equação de Maxwell (1873), $T = 20^\circ\text{C}$.

Fonte: Autor da tese

Após a plotagem da curva Figura 60, foram feitos gráficos dedicados à cada nanofluido para que a comparação dos resultados experimentais e teóricos ficassem mais visíveis, assim seguem as Figuras 61,62 e 63.

Figura 61 – Comparativo modelo teórico de Maxwell (1873) e experimental ZrO_2 nas concentrações de 0,1, 0,01, 0,001% vol. em diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Figura 62 – Comparativo modelo teórico de Maxwell (1873) e experimental TiO_2 nas concentrações de 0,1, 0,01, 0,001% vol. em diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Figura 63 – Comparativo modelo teórico de Maxwell (1873) e experimental Al_2O_3 nas concentrações de 0,1, 0,01, 0,001% vol. em diversas temperaturas.

Fonte: Autor da tese

Para todos os nanofluidos, podemos ver que para as temperaturas mais baixas, até 40°C, elas se mantêm bem próximas ao modelo experimental de Maxwell. Após isso, a condutividade térmica praticamente duplica o valor, o motivo de apresentar esse desvio grande é dado pela imprecisão do aparelho e também na imprecisão de controle da temperatura do ambiente quando se trata de medidas com a temperatura elevada.

4.12 Resultados Condutividade térmica após a irradiação

Após a irradiação em algumas das concentrações avaliadas acima, foi obtido os resultados abaixo para a temperatura de 20°C ($\pm 2^\circ\text{C}$).

4.12.1 Comparativos ZrO₂

Seguem os resultados na Tabela 22 e Figura 64.

Tabela 22 – Resultados experimentais após a irradiação nas doses de 1MGy e 2MGy.

ZrO ₂ 1MGy		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro
0,001	0,612	0,0597
ZrO ₂ 2MGy		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro
0,001	0,601	0,0559

Fonte: Autor da tese

Figura 64 – Comparativo da condutividade térmica antes a após irradiação em diferentes doses nas concentrações de 0,001% vol.

Fonte: Autor da tese

4.12.2 Comparativos TiO₂

Seguem os resultados na Tabela 23 e Figura 65 e 66.

Tabela 23 – Resultados experimentais após a irradiação nas doses de 1MGy e 2MGy.

TiO ₂ 1MGy			TiO ₂ 2MGy		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro	Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro
0,01	0,657	0,0066	0,01	0,632	0,0816
0,001	0,623	0,0628	0,001	0,685	0,0168

Fonte: Autor da tese

Figura 65 – Comparativo da condutividade térmica antes a após irradiação em diferentes doses nas concentrações de 0,01% vol.

Fonte: Autor da tese

Figura 66 – Comparativo da condutividade térmica antes a após irradiação nas concentrações de 0,001% vol.

Fonte: Autor da tese

4.12.3 Comparativos Al_2O_3

Seguem os resultados na Tabela 24 e Figura 67.

Tabela 24 – Resultados experimentais após a irradiação nas doses de 1MGy e 2MGy.

Al_2O_3 1MGy		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro
0,001	0,540	0,0072
Al_2O_3 2MGy		
Concentrações (% vol.)	k (W/mK)	erro
0,001	0,531	0,0532

Fonte: Autor da tese

Figura 67 – Comparativo da condutividade térmica antes a após irradiação em diferentes doses nas concentrações de 0,001% vol.

Fonte: Autor da tese

5 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para uma melhor visualização de todos os testes executados, segue a Tabela 25 com o resumo de todos os aspectos analisados.

Tabela 25 – Quadro de resumos das análises executadas

TESTES		NANOFLUIDOS					
		Al ₂ O ₃		TiO ₂		ZrO ₂	
		N.I.	I.	N.I.	I.	N.I.	I.
Condutividade térmica	Temperatura	X	-	X	-	X	-
	Concentração	X	X	X	X	X	X
Viscosidade	Temperatura	-	-	-	-	-	-
	Concentração	X	X	X	X	X	X
Condutividade elétrica	Temperatura	-	-	-	-	-	-
	Concentração	X	X	X	X	X	X
Ângulo de contato Superficial	Temperatura	-	-	-	-	-	-
	Concentração	X	X	X	X	X	X
Densidade	Temperatura	-	-	-	-	-	-
	Concentração	X	X	X	X	X	X
Microscopia Eletrônica	Temperatura	-	-	-	-	-	-
	Concentração 0,001%	X	X*	X	X*	X	X*

N.I.= Não irradiados

I. = Irradiados nas doses 1 MGy e 2 MGy

* Irradiados a dose de 1 MGy

Fonte: Autor da tese

5.1 Viscosidade

Analisando os resultados na sequência do que foram apresentados, a primeira propriedade a ser discutida será a viscosidade. As nanopartículas adquiridas possuem a média de mesmo tamanho de diâmetro, assim, conforme apresentado no capítulo 4.1 as comparações com os modelos matemáticos ficaram discrepantes, os nanofluidos estudados neste trabalho possuem uma diferença grande com a literatura apresentada, o incremento de viscosidade se assemelha entre as concentrações (perfil da curva é

semelhante) porém os valores chegam a ser quase 30% maiores no levantamento experimental.

Após a irradiação dos nanofluidos, o comportamento observado foi que essa exposição não causou nenhuma mudança significativa na viscosidade, há uma elevação, porém, muito suave e esse acréscimo não está diretamente ligado à dose recebida, pois esse comportamento varia para cada fluido.

Por fim, pode-se concluir que o aumento da viscosidade dos nanofluidos está diretamente ligado ao incremento da concentração de partículas. Após a radiação, o aumento da viscosidade pode ser ocasionado pela aglomeração das nanopartículas, mesmo seguindo os passos para preparação das amostras.

5.2 Densidade

Pelos resultados apresentados sobre a densidade, pode-se notar que a densidade teve um pequeno aumento conforme o acréscimo da concentração e também uma variação entre si conforme expostos a radiação ou não, porém como o método utilizado não é muito preciso, as conclusões e comparações ficam um pouco limitadas, então podemos concluir que para próximos estudos se faz necessário a utilização de outro método/equipamento para resultados mais precisos, porém o que podemos acrescentar é que a densidade não é muito distinta ao da água e a variação entre os nanofluidos não é muito alta.

5.3 Ângulo de Contato

O ângulo de contato decresce com o incremento da concentração, porém como neste estudo as concentrações são muito próximas e de baixo valor, os ângulos de contato apresentam um valor muito semelhantes entre as concentrações e em relação as amostras que foram expostas à radiação. A média dos ângulos de contato ficou em 61,2 graus, mais elevado do que da água na temperatura ambiente Motta (2012) apresentando assim que os nanofluidos possuem um grau de molhabilidade mais elevado que o fluido base.

5.4 Análises Microscópicas

Podemos visualizar que houve uma aglomeração de partículas após a irradiação, isto pode ser devido a alteração do pH da amostra, porém não é possível concluir se cada uma das amostras teve o mesmo efeito, ou seja, a variação do pH de uma amostra exposta a radiação não é constante, cada material varia de uma forma diferente e como neste estudo não foi um parâmetro estudado, não é possível concluir exatamente o quanto o pH variou em cada amostra.

O valor do pH dos nanofluidos pode melhorar fortemente a estabilidade das nanopartículas dispersas. Isso ocorre porque a estabilidade de um nanofluido está diretamente relacionada às suas propriedades eletrocinéticas. Portanto, o potencial zeta pode ser aumentado / diminuído alterando o valor de pH do nanofluido, valores de potencial zeta de nanofluidos acima de +30 mV ou abaixo de -30 mV são considerados mais estáveis devido à alta força repulsiva gerada entre as nanopartículas carregadas. O valor do pH de um nanofluido pode ser aumentado ou diminuído pela adição de uma solução alcalina ou ácida não reativa apropriada, que é o que acontece quando adicionamos surfactantes, mudamos o pH da amostra.

Na Tabela 26 seguem dois estudos que analisaram o pH dos nanofluidos e como esse parâmetro influenciou na dispersão das partículas.

Tabela 26 – Resumo dos estudos disponíveis sobre medidas de estabilidade de nanofluidos à base de água e melhoria da dispersão.

Pesquisadores	Nanofluido	Parâmetros	Surfactante	Controle de pH	Método de avaliação	Observações
Anoop et al (2009)	Al ₂ O ₃ -Água	1–6wt% 45 e 150nm	–	6.5 (1wt%) 6.0 (2wt%) 5.5 (4wt%) 5.0 (6wt%)	MET	Várias semanas de estabilidade foram alcançadas.
Chang et al (2011)	CuO-Água	0.01–0.4 vol.% 20–30nm	Hexametáfosfato de sódio (NaHMP)	6.64–6.70 (com surfactante), e >9.5 (sem surfactante)	Zeta potencial	CuO contendo > 0,04 em volume apresentou instabilidade muito alta e as partículas tenderam a sedimentar em minutos.

Fonte: Autor da tese

Assim podemos afirmar fortemente que o valor de pH dos nanofluidos tem um forte efeito em sua estabilidade e que o valor ótimo de pH varia entre as amostras. Também revelou que o valor do pH é influenciado pela temperatura dos nanofluidos. Para os próximos estudos esse parâmetro deverá ser avaliado.

5.5 Condutividade elétrica

Sobre a condutividade térmica, com o atual equipamento utilizado, os valores se mantiveram muito próximos a 0 (zero) em praticamente todos os fluidos e principalmente em temperaturas um pouco elevadas, o que era de se esperar já que o fluido base utilizado é água desmineralizada e deionizada.

5.6 Condutividade térmica

Pode-se notar pelo o seu comportamento que quanto mais a nanopartícula está concentrada no fluido-base que nesse caso foi a água, mais a condutividade aumenta na maioria dos resultados apresentados. O nanofluido que apresentou a mais alta condutividade térmica foi o TiO_2 na temperatura de 20°C . Podemos concluir também que com o aumento da temperatura para 50°C os valores da condutividade apresentam um aumento significativo, por volta duas vezes o valor inicial à temperatura.

Estudando o modelo matemático de Maxwell (1873), podemos ver que à temperatura de 20°C todos os valores de condutividade térmica dos distintos nanofluidos se aproximam muito, analisando na mais alta concentração de 0,1% vol. pode-se notar que os resultados do nanofluido ZrO_2 são sempre um pouco menores quando comparados aos outros nanofluidos. Pelo modelo matemático, o nanofluido que apresenta a maior condutividade térmica deveria ser o Al_2O_3 .

Na comparação feita dos resultados teóricos x experimentais pode-se concluir que para as temperaturas até 40°C o desvio entre as medidas é relativamente baixo, após essa temperatura a discrepância é muito alta, podemos atrelar a este grande desvio a imprecisão do aparelho e também na imprecisão de controle da temperatura do ambiente nas temperaturas mais elevadas.

No estudo da condutividade térmica após a irradiação pode-se visualizar que para ZrO_2 , após a radiação recebida, o nanofluido apresenta um pequeno aumento na condutividade. Para o TiO_2 isso só ocorre nas concentrações mais baixas e para Al_2O_3 esse fenômeno não ocorre, as amostras que receberam a radiação possuem a condutividade menor.

Tendo em vista a divergência dos resultados, não há como concluir se o aumento da condutividade térmica se dá também pelo o aumento da dose recebida.

5.7 Conclusão geral

Um dos principais fatores que dificultaram esse trabalho foi a falta de equipamento disponível, assim podendo comprometer as medidas, pois muitas vezes eram disponibilizados instrumentos que só poderiam ser utilizados em curto período, assim não tendo como realizar varias medições variando a metodologia e entender melhor o qual a variável que pode comprometer a qualidade das medições.

Mesmo assim, podemos concluir, tendo os resultados apresentados e relembando o objetivo deste trabalho que é realização de um estudo teórico e experimental das propriedades físicas associadas à capacidade de transporte de calor de nanofluidos de Al_2O_3 , TiO_2 e ZrO_2 em base aquosa e dos efeitos da radiação ionizante sobre tais propriedades, visando a possibilidade de aplicação nucleares, podemos afirmar que todos os resultados nos apontam os nanofluidos como promissores em trabalhos em reatores nucleares, isto por que:

- O atual fluido utilizado para o resfriamento do calor de decaimento é a água e os resultados apontam que a viscosidade e a densidade nessas concentrações são bem baixas e próximas ao atual fluido refrigerante e isto ocorre mesmo após o nanofluido ser exposto à radiação.

- O ângulo de contato é privilegiado quando acrescentamos as nanopartículas e assim aumento o grau de molhabilidade em relação ao fluido base, ou seja, a troca térmica é beneficiada. Após a irradiação, o comportamento ainda se mantém melhor do que o fluido atual utilizado (água desmineralizada e deionizada).

- As partículas após a radiação tendem a se aglomerar, isto provavelmente devido a mudança do pH da amostra.

- A condutividade elétrica não se altera, mantendo assim as propriedades esperadas da água pura, tendo em vista a importância de manter a integridade dos sistemas nos reatores, a condutividade deve estar a mais baixa possível, assim evitando a corrosão do mesmo.

- A condutividade térmica aumenta consideravelmente, em alguns casos onde a temperatura é por volta de 40°C, esse aumento chega por volta de 80% em relação ao fluido-base e após a irradiação o fluido mantém as mesmas propriedades e em alguns casos, há ainda um acréscimo na condutividade térmica.

Tendo que uma das principais funções do sistema de remoção de calor residual passivo é remover o calor do núcleo e do sistema de refrigeração do reator durante a parada da usina, pode-se concluir que o emprego de nanofluidos para esse trabalho é sim promissor e que pode gerar vários outros estudos para entendermos melhor o comportamento dos nanofluidos após a irradiação.

Como recomendações para futuros trabalhos podemos apresentar os tópicos abaixo.

- ▶ Estudo do pH dos nanofluidos antes e após a irradiação;
- ▶ Potencial zeta que pode mostrar o efeito da variação do pH;
- ▶ Utilização de equipamentos que possamos alterar a temperatura de uma forma mais precisa;
- ▶ Medições em temperaturas mais elevadas, levando em consideração que o fluido utilizado para o resfriamento do calor residual chegam a altas temperaturas como por exemplo 280°C.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIDA, L. A.; TING, D. K. S. ; SILVA, A. T.; LONGO, E. S.; FILHO, O. C. **Identificação dos processos de corrosão dos elementos estruturais do reator IEAR1m através da análise química da água fase 1 – caracterização da água da piscina do reator IEA-R1m** INAC 1999.

ALIAS, H., ANI, M.F.C. **Thermal characteristic of nanofluids containing titanium dioxide nanoparticles in ethylene glycol**, Chemical Engineering Transactions, 56, 1459-1464 (2017).

ANDRIEVSKII, R. A.; **Effect of Irradiation on the Properties of Nanomaterials**, Institute for Chemical Physics Problems, Russian Academy of Sciences (2010)

ANOOP, K. B.; SUNDARARAJAN, T. ;DAS, S. K. **“Effect of particle size on the convective heat transfer in nanofluid in the developing region,”** International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 52, no. 9-10, pp. 2189–2195, (2009)

APPIAGYEI, K. A.; MESSING, G. L.; DUMM, J. Q. **Aqueous slip casting of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) ceramics**. Ceramics International, v.34, (2008)

ARAUJO, N.N.; FACCINI, J.L.H.; SU, JIAN. **Estudo do Sistema passivo de remoção de calor residual de um reator PWR pequeno modular**, 2017 International Nuclear Atlantic Conference - INAC (2017).

ATCHELOR, G. K. **The effect of Brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles**. Journal of Fluid Mechanics, vol. 83, p. 97–117(1977).

AZO MATERIALS , **Online publication for the Materials Science community**, em <<https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=52>>, fevereiro, 2019

BANG, I .C.; HEO, G.; JEONG, Y.H; HEO, S. **An axiomatic design approach of nanofluid-engineered nuclear safety features for generation III+ reactors**, Nuclear Engineering and Technology, 41 (2009) 1157-1170.

Base de dados **Periódicos Capes** , em < <http://www.periodicos.capes.gov.br> > Pesquisado em (2016)

BOURÉ; J. **Conferences de thermique appliquee aux reacteurs (IEA)**, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN-SP, 2 (1964) C3/SF 3-20.

BRINKMAN, H. C. **The viscosity of concentrated suspensions and solution**. Jornal of Chemical Physics, vol. 20, p. 571–581(1952).

BRUGGEMAN, D. A. G. **Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen, I. Dielektrizitätskonstanten und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen**. Annalen der Physik, vol. 24, p. 636–679, (1935).

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E., **Adsorption of gases in multimolecular layers**. Journal of American Chemistry Society., v.60, p.309-319,(1938)

BUONGIORNO, J. **Convective transport in nanofluids**, Transactions of ASME, 128 (2006) 240-250.

BUONGIORNO, J.; HU, L-W. **Nanofluid Coolants for Advanced Nuclear Power Plants**, In **Proceedings of ICAPP '05**, Seoul, May 15-19, (2005).

BUONGIORNO, J.; HU, L-W. **Nanofluid heat transfer enhancement for nuclear reactor applications**, ASME 2009 2nd International Conference on Micro/Nanoscale Heat and Mass Transfer, 3 (2009) 517-522.

BUONGIORNO, J.; HU, L-W.; APOSTOLAKIS, G.; HANNINK, R; LUCAS, T; CHUPIN; A. **A feasibility assessment of the use of nanofluids to enhance the in-vessel retention capability in light-water reactors**, Massachusetts Institute of Technology, (2008).

BUONGIORNO, J.; HU, L-W; KIM, S.J.; HANNINK, R; TRUONG, B.; FORREST, E. **Nanofluids for enhanced economics and safety of nuclear reactors: an evaluation of the potential features, issues, and research gaps**, Nuclear Technology, 162 (2007) 162 81-91.

CHANG, M. H.; LIU, H. S. ; TAI, C. Y.; **“Preparation of copper oxide nanoparticles and its application in nanofluid,”** Powder Technology, vol. 207, no. 1–3, pp. 378–386, (2011)

CHANG, Y.; GUO, Q.; ZHANG, J.; CHEN, L.; LONG, Y.; WAN, F. ; **Irradiation effects on nanocrystalline materials**, School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China (2013)

CHEN H, DING Y, HE Y, TAN C. **Rheological behaviour of ethylene glycol based titania nanofluids**. Chem Phys Lett ;444:333–7 (2007)

CHEREMISINOFF, N. P. **Encyclopedia of Fluid Mechanics**, vol. 5, Slurry Flow Technology. Houston, TX: Gulf Publishing. (1986)

CHIMI, Y.; IWASEA, A.; ISHIKAWAA, N.; KOBIYAMAB, M.; INAMIB, T.; OKUDACA, S.; **Accumulation and recovery of defects in ion-irradiated nanocrystalline gold**, Journal of Nuclear Materials (2001)

CHOI, H.C; JUNG, Y. M.; KIM, S. B. **Size effects in the Raman spectra of TiO₂ nanoparticles**. Pohang University of Science and Technology, San 31, Hyojadong, Namgu, Pohang 790-784, Republic of Korea Received 10 October 2003; received in revised form 24 May 2004; accepted 26 May 2004.

CHOI, S. U. S. **Developments and Applications of non-Newtonian Flows**, ASME FED, vol.66, (1995). p. 99–105.

CHUPIN, A.; HU, L-W; BUONGIORNO, J. **Applications of nanofluids to enhance LWR accidents management in in-vessel retention and emergency core cooling systems**, In Proceedings of International Congress on Advances in Nuclear Power Plants 2008, Anaheim, California, 2008.

CLARK, J. **A Física. [S.I.]: Círculo de Leitores.** p. 23. ISBN 972-42-1322-6 (1996).

CLAUSIUS, R., **Die mechanische Behandlung der Elektrizität**, Vieweg, Braunschweig (1879).

CORCIONE, M. **Empirical correlating equations for predicting the effective thermal conductivity and dynamic viscosity of nanofluids.** Energy Conversion and Management, vol. 52, p. 789–793 (2011).

CZARNETZKI W, ROETZEL W. **Temperature oscillation techniques for simultaneous measurement of thermal diffusivity and conductivity.** Int J Thermophys;16(2):413–22, (1995)

DAS SK, PUTTA N, ROETZEL W. **Pool boiling characteristics of nanofluids.** Int J Heat Mass Transfer;46:851–62. (2003)

DAS, S.K.; CHOI, S.U.S; PATEL, H.E. **Heat transfer in nanofluids: a review**, Heat Transfer Engineering, 27 (2006) 3-19.

DAS, S.K., PUTTA N, THIESEN P, ROETZEL W. **Temperature dependence of thermal conductivity enhancement for nanofluids.** ASME Trans J Heat Transfer;125:567–74. (2003)

DAUNGTHONGSUK, W; WONGWISES, S. **A critical review of convective heat transfer of nanofluids**, Renewable and Sustainable Energy Reviews, 11 (2007) 797-817.

DUPRÉ, A. M.; DUPRÉ, P. **Théorie mécanique de la chaleur (in French)**. Gauthier-Villars. (1869)

EINSTEIN, A. **Investigations on the Theory of the Brownian Movement.** Dover Publications, New York, (1956)

GLASSTONE, S.; SESONSKE A. **"Nuclear Reactor Engineering, Volume I"** Editora Van Nostrand, (1963)

GRAHAME, D.C. , **The electrical double layer and the theory of electrocapilarity.** Chemical Review., v.3.p.441-501,(1947).

GUGLYA, A. ; NEKLUDOV, I. ; VASILENKO, R. **"Effect of Helium Ion Irradiation on the Structure and Electrical Resistivity of Nanocrystalline Cr–N and V–N Coatings,"** Radiat. Eff. Defects Solids 162, 643–649 (2007).

GUO S, LUO Z, WANG T, ZHAO J, CEN K. **Viscosity of monodisperse silica nanofluids**. Bull Chin Ceram Soc;25:52–5 (in Chinese). 2006

HADAD, K.; RAHIMIAN, A.; RABIEE, A. **Nanofluid application in post SB-LOCA transient in VVER-1000 NPP**, Annals of Nuclear energy 79 (2015) 101-110.

HAMILTON, R. L.; CROSSER, O. K. **Thermal Conductivity of Heterogeneous Two Component Systems**. Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals, p. 187-191 (1962).

HONG KS, HONG TK, YANG HS. **Thermal conductivity of Fe nanofluids depending on the cluster size of nanoparticles**. Appl Phys Lett;88(31901):1–3. (2006)

HONG TK, YANG HS, CHOI CJ. **Study of the enhanced thermal conductivity of Fe nanofluids**. J Appl Phys ;97:1–4 (064311). (2005)

KANG, M-S.; JEE, C.; PARK, S.; BANG, I.C.; HEO, G. **Design process of the nanofluid injection mechanism in nuclear power plants**, Nanoscale Research Letters, 6 (2003) 363.

KESTIN, J.; WAKEHAM, W.A. **A contribution to the theory of the transient hot-wire technique for thermal conductivity measurements**. Physica A;92:102–16.(1978)

KIM, S.J.; BANG, I.C.; BUONGIORNO, J.; HU, L-W. **Study of pool boiling and critical heat flux enhancement in nanofluidos**, Bull. Pol. Ac.: Tech, 55 (2007) 211-216.

KIM, S.J.; BANG, I.C.; BUONGIORNO, J.; HU, L-W. **Surface wettability change during pool boiling of nanofluids and its effect on critical heat flux**, International Journal of Heat and Mass Transfer, 50 (2007) 4105-4116.

KNIEF, R. A. **"Nuclear Engineering"** Taylor and Francis (1992).

KODAMA, Y; MANZOLI, J.E.; RELA, P. R., **TLD Area monitoring on the small size industrial irradiator facility** International Nuclear Atlantic Conference - INAC (2005).

KODAMA, Y; RELA, P. R., OMI, N. M.; **Desempenho do sistema da blindagem projetada para o irradiador Multipropósito de ^{60}Co do CTR/IPEN – Radio** (2005)

KOLE M, DEY TK. **Viscosity of alumina nanoparticles dispersed in car engine coolant**. Exp Therm Fluid Sci ;34:677–83. (2010)

KUMAR, P. C. M.; KUMAR, J.; SENDHILNATHAN, S.; **Theoretical model to determine the thermal conductivity of nanofluids**. International Journal of Engineering Science and Technology, vol 2. (2010).

KUMAR, P; KAPUR, P.C.; SARAF, D. N., **Effect of zeta potential on apparent viscosity of settling suspensions**. Colloid. Polym. Sci.,v. 253, p. 738-743, (1975)

KWAK K, KIM C. **Viscosity and thermal conductivity of copper oxide nanofluid dispersed in ethylene glycol.** Korea Austr Rheol J;17(2):35–40. (2005)

LECONTE, Y; MONNET, I.; LEVALLOIS, M. et al., “**Comparison Study of Structural Damage under Irradiation in SiC Nanostructured and Conventional Ceramics,**” in Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 981 JJ07–11 (2007).

LEE J, HWANG K, JANGA S, LEE B, KIM J, CHOI SUS, ET AL. **Effective viscosities and thermal conductivities of aqueous nanofluids containing low volume concentrations of Al₂O₃ nanoparticles.** Int J Heat Mass Transfer;51:2651–6. (2008)

LIAN, J.; ZHANG, J.; NAMAVAR, F., et al., “**Ion Beam- Induced Amorphous to Tetragonal Phase Transformation and Grain Growth of Nanocrystalline Zirconia,**” Nanotechnology 20, 245303 (2009).

LI CH, PETERSON GP. **Experimental investigation of temperature and volume fraction variations on the effective thermal conductivity of nanoparticle suspensions (Nanofluids).** J Appl Phys;99:1–8 (084314). (2006)

LIDE, D.R. **CRC Handbook of Chemistry and Physics** (70th Edn.) (1990).

LIMA, F. W.; ABRÃO, A. **Purificação de Águas para uso em Instalações Nucleares - Tratamento da Água para o Reator de Piscina do Instituto de Energia Atômica,** Revista Engenharia, ano XVII - Vol XVII; no 191; 1958/1959.

LIMA, F. W.; ABRÃO, A.; TOGNOLI, L.; PAGANO, C.; **Fission Products in the Cooling Water of the Brazilian Swimming Pool Reactor,** 2nd UN Genova Conference, Pergamon Press, London. (2004).

LO, C. H., TSUNG, T. T., CHEN, L. C., SU, C. H., LIN, H.M. **Fabrication of copper oxide nanofluid using submerged Arc Nanoparticle Synthesis System (SANSS).** J Nanopart Res;7:313–20. (2005)

LORENZ, L., **Über die Refraktionskonstante,** “ Ann. Phys. Chem., 11 (1880), 70ff.

LUCAS, T. R., **Study of Chemistry and Irradiation Effects on Nanofluids to be used Light Water Reactor Accident Cooling,** B.S.A.S.T Nuclear Engineering Tecnology Thomas Edison State College, 2008.

LUZ, A. P.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. **Use of the wettability in the investigation of the corrosion behaviour of the refractory materials.** Ceramica. (2008).

MAIGA, S. E. B.; NGUYEN, C. T.; GALANIS, N.; ROY, G. **Hydrodynamic and thermal behaviours of a nanofluid in a uniformly heated tube.** Computational Studies, WIT Press, Southampton, SO40 7AA, United Kingdom, Portugal, vol. 5, p. 453–462 (2004).

MELDRUM, A.; BOATNER, L. A.; EWING, R. C.; **Nanocrystalline Zirconia Can Be Amorphized by Ion Irradiation**, Physical Review Letters, (2002)

MILLS, I.; CVITAS, T.; KLAUS, H.; KALLAY, N.; KUCHITSU, K. **Quantities, units and symbols in physical chemistry**. IUPAC (em inglês) 2ª ed. Oxford: Blackwell Science Ltda. 41 páginas. (1993).

MONTANARO, L.; JORAND, Y.; FANTOZZI, G.; NEGRO, A. **Ceramic foams by powder processing**, v.18, (1988)

MORENO, R., **Reología de Suspensiones Cerámicas**. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, (2005)

MOSSOTTI, O. F., **Discussione analitica sull'influenza che l'azione di un mezzo dielettrico ha sulla distribuzione dell'elettricità alla superficie di più corpi elettrici disseminati in esso**, Mem. Mat. Fis. della Soc. Ital. di Sci. in Modena, 24 (1850), 49–74.

MOTTA, F. C. **Caracterização da condutividade térmica, viscosidade dinâmica e ângulo de contato de nanofluidos baseados em partículas de alumina-gama em água**, 2012. 107f. Dissertação Mestrado – Escola de engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.

MURSHED SMS, LEONG KC, YANG C. **Enhanced thermal conductivity of TiO₂–water based nanofluids**. Int J Therm Sci;44(4):367–73. (2005)

NAGASAKA, Y., NAGASHIMA, A. **Absolute measurement of the thermal conductivity of electrically conducting liquids by the transient hot-wire method**. J Phys E Sci Instrum;14:1435–40. (1981)

NEVES, N. C. V. **Aplicação da técnica eletroanalítica de pulso diferencial usando o eletrodo de carbono vítreo modificado com cisteína para monitorar a degradação eletroquímica de aço oxálico**. 61f. Dissertação Mestrado, Universidade do Rio Grande do Norte, RN (2013).

NGUYEN CT, DESGRANGES F, ROY G, GALANIS N. **Temperature and particle size dependent viscosity data for water-based nanofluid-hysteresis phenomenon**. Int J Heat Fluid Flow;28:1492–506. (2007)

NOVIKOV, L. S.; VORONINA, E. N.; CHIRSKAYA, N. P.; **Features of Radiation Impact on Nanostructured Materials**, Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics (2013)

OKUBO, N.; ISHIKAWA, N.; SATAKA, M.; JITSUKAWA, S.; **Surface amorphization in Al₂O₃ Induced by swift heavy ion irradiation**, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B (2013)

PAK, B. C.; CHO, Y. I. **Hydrodynamic and Heat Transfer Study of Dispersed Fluids with Submicron Metallic Oxide Particle**. Experimental Heat Transfer, Vol. 11, p. 151-170 (1998).

PAULA, M. C.; MANNAA, I.; DAS, P.K. **Techniques for measuring the thermal conductivity of nanofluids: A review**. , march 2010 - revista Renewable and Sustainable Energy Reviews (2010).

POP, M. G. M.; LOCKAMON, B. G. **Nuclear power plant using nanoparticles in emergency systems and related method**, Areva NP, 2008.

POPOVI, M. ; NOVAKOVI, M. ; BIBI, N. **“Structural Characterization of TiN Coatings on Si Substrates Irradiated with Ar Ions,”** Mater. Charact. 60, 1463–1470 (2009).

PRASHER R, SONG D, WANG J. **Measurements of nanofluid viscosity and its implications for thermal applications**. Appl Phys Lett;89:1–3 (133108). (2006)

PURG, R. J; BERGSTRÖM, L., **Surface and Colloid Chemistry in Advanced Ceramics Processing**. New York: Marcel Dekker, (1994)

RAMADHAN, A.I.; DINIARDI, E. e RASMA. **Effect Analysis of Volume Fraction of Nanofluid Al₂O₃-Water on Natural Convection Heat Transfer Coefficient in Small Modular Reactor**. World Journal of Nuclear Science and Technology, 6, 79-8. <http://dx.doi.org/10.4236/wjnst.2016.61008> Effect (2016).

RAZA, G.; AMJAD, M.; KAUR, I.; WEN, D.; **Stability and Aggregation Kinetics of Titania Nanomaterials under Environmentally Realistic Conditions**, Environmental Science & Technology (2016)

ROCHA, M. S. **Estudo da influência da radiação ionizante sobre os nanofluidos visando aplicações em novas gerações de reatores nucleares**, Relatório Científico de Progresso (2016).

ROETZEL, W., PRINZEN, S., XUAN, Y. **Measurement of thermal diffusivity using temperature oscillations**. In: Cremers C, Fine H, editors. Thermal Conductivity, 21. New York/London: Plenum Press; 1990. p. 201–7

ROSE, M.; BALOGH, A.G.; HAHN, H.; **Instability of irradiation induced defects in nanostructured materials**, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B (1997)

SANTOS, S. C.; **Processamento Coloidal de componentes cerâmicos para queimadores de gás**. 137f. Tese (Mestrado), Ipen, Universidade de São Paulo, São Paulo (2009)

SCHRADER, M. E. **"Young-Dupre Revisited"**. Langmuir (2002).

SENNETT, P.; OLIVER, J. P.; **Colloidal dispersions electrokinetic effects and concept of zeta potential.** Ind. Eng. Chem.,v. 57, p. 32-50, (1965)

SETZ, L. F. G.; **Processamento Coloidal de cromito de lantânio.** 137f. Tese (Doutorado), Ipen, Universidade de São Paulo, São Paulo (2009)

SHANE, M. J.; TALBOT, J. B. ; SLUZKY, E.; Hesse, K.R; **Zeta potential of phosphors.** **Colloids and Surfaces.**, v.96, p.301-305 (1995)

SHEN, T. D. ; FENG, SH. ; TANG, M. et al., **“Enhanced Radiation Tolerance in Nanocrystalline MgGa₂O₄,”** Appl.Phys. Lett. 90, 263115 (2007).

SILVA, J.G. **Estudo da confiabilidade do reator AP1000 para o cenário de um grande local no contexto de uma APS nível 1,** 2005. 99f. Tese (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

WANG, H. ; ARAUJO, R. ; SWADENER, J. G. et al., **“Ion Irradiation Effects in Nanocrystalline TiN Coatings,”** Nucl.Instr. Methods Phys. Res., Sect. B 261, 1162–1166 (2007).

WANG, X.; XU, X.; CHOI, S. U. S. **Thermal conductivity of nanoparticles–fluid mixture.** Journal of Thermophysics and Heat Transfer, vol. 13, p. 474–480 (1999).

WAS, G.S. **Fundamentals of radiation materials science – metals and alloys,** Springer, (2007) 827 p.

WEB OF KNOWLEDGE, **Base de dados** , em < <http://m.webofknowledge.com>>, março, 2017.

WEN, D.; LIN, G.; VAFAEI, S.; ZHANG, K. **Review of nanofluids for heat transfer applications, Particuology,** 2009.

WURSTER, S.; PIPPAN, R. ; **Nanostructured metals under irradiation,** Scripta Materialia 60 (2009)

XIE, H.; WANG, J.; XI, T. G; LIU, Y; AI, F. **Thermal Conductivity enhancement of suspensions containing nanosized alumina particles.** Journal of Applied Physics, vol. 91 (2002).

XUAN, Y. M.; LI, Q. **Heat Transfer enhancement of nanofluids.** International Journal of Heat and Fluid Flow, vol. 21, p. 58-64. (2000).

YAMADA, E.; OTA, T. **Effective thermal conductivity of dispersed materials,** Wärme- und Stoffübertragung. vol. 13 p. 27–37 (1980).

YANG, I; HU, Y. **Toward TiO₂ Nanofluids - Part: Preparations and Properties,** Nanoscale Research Letters (2017).

YOUNG, T. **An Essay on the Cohesion of Fluids**. The Royal Society, 1997(1805).

YU, He-long et al. **Tribological properties and lubricating mechanisms of Cu nanoparticles in lubricant**. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 18, 2008.

YU, W.; CHOI, S. U. S. **The Role of Interfacial Layers in the Enhanced Thermal Conductivity of Nanofluids: A Renovated Maxwell Model**. Journal of Nanoparticle Research, vol. 5, p. 167–171 (2003).

ZHANG X, GU H, FUJII M. **Effective thermal conductivity and thermal diffusivity of nanofluids containing spherical and cylindrical nanoparticles**. J Appl Phys;100:1–5 (044325). (2006)

ZHANG, X. W. ; YIN, H. ; BOYEN, H.G. et al., “**E f f e c t s o f Crystalline Quality in the Phase Stability of Cubic Boron Nitride Thin Films under Medium Energy Ion Irradiation,**” Diamond Relat. Mater. 14, 1482–1488(2005).

Apêndice 1 – Análise de incerteza

São apresentados neste anexo os cálculos para a estimativa das incertezas, foram considerados para essa análise as medições: condutividade térmica e viscosidade.

Por definição, incerteza é uma estimativa que quantifica a confiabilidade do resultado de uma medição. Quanto maior for a incerteza, tanto menor será a confiabilidade desse resultado. Paralelamente, é importante destacar que incerteza não é erro. O cálculo do erro depende de conhecermos o valor verdadeiro daquilo que estamos medindo. Em contrapartida, o cálculo da incerteza não tem esse tipo de restrição. A incerteza pode (e deve) ser calculada mesmo quando não temos nenhuma ideia do valor verdadeiro da propriedade estudada. Por isso a incerteza é um conceito muito mais instrumental e com mais aplicabilidade que o conceito de erro.

1.1 Condutividade térmica

Como neste trabalho as medições consideradas são menores que 30 amostras, o método que foi utilizado para a análise da incerteza é o *t* Student com o grau de liberdade ($n-1$), conforme equação abaixo:

$$t = \frac{\bar{X} - \mu}{\frac{S}{\sqrt{N}}} \quad (4.1)$$

Onde:

t é a função distribuição *t* Student

$\bar{X}$ é a média aritmética (média da população)

μ é a média verdadeira (intervalo na média aritmética)

N é o número de elementos

S é o desvio padrão

Como o que desejamos calcular é a média verdadeira, a equação pode ser reescrita desta forma:

$$\mu = \bar{X} \pm \frac{t \times S}{\sqrt{N}} \quad (4.2)$$

O valor de t é tabelado e para esse trabalho o nível de confiança adotado foi de 95% e conforme o fabricante do KD2 Pro temos para o sensor KS-1 a incerteza de $\pm 5\%$ de 0,2 à 2 W/m K. Assim a incerteza calcula pelo método t Student somada a incerteza do fabricante são apresentados na Tabela 1.1. e Tabela 1.2.

Tabela 1.1 – Incertezas dos nanofluidos antes da irradiação em diferentes temperaturas e concentrações

ZrO₂		
Concentração (vol.)	Temperatura (°C)	Incerteza (W/m.K)
0,1	20	0,022
0,1	30	0,025
0,1	40	0,069
0,1	50	0,166
0,01	20	0,004
0,01	30	0,045
0,01	40	0,041
0,01	50	0,103
0,001	20	0,004
0,001	30	0,019
0,001	40	0,042
0,001	50	0,091
TiO₂		
Concentração (vol.)	Temperatura (°C)	Incerteza (W/m.K)
0,1	20	0,034
0,1	30	0,016
0,1	40	0,054
0,1	50	0,091
0,01	20	0,033
0,01	30	0,030
0,01	40	0,135
0,01	50	0,365
0,001	20	0,003
0,001	30	0,014
0,001	40	0,035
0,001	50	0,300

Al₂O₃		
Concentração (vol.)	Temperatura (°C)	Incerteza (W/m.K)
0,1	20	0,018
0,1	30	0,019
0,1	40	0,038
0,1	50	0,072
0,01	20	0,015
0,01	30	0,029
0,01	40	0,064
0,01	50	0,066
0,001	20	0,020
0,001	30	0,068
0,001	40	0,073
0,001	50	0,276

Fonte: Do autor

Tabela 1.2 – Incertezas dos nanofluidos após a irradiação em diferentes temperaturas e concentrações.

ZrO₂		
Concentração (vol.)	Dose (MGy)	Incerteza (W/m.K)
0,001	1	0,008
0,001	2	0,009
TiO₂		
Concentração (vol.)	Dose (MGy)	Incerteza (W/m.K)
0,01	1	0,023
0,01	2	0,006
0,001	1	0,018
0,001	2	0,061
Al₂O₃		
Concentração (vol.)	Dose (MGy)	Incerteza (W/m.K)
0,001	1	0,050
0,001	2	0,008

Fonte: Do autor

4.2 Viscosidade

Abaixo seguem os cálculos para as incertezas calculadas nas medidas da viscosidade, lembrando que o equipamento utilizado foi o Brookfield DV-I Prime com o spindle ULA.

Após consulta ao manual do fabricante, temos que para o modelo LVDV-I PRIME o fundo de escala é de 1%. Do manual retiramos a equação (4.3).

$$\text{Escala de viscosidade completa (cP)} = TK \times SMC \times \frac{10.000}{\text{RPM}} \quad (4.3)$$

Onde:

TK é um valor tabelado pelo fabricante conforme tabela 4.3 para cada modelo de equipamento

SMC é um valor tabelado pelo fabricante conforme tabela 4.4 para cada modelo de spindle

RPM é a rotação utilizada nas medições (100 rpm)

Tabela 1.3 - Lista os códigos de modelo e constantes de torque de mola para cada modelo de viscosímetro.

VISCOMETER MODEL	TORQUE CONSTANT TK	MODEL CODE ON DV-I PRIME SCREEN
LVDV-I PRIME	0.09373	LV
2.5xLVDV-I PRIME	0.2343	2.5LV
5xLVDV-I PRIME	0.4686	5LV
1/4 RVDV-I PRIME	0.25	1/4RV
1/2 RVDV-I PRIME	0.5	1/2RV
RVDV-I PRIME	1	RV
HADV-I PRIME	2	HA
2xHADV-I PRIME	4	2HA
2.5xHADV-I PRIME	5	2.5HA
HBDV-I PRIME	8	HB
2xHBDV-I PRIME	16	2HB
2.5xHBDV-I PRIME	20	2.5HB

Fonte: Manual Brookfield DV-I Prime, Manual No. M07-022-D0613

Tabela 1.3 – Lista das códigos de cada spindle.

SPINDLE	ENTRY CODE	SMC	SRC
RV1	01	1	0
RV2	02	4	0
RV3	03	10	0
RV4	04	20	0
RV5	05	40	0
RV6	06	100	0
RV7	07	400	0
HA1	01	1	0
HA2	02	4	0
HA3	03	10	0
HA4	04	20	0
HA5	05	40	0
HA6	06	100	0
HA7	07	400	0
HB1	01	1	0
HB2	02	4	0
HB3	03	10	0
HB4	04	20	0
HB5	05	40	0
HB6	06	100	0
HB7	07	400	0
LV1	61	6.4	0
LV2	62	32	0
LV3	63	128	0
LV4 or 4B2	64	640	0
LV5	65	1280	0
LV-2C	66	32	0.212
LV-3C	67	128	0.210
SA-70	70	105	0.677
T-A	91	20	0
T-B	92	40	0
T-C	93	100	0

SPINDLE	ENTRY CODE	SMC	SRC
T-D	94	200	0
T-E	95	500	0
T-F	96	1000	0
ULA	00	0.64	1.223
DIN-81	81	3.7	1.29
DIN-82	82	3.75	1.29
DIN-83	83	12.09	1.29
DIN-85	85	1.22	1.29
DIN-86	86	3.65	1.29
DIN-87	87	12.13	1.29
SC4-14	14	125	0.4
SC4-15	15	50	0.48
SC4-16	16	128	0.29
SC4-18	18	3.2	1.32
SC4-21	21	5	0.93
SC4-25	25	512	0.22
SC4-27	27	25	0.34
SC4-28	28	50	0.28
SC4-29	29	100	0.25
SC4-31	31	32	0.34
SC4-34	34	64	0.28
CPE-40	40	0.327	7.5
CPE-41	41	1.228	2
CEP-42	42	0.64	3.8
CPE-51	51	5.178	3.84
CPE-52	52	9.922	2
V-71	71	2.62	0
V-72	72	11.1	0
V-73	73	53.5	0
V-74	74	543	0
V-75	75	213	0

Fonte: Manual Brookfield DV-I Prime, Manual No. M07-022-D0613

Assim para o modelo LVDV-I PRIME, temos que $TK = 0,09373$ e para o spindle ULA o valor do SMC é 0,64. Calculando a incerteza temos o valor de $(\pm 0,06)$ cP já aplicando 1% como mencionado anteriormente.

Apêndice 2– Cálculos da Densidade

1) ZrO₂ 0,1%

Média da massa béquer vazio: 34,67 g

Média da massa béquer cheio: 44,29 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,29 - 34,67}{10} = 0,993 \frac{g}{ml}$$

2) ZrO₂ 0,01%

Média da massa béquer vazio: 34,67 g

Média da massa béquer cheio: 44,48 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,48 - 34,67}{10} = 0,983 \frac{g}{ml}$$

3) ZrO₂ 0,001%

Média da massa béquer vazio: 34,51 g

Média da massa béquer cheio: 44,30 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,30 - 34,51}{10} = 0,979 \frac{g}{ml}$$

4) TiO₂ 0,1%

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,24 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,24 - 34,43}{10} = 0,981 \frac{g}{ml}$$

5) TiO₂ 0,01%

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,15 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,15 - 34,43}{10} = 0,972 \frac{g}{ml}$$

6) TiO₂ 0,001%

Média da massa béquer vazio: 34,44 g

Média da massa béquer cheio: 44,27 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,27 - 34,44}{10} = 0,983 \frac{g}{ml}$$

7) Al₂O₃ 0,1%

Média da massa béquer vazio: 33,98 g

Média da massa béquer cheio: 43,83 g

$$\text{Densidade: } \frac{43,83 - 33,98}{10} = 0,985 \frac{g}{ml}$$

8) Al₂O₃ 0,01%

Média da massa béquer vazio: 33,98 g

Média da massa béquer cheio: 43,82 g

$$\text{Densidade: } \frac{43,82 - 33,98}{10} = 0,984 \frac{g}{ml}$$

9) Al₂O₃ 0,001%

Média da massa béquer vazio: 33,97 g

Média da massa béquer cheio: 43,67 g

$$\text{Densidade: } \frac{43,67 - 33,97}{10} = 0,970 \frac{g}{ml}$$

Resultados Densidade após a irradiação

1) ZrO₂ 0,001% (1 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,51 g

Média da massa béquer cheio: 44,04 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,04 - 34,51}{10} = 0,954 \frac{g}{ml}$$

2) ZrO₂ 0,001% (2 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,51 g

Média da massa béquer cheio: 44,36 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,36 - 34,51}{10} = 0,985 \frac{g}{ml}$$

3) TiO₂ 0,01% (1 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,26 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,26 - 34,43}{10} = 0,983 \frac{g}{ml}$$

4) TiO₂ 0,01% (2 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,27 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,27 - 34,43}{10} = 0,984 \frac{g}{ml}$$

5) TiO₂ 0,001% (1 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,24 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,24 - 34,43}{10} = 0,981 \frac{g}{ml}$$

6) TiO₂ 0,001% (2 MGy)

Média da massa béquer vazio: 34,43 g

Média da massa béquer cheio: 44,33 g

$$\text{Densidade: } \frac{44,33 - 34,43}{10} = 0,990 \frac{g}{ml}$$

7) Al₂O₃ 0,001% (1 MGy)

Média da massa béquer vazio: 33,97 g

Média da massa béquer cheio: 43,73 g

$$\text{Densidade: } \frac{43,73 - 33,97}{10} = 0,976 \frac{g}{ml}$$

8) Al₂O₃ 0,001% (2 MGy)

Média da massa béquer vazio: 33,99 g

Média da massa béquer cheio: 43,83 g

$$\text{Densidade: } \frac{43,83 - 33,99}{10} = 0,984 \frac{g}{ml}$$

Apêndice 3– Imagens Ângulo de contato

ZrO₂

Figura 3.1- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,1% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.2- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,01% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.3- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume.

Fonte: Autor da tese

Al₂O₃

Figura 3.4- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,1% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.5- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,01% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.6- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume.

Fonte: Autor da tese

TiO₂

Figura 3.7- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,1% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.8- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,01% em volume.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.9- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume.

Fonte: Autor da tese

ZrO₂

Figura 3.10- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 1MGy.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.11- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 2MGy.

Fonte: Autor da tese

Al₂O₃

Figura 3.12- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 1MGy

Fonte: Autor da tese

Figura 3.13- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 2MGy

Fonte: Autor da tese

TiO₂

Figura 3.14- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,01% em volume, dose aplicada 1MGy

Fonte: Autor da tese

Figura 3.15- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,01% em volume, dose aplicada 2MGy.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.16- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 1MGy.

Fonte: Autor da tese

Figura 3.17- Medida do ângulo de contato do nanofluido à superfície, concentração 0,001% em volume, dose aplicada 2MGy.

Fonte: Autor da tese

Apêndice 4 – Resultados Condutividade Térmica – Amostras não irradiadas

ZrO₂ - Temperatura: 20°C

ZrO ₂	0,10%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,666	150,1	0,0151
0,671	149,1	0,0142
0,644	155,3	0,0118
0,676	147,8	0,0154
0,693	144,3	0,0166
0,713	140,2	0,0187
0,714	140,0	0,0190
0,720	138,8	0,0194
0,711	140,6	0,0179
0,746	134,0	0,0235
0,695	144,020	0,017

ZrO ₂	0,01%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,650	153,9	0,0129
0,663	150,3	0,0128
0,657	152,1	0,0116
0,653	153,1	0,0138
0,657	152,1	0,0150
0,659	151,8	0,0159
0,652	153,3	0,0143
0,653	153,1	0,0138
0,656	152,463	0,014

ZrO ₂	0,001%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,588	170,1	0,0048
0,577	173,2	0,0044
0,589	169,9	0,0048
0,580	172,6	0,0038
0,582	171,9	0,0041
0,578	172,9	0,0058
0,580	172,3	0,0057
0,582	172,0	0,0052
0,582	171,863	0,005

ZrO₂ - Temperatura: 30°C

ZrO ₂	0,10%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,873	114,5	0,0356
0,876	114,2	0,0367
0,861	116,1	0,0337
0,883	113,2	0,0355
0,882	113,4	0,0337
0,842	118,8	0,0305
0,814	122,9	0,028
0,812	123,1	0,0277
0,795	125,8	0,0276
0,803	124,6	0,0282
0,896	111,6	0,037
0,846	118,4	0,032

ZrO ₂	0,01%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,989	101,1	0,0389
0,983	103,8	0,0393
0,953	105,0	0,0397
0,916	109,1	0,0368
0,907	110,2	0,0357
0,889	112,4	0,0369
0,853	117,2	0,0312
0,846	118,2	0,0313
0,827	120,9	0,0292
0,907	110,878	0,035

ZrO ₂	0,001%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,683	146,3	0,0209
0,672	148,9	0,0183
0,611	151,2	0,0158
0,645	155,1	0,0147
0,632	158,3	0,0124
0,645	155,1	0,1790
0,626	159,8	0,0131
0,617	162,1	0,0111
0,622	160,8	0,0113
0,639	155,289	0,033

ZrO₂ - Temperatura: 40°C

ZrO₂	0,10%	Temperatura: 40°C	
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro	
1,790	55,67	0,0883	
1,943	51,46	0,0952	
1,763	56,73	0,0748	
1,945	51,40	0,0887	
1,791	55,75	0,0885	
1,943	51,46	0,0952	
1,763	56,85	0,0700	
1,830	54,768	0,0883	
1,846	54,261	0,086	

ZrO₂	0,01%	Temperatura: 40°C	
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro	
1,065	93,86	0,0519	
1,021	97,96	0,0534	
0,948	105,4	0,0457	
0,956	104,6	0,4230	
0,947	105,5	0,0511	
0,984	101,4	0,4450	
0,903	110,8	0,0417	
0,958	104,2	0,0457	
0,973	102,92	0,145	

ZrO₂	0,001%	Temperatura: 40°C	
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro	
0,820	121,9	0,0439	
0,835	119,7	0,0357	
0,803	124,6	0,0332	
0,718	139,2	0,0348	
0,702	142,5	0,0337	
0,716	139,2	0,0323	
0,754	133,4	0,0347	
0,777	129,4	0,0332	
0,766	131,241	0,035	

ZrO₂ - Temperatura: 50°C

ZrO ₂	0,10%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
2,145	46,62	0,1317
2,140	46,75	0,1420
1,860	53,77	0,2310
1,857	53,85	0,1214
1,999	50,28	0,1333
2,000	40,904	0,152

ZrO ₂	0,01%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
2,109	47,42	0,109
2,047	48,86	0,1011
1,821	54,9	0,066
1,903	52,56	0,0954
1,956	51,12	0,0953
1,995	50,12	0,0932
1,972	43,569	0,093

ZrO ₂	0,001%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,065	93,86	0,2136
0,911	109,8	0,0728
0,953	104,9	0,0538
0,996	100,4	0,0222
1,102	90,72	0,0546
1,005	99,94	0,0834

TiO₂ - Temperatura: 20°C

TiO ₂	0,10%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,738	135,6	0,0213
0,721	138,7	0,0207
0,694	144,1	0,0282
0,757	132,2	0,0230
0,723	138,4	0,0194
0,690	145,0	0,0162
0,659	151,6	0,0133
0,646	154,8	0,0118
0,624	160,0	0,0094
0,695	144,49	0,018

TiO ₂	0,01%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,850	117,6	0,0135
0,822	121,6	0,0880
0,852	117,4	0,0131
0,880	113,6	0,0152
0,823	121,5	0,0124
0,892	111,9	0,0141
0,923	108,4	0,0152
0,865	115,73	0,0260

TiO ₂	0,001%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,58	172,4	0,0046
0,578	173,1	0,0058
0,574	174,3	0,0043
0,577	173,2	0,0036
0,582	171,8	0,0057
0,583	171,7	0,0050
0,585	171,0	0,0037
0,582	171,8	0,0057
0,581	172,10	0,0050

TiO₂ - Temperatura: 30°C

TiO ₂	0,10%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,791	126,4	0,0264
0,755	132,5	0,0260
0,746	134,0	0,0242
0,744	134,5	0,0229
0,763	131,1	0,0249
0,811	123,3	0,0298
0,759	131,8	0,0257
0,744	134,4	0,0244
0,782	127,0	0,0269
0,760	131,6	0,0286
0,766	130,66	0,0260

TiO ₂	0,01%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,777	128,7	0,0258
0,740	135,8	0,0229
0,726	137,8	0,0193
0,665	150,4	0,0144
0,684	146,1	0,0123
0,698	143,2	0,0140
0,721	138,7	0,0126
0,680	147,1	0,0122
0,711	141,0	0,0167

TiO ₂	0,001%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,635	157,5	0,0138
0,635	157,4	0,0138
0,632	158,3	0,0118
0,624	158,3	0,0128
0,615	160,2	0,0124
0,591	162,6	0,0115
0,593	169,3	0,0102
0,596	169,3	0,0086
0,596	168,6	0,0082
0,590	169,6	0,0053
0,611	163,11	0,0110

TiO₂ - Temperatura: 40°C

TiO₂	0,10%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,899	111,2	0,0320
0,857	116,7	0,0300
0,901	111,0	0,0296
0,862	116,0	0,0241
1,032	98,92	0,0375
0,873	114,5	0,0275
0,918	108,9	0,0394
0,906	97,15	0,031

TiO₂	0,01%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,280	78,11	0,0535
1,265	79,06	0,0632
1,154	86,68	0,0624
1,072	93,31	0,0521
1,091	91,65	0,0435
0,922	108,4	0,0411
1,131	89,53	0,0526

TiO₂	0,001%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,937	106,80	0,0451
0,883	113,20	0,0455
0,934	107,00	0,0450
0,874	114,40	0,0422
0,860	116,20	0,0409
0,848	118,00	0,0425
0,816	122,60	0,0357
0,819	122,10	0,0377
0,823	121,50	0,0358
0,840	115,75	0,041

TiO₂ - Temperatura: 50°C

TiO₂	0,10%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,636	61,13	0,0754
1,488	67,19	0,0761
1,422	70,34	0,0628
1,453	68,83	0,0663
1,452	68,85	0,0632
1,300	77,01	0,0544
1,399	72,21	0,0714
1,419	69,366	0,0670

TiO₂	0,01%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
2,054	49,31	0,0691
2,809	35,65	0,1014
2,148	45,91	0,0920
2,216	45,13	0,0925
2,079	48,92	0,0906
2,261	45,0	0,0891

TiO₂	0,001%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
2,224	44,96	0,0946
2,105	47,51	0,0904
2,357	42,43	0,1082
2,285	43,76	0,1070
1,897	52,72	0,0929
1,623	61,63	0,0679
1,533	65,24	0,0705
1,425	70,18	0,0679
1,853	53,554	0,087

Al₂O₃ - Temperatura: 20°C

Al ₂ O ₃	0,10%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,811	123,4	0,0177
0,832	120,2	0,0279
0,818	122,2	0,0278
0,791	126,4	0,0247
0,836	119,6	0,0128
0,836	119,6	0,0128
0,876	114,1	0,0148
0,833	120,1	0,0117
0,801	124,9	0,0101
0,794	126,0	0,0094
0,823	121,650	0,017

Al ₂ O ₃	0,01%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,638	156,7	0,0092
0,612	163,4	0,0094
0,608	164,4	0,0067
0,627	159,2	0,0065
0,591	169,1	0,0072
0,591	169,1	0,0072
0,634	157,7	0,0103
0,61	163,9	0,0083
0,614	162,94	0,0080

Al ₂ O ₃	0,001%	Temperatura: 20°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,585	170,8	0,0043
0,667	150,0	0,0156
0,628	158,9	0,0108
0,610	163,9	0,0091
0,597	167,5	0,0065
0,586	170,7	0,0049
0,574	174,3	0,0050
0,579	172,7	0,0054
0,591	169,1	0,0073
0,600	166,6	0,0094
0,602	166,5	0,0080

Al₂O₃ - Temperatura: 30°C

Al ₂ O ₃	0,10%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,856	116,8	0,0329
0,842	118,7	0,0299
0,827	121,0	0,0310
0,815	122,7	0,0297
0,812	123,1	0,0320
0,791	126,5	0,0290
0,842	118,7	0,0299
0,858	116,5	0,0293
0,830	120,500	0,030

Al ₂ O ₃	0,01%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,382	261,6	0,0638
0,473	211,4	0,0068
0,349	286,7	0,0103
0,449	222,6	0,0066
0,418	239,4	0,0088
0,484	206,5	0,0056
0,447	223,9	0,0043
0,446	224,3	0,0060
0,447	223,7	0,0086
0,443	225,5	0,0074
0,633	158,438	0,014

Al ₂ O ₃	0,001%	Temperatura: 30°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,884	113,1	0,0036
0,837	119,5	0,0293
0,764	130,9	0,0265
0,731	136,8	0,0213
0,712	140,4	0,0222
0,684	146,2	0,0177
0,697	143,5	0,0185
0,758	132,9	0,1391

Al₂O₃ - Temperatura: 40°C

Al ₂ O ₃	0,10%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,926	108,0	0,0476
0,906	110,4	0,0410
0,868	115,2	0,0367
0,871	114,8	0,0312
0,845	118,4	0,0337
0,861	116,1	0,0369
0,835	119,8	0,0359
0,865	115,6	0,0364
0,968	103,3	0,0575
0,991	100,9	0,0569
0,894	112,250	0,041

Al ₂ O ₃	0,01%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,344	290,4	0,0430
0,464	215,4	0,0211
0,453	220,7	0,0212
0,511	195,5	0,0057
0,517	193,5	0,0207
0,493	202,6	0,0286
0,464	219,8	0,0234

Al ₂ O ₃	0,001%	Temperatura: 40°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,125	88,90	0,0538
0,921	108,6	0,0400
0,948	105,5	0,0465
0,993	100,7	0,0521
0,895	111,8	0,0413
0,890	112,3	0,0450
0,937	106,8	0,0487
0,958	104,9	0,0468

Al₂O₃ - Temperatura: 50°C

Al ₂ O ₃	0,10%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,758	56,9	0,0924
1,758	56,87	0,0868
1,670	59,88	0,1357
1,615	61,90	0,1112
1,683	59,42	0,0947
1,697	49,16	0,1040

Al ₂ O ₃	0,01%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,569	175,0	0,0298
0,642	155,8	0,0136
0,636	157,3	0,0661
0,504	198,3	0,0286
0,579	172,8	0,0355
0,586	171,8	0,0347

Al ₂ O ₃	0,001%	Temperatura: 50°C
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
1,468	68,10	0,1100
1,964	50,92	0,1091
1,910	52,35	0,1172
1,588	62,98	0,1090
1,487	67,24	0,0943
1,683	60,30	0,1079

Apêndice 5 – Resultados Condutividade Térmica – Amostras irradiadas

ZrO₂ - Temperatura: 20°C

ZrO ₂	0,001%	1MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,595	168,1	0,0053
0,615	162,5	0,0051
0,618	161,9	0,0062
0,610	163,8	0,0053
0,600	166,8	0,0051
0,618	161,8	0,0056
0,611	163,6	0,0066
0,625	160,1	0,0068
0,612	163,58	0,0060

ZrO ₂	0,001%	2MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,600	166,700	0,0032
0,622	161,000	0,0045
0,602	166,000	0,0056
0,584	171,300	0,0057
0,601	166,400	0,0049
0,593	168,500	0,0056
0,607	164,600	0,0070
0,602	166,200	0,0050
0,601	166,34	0,0050

TiO₂- Temperatura: 20°C

TiO ₂	0,01%	1MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,614	162,8	0,0057
0,652	153,3	0,0077
0,669	149,5	0,0061
0,689	145,2	0,0081
0,696	143,7	0,0061
0,652	153,3	0,0057
0,628	159,2	0,0067
0,652	153,3	0,0077
0,657	152,54	0,0070

TiO ₂	0,01%	2MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,631	158,5	0,0114
0,626	159,8	0,0099
0,641	156,0	0,0127
0,630	158,7	0,0113
0,623	160,4	0,0112
0,625	160,4	0,0062
0,634	157,8	0,0068
0,643	155,6	0,0121
0,632	158,4	0,0100

TiO ₂	0,001%	1MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,655	152,7	0,006
0,652	153,4	0,0072
0,638	156,7	0,0061
0,604	165,6	0,0049
0,600	166,5	0,0072
0,622	160,8	0,006
0,614	162,7	0,0069
0,601	166,3	0,0059
0,623	160,6	0,006

TiO ₂ 0,001%		2MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,684	146,3	0,0226
0,763	131,0	0,0253
0,691	144,8	0,0130
0,660	151,5	0,0131
0,624	160,3	0,0101
0,594	168,5	0,0076
0,779	128,4	0,0257
0,685	147,3	0,0168

Al₂O₃- Temperatura: 20°C

Al ₂ O ₃ 0,001%		1MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,443	225,7	0,0050
0,536	186,6	0,0043
0,549	182,1	0,0063
0,566	176,8	0,0089
0,572	174,7	0,0102
0,571	175,0	0,0087
0,540	186,817	0,007

Al ₂ O ₃ 0,001%		2MGy
k (W/mK)	rho (°C.cm/W)	erro
0,512	195,4	0,0095
0,525	190,4	0,0049
0,515	194,9	0,0043
0,538	186,0	0,0051
0,532	188,1	0,0040
0,548	182,4	0,0052
0,537	186,3	0,0050
0,531	188,4	0,0050
0,543	184,1	0,0050
0,527	189,8	0,0052
0,531	188,580	0,005

ANEXO 1

Descrição técnica das nanopartículas adquiridas

Material Safety Data Sheet

acc. to OSHA and ANSI

1 Identification of substance:

- **Product details:**
- **Trade name:** Titanium (IV) oxide, rutile
- **Stock number:** 5486WJ
- **Manufacturer/Supplier:**
Nanostructured & Amorphous Materials, Inc.
16840 Clay Road, Suite #113
Houston, TX 77084, USA

2 Composition/Data on components:

- **Chemical characterization:**
Description: (CAS#)
Titanium (IV) oxide, rutile (CAS# 13463-67-7), 99.5%
- **Identification number(s):**
- **EINECS Number:** 215-282-2

3 Hazards identification

- **Hazard description:** Xn Harmful
- **Information pertaining to particular dangers for man and environment**
R 20 Harmful by inhalation.
R 40 Limited evidence of carcinogenic effects.

4 First aid measures

- **After inhalation**
Supply fresh air. If required, provide artificial respiration. Keep patient warm.
Seek immediate medical advice.

- **After skin contact**
Immediately wash with water and soap and rinse thoroughly.
Seek immediate medical advice.
- **After eye contact**
Rinse opened eye for several minutes under running water.
Then consult a doctor.
- **After swallowing** Seek immediate medical advice.

5 Fire fighting measures

- **Suitable extinguishing agents**
Product is not flammable. Use fire fighting measures that suit the surrounding fire.
- **Protective equipment:**
Wear self-contained respirator.
Wear fully protective impervious suit.

6 Accidental release measures

- **Person-related safety precautions:**
Wear protective equipment. Keep unprotected persons away.
Ensure adequate ventilation
- **Measures for environmental protection:**
Do not allow material to be released to the environment without proper governmental permits.
- **Measures for cleaning/collecting:**
Dispose contaminated material as waste according to item 13.
Ensure adequate ventilation.
- **Additional information:**
See Section 7 for information on safe handling
See Section 8 for information on personal protection equipment.
See Section 13 for disposal information.

7 Handling and storage

- **Handling**
- **Information for safe handling:**
Keep container tightly sealed.

Store in cool, dry place in tightly closed containers.
Ensure good ventilation at the workplace.
Prevent formation of dust.

- **Information about protection against explosions and fires:**
No special measures required.
- **Storage**
- **Requirements to be met by storerooms and receptacles:**
No special requirements.
- **Information about storage in one common storage facility:**
Not required.
- **Further information about storage conditions:**
Keep container tightly sealed.
Store in cool, dry conditions in well sealed containers.

8 Exposure controls and personal protection

- **Additional information about design of technical systems:**
Properly operating chemical fume hood designed for hazardous chemicals and having an average face velocity of at least 100 feet per minute.

Components with limit values that require monitoring at the workplace:

Titanium dioxide

	mg/m ³
ACGIH TLV	10; A4
Belgium TWA	10
Denmark	6
France TWA	10
Germany TWA aerosol)	1.5 (respirable fraction of the
Ireland TWA	5 (respirable dust)
	10 (total inhalable dust)
Netherlands TWA	10 (inhalable)
Switzerland TWA	6
United Kingdom TWA	4 (respirable dust)
	10 (total inhalable dust)
OSHA PEL	15 (total dust)

- **Additional information:** No data

- **Personal protective equipment**
- **General protective and hygienic measures**
The usual precautionary measures for handling chemicals should be followed.
Keep away from foodstuffs, beverages and feed.
Remove all soiled and contaminated clothing immediately.
Wash hands before breaks and at the end of work.
- **Breathing equipment:**
Use suitable respirator when high concentrations are present.
- **Protection of hands:** Impervious gloves
- **Eye protection:** Safety glasses
- **Body protection:** Protective work clothing.

9 Physical and chemical properties:

- **General Information**

- **Form:** Powder
- **Color:** White
- **Odor:** Odorless

	<u>Value/Range</u>	<u>Unit</u>	<u>Method</u>
• Change in condition			
• Melting point/Melting range:	1830-1850	° C	
• Boiling point/Boiling range:	2500-3000	° C	
• Sublimation temperature / start:	Not determined		
• Flash point:	Not applicable		
• Ignition temperature:	Not determined		
• Decomposition temperature:	Not determined		

- **Danger of explosion:**
Product does not present an explosion hazard.
- **Explosion limits:**
- **Lower:** Not determined
- **Upper:** Not determined
- **Vapor pressure:** Not determined
- **Density:** at 20 ° C 4.23 g/cm³
- **Solubility in / Miscibility with**
- **Water:** Insoluble

10 Stability and reactivity

- **Thermal decomposition / conditions to be avoided:**
Decomposition will not occur if used and stored according to specifications.
- **Materials to be avoided:**
Acids
Metal powders
- **Dangerous reactions** No dangerous reactions known
- **Dangerous products of decomposition:**
No dangerous decomposition products known

11 Toxicological information

- **Acute toxicity:**
- **Primary irritant effect:**
- **on the skin:** Irritant to skin and mucous membranes.
- **on the eye:** Irritating effect.
- **Sensitization:** No sensitizing effects known.
- **Other information (about experimental toxicology):**

Tumorigenic effects have been observed on tests with laboratory animals.
Carcinogenic effects have been observed on tests with laboratory animals.

- **Additional toxicological information:**

To the best of our knowledge the acute and chronic toxicity of this substance is not fully known.

IARC-3: Not classifiable as to carcinogenicity to humans.

ACGIH A4: Not classifiable as a human carcinogen:

Inadequate data on which to classify the agent in terms of it's carcinogenicity in humans and/or animals.

The Registry of Toxic Effects of Chemical Substances (RTECS) contains tumorigenic and/or carcinogenic and/or neoplastic data for components in this product.

12 Ecological information:

- **General notes:**

Do not allow material to be released to the environment without proper governmental permits.

13 Disposal considerations

- **Product:**

- **Recommendation**

Consult state, local or national regulations for proper disposal.

- **Uncleaned packagings:**

- **Recommendation:**

Disposal must be made according to official regulations.

14 Transport information

Not a hazardous material for transportation.

- **DOT regulations:**

- **Hazard class:** None

- **Land transport ADR/RID (cross-border)**
- **ADR/RID class:** None
- **Maritime transport IMDG:**
- **IMDG Class:** None
- **Air transport ICAO-TI and IATA-DGR:**
- **ICAO/IATA Class:** None
- **Transport/Additional information:**
Not dangerous according to the above specifications.

15 Regulations

- **Product related hazard informations:**
- **Hazard symbols:** Xn Harmful
- **Risk phrases:**
20 Harmful by inhalation.
40 Limited evidence of carcinogenic effects.
- **Safety phrases:** 22 Do not breathe dust.
- **National regulations**
All components of this product are listed in the U.S.
Environmental Protection Agency Toxic Substances Control
Act Chemical Substance Inventory.
- **Information about limitation of use:**
For use only by technically qualified individuals.

16 Other information:

Employers should use this information only as a supplement to

other information gathered by them, and should make independent judgement of suitability of this information to ensure proper use and protect the health and safety of employees. This information is furnished without warranty, and any use of the product not in conformance with this Material Safety Data Sheet, or in combination with any other product or process, is the responsibility of the user.

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:

Zirconium(IV) oxide – nanoparticles, dispersion, <100 nm particle size (BET), 5 wt. % in H₂O

Product Number:

643122

CAS Number:

1314-23-4

MDL:

MFCD00011310

Formula:

O₂Zr

Formula Weight:

123.22 g/mol

TEST

Specification

Appearance (Color)

White to Off-White

Appearance (Form)

Liquid

ICP MAJOR Analysis

Confirmed

Confirms Zirconium Component

Loading, Molecular

4.0 - 6.0 % wt

pH

5 - 6

Surface Area

≥ 10.2 m²/g

Size

≤ 100 nm

Average Particle Size (BET)

Product of Supplier

Confirmed

Engi-Mat Co.

Specification: PRD.1.ZQ5.10000074326

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:

Zirconium(IV) oxide – nanoparticles, dispersion, <100 nm particle size (BET), 10 wt. % in H₂O

Product Number:

643025

CAS Number:

1314-23-4

MDL:

MFCD00011310

Formula:

O₂Zr

Formula Weight:

123.22 g/mol

TEST

Specification

Appearance (Color)

White to Off-White

Appearance (Form)

Liquid

ICP: Confirms Zirconium Component

Confirmed

Loading

9.0 - 11.0 % wt

pH

Conforms

4 to 5

Surface Area

Specification: Report Results

Average Particle Size

≤ 100 nm

(BET)

Product of Supplier

Confirmed

Engi-Mat Co.

Specification: PRD.4.ZQ5.10000040175

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

FICHA DE DADOS DE SEGURANÇA

Versão 6.0
Data de revisão 21.04.2019
Data de impressão 05.06.2019

1. IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO E DA EMPRESA

1.1 Identificadores do produto

Nome do produto : Óxido De Zircônio (IV)

Referência do Produto : 643122

Marca : Aldrich

No. REACH : Um número de registo não está disponível para esta substancia, já que a substancia ou os seus usos estão isentos do registo, a tonelagem anual não requiere registo ou este registo está previsto para uma data posterior

No. CAS : 1314-23-4

1.2 Utilizações identificadas relevantes da substância ou mistura e utilizações desaconselhadas

Utilizações identificadas : Produtos químicos de laboratório, Fabrico de substâncias

1.3 Identificação do fornecedor da ficha de dados de segurança

Companhia : Sigma-Aldrich Brasil Ltda.
Av. das Nações Unidas 23.043
SÃO PAULO - SP
04795-100
BRAZIL

Telefone : +55 11 3732 3100

Número de Fax : +55 11 5522 7409

1.4 Número de telefone de emergência

Número de Telefone de Emergência : 0800-707-7022 / 0800 17 2020

2. IDENTIFICAÇÃO DE PERIGOS

2.1 Classificação da substância ou mistura

Não é uma substância ou uma mistura perigosa.

2.2 Elementos do rótulo

Não é uma substância ou uma mistura perigosa.

2.3 Outros Perigos - nenhum(a)

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

3. COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÕES SOBRE OS INGREDIENTES

3.2 Misturas

Formula : O_2Zr

Peso molecular : 123.22 g/mol

Componente	Classificação	Concentração
Zirconium dioxide		
No. CAS	1314-23-4	>= 20 - < 30 %
No. CE	215-227-2	

4. MEDIDAS DE PRIMEIROS-SOCORROS

4.1 Descrição das medidas de primeiros socorros

Em caso de inalação

Se for respirado, levar a pessoa para o ar fresco. Se não respirar, dar respiração artificial.

Em caso de contacto com a pele

Lavar com sabão e muita água.

Se entrar em contacto com os olhos

Lavar os olhos com água como precaução.

Em caso de ingestão

Nunca dar nada pela boca a uma pessoa inconsciente. Enxaguar a boca com água.

4.2 Sintomas e efeitos mais importantes, tanto agudos como retardados

Os sintomas e efeitos mais importantes conhecidos descrevem-se na etiqueta (ver secção 2.2) e / ou na secção 11

4.3 Indicações sobre cuidados médicos urgentes e tratamentos especiais necessários

Dados não disponíveis

5. MEDIDAS DE COMBATE A INCÊNDIO

5.1 Meios de extinção

Meios adequados de extinção

Utilizar água pulverizada, espuma resistente ao álcool, pó químico seco ou dióxido de carbono.

5.2 Perigos especiais decorrentes da substância ou mistura

Óxidos de Zircónio

5.3 Recomendações para o pessoal de combate a incêndios

Usar equipamento de respiração autónomo para combate a incêndios, se necessário.

5.4 Informações adicionais

Dados não disponíveis

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

6. MEDIDAS DE CONTROLE PARA DERRAMAMENTO OU VAZAMENTO

6.1 Precauções individuais, equipamento de proteção e procedimentos de emergência

Evitar a respiração do vapor/névoa/gas.
Para a proteção individual ver a secção 8.

6.2 Precauções a nível ambiental

Não são necessárias medidas de protecção ambiental especiais.

6.3 Métodos e materiais de confinamento e limpeza

Manter em recipientes fechados adequados, para eliminação.

6.4 Remissão para outras secções

Para eliminação de resíduos ver secção 13.

7. MANUSEIO E ARMAZENAMENTO

7.1 Precauções para um manuseamento seguro

Ver precauções na secção 2.2

7.2 Condições de armazenagem segura, incluindo eventuais incompatibilidades

Armazenar em local fresco. Guardar o recipiente herméticamente fechado em lugar seco e bem ventilado.

7.3 Utilização(ões) final(is) específica(s)

Aparte dos usos mencionados na secção 1.2 não se estipulam outros usos específicos

8. CONTROLE DE EXPOSIÇÃO E PROTEÇÃO INDIVIDUAL

8.1 Parâmetros de controlo

Componentes a controlar com relação ao local de trabalho

8.2 Controlo da exposição

Controlos técnicos adequados

Prática geral de higiene industrial.

Protecção individual

Protecção ocular/ facial

Use equipamento de protecção ocular testado e aprovado de acordo com as normas governamentais adequadas, tais como NIOSH (US) ou EN 166 (EU).

Protecção da pele

Manusear com luvas. As luvas devem ser inspeccionadas antes da utilização. Use uma técnica adequada para a remoção das luvas (sem tocar a superfície exterior da luva) para evitar o contacto da pele com o produto. Descarte as luvas contaminadas após o uso, em conformidade com as leis e boas práticas de laboratório . Lavar e secar as mãos.

As luvas de protecção seleccionadas têm de estar de acordo com as especificações da Diretiva da UE 2016/425 e da norma EN 374 dela derivada.

Contacto total

Material: Borracha de nitrilo

espessura mínima da capa: 0.11 mm

Pausa através do tempo: 480 min

Material ensaiado: Dermatrill® (KCL 740 / Aldrich Z677272, Tamanho M)

Contacto com salpicos

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

Material: Borracha de nitrilo
espessura mínima da capa: 0.11 mm
Pausa através do tempo: 480 min
Material ensaiado: Dermatrill® (KCL 740 / Aldrich Z677272, Tamanho M)

fonte de dados: KCL GmbH, D-36124 Eichenzell, Telefone +49 (0)6659 87300, e-mail sales@kcl.de, Método de ensaio: EN374

Se for utilizado em solução, ou misturado com outras substâncias, e sob condições que diferem da EN 374, contactar o fornecedor de luvas da CE. Esta recomendação é apenas desejável e deve ser avaliada por um responsável de segurança e higiene industrial familiarizado com a situação específica de utilização pretendida pelos nossos clientes. Não deve ser interpretado como uma oferta de aprovação para qualquer cenário de uso específico

Protecção do corpo

Roupas impermeáveis, O tipo de equipamento de protecção deve ser escolhido de acordo com a concentração e a quantidade da substância perigosa no local de trabalho.

Protecção respiratória

Não requer protecção respiratória. Para exposições incómodas usar respiradores com cartuchos OV / AG (US) ou tipo ABEK (UE EN 14387). Use respiradores e componentes testados e aprovados por normas governamentais apropriadas, tais como as NIOSH (E.U.A.) ou CEN (UE).

Controlo da exposição ambiental

Não são necessárias medidas de protecção ambiental especiais.

9. PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS

9.1 Informações sobre propriedades físicas e químicas de base

a) Aspeto	Forma: suspensão
b) Odor	Dados não disponíveis
c) Limiar olfativo	Dados não disponíveis
d) pH	Dados não disponíveis
e) Ponto de fusão/ponto de congelação	Ponto/intervalo de fusão: 2,700 °C
f) Ponto de ebulição inicial e intervalo de ebulição	5,000 °C a 760 mmHg
g) Ponto de inflamação	Dados não disponíveis
h) Taxa de evaporação	Dados não disponíveis
i) Inflamabilidade (sólido, gás)	Dados não disponíveis
j) limites de inflamabilidade superior / inferior ou explosivas	Dados não disponíveis
k) Pressão de vapor	Dados não disponíveis
l) Densidade de vapor	Dados não disponíveis

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

m) Densidade relativa	1.063 gr/cm ³ a 25 °C
n) Hidrossolubilidade	Dados não disponíveis
o) Coeficiente de partição: n-octanol/água	Dados não disponíveis
p) Temperatura de auto-ignição	Dados não disponíveis
q) Temperatura de decomposição	Dados não disponíveis
r) Viscosidade	Dados não disponíveis
s) Propriedades explosivas	Dados não disponíveis
t) Propriedades comburentes	Dados não disponíveis

9.2 Outra informação de segurança

Dados não disponíveis

10. ESTABILIDADE E REATIVIDADE

10.1 Reactividade

Dados não disponíveis

10.2 Estabilidade química

Estável sob as condições recomendadas de armazenamento.

10.3 Possibilidade de reações perigosas

Dados não disponíveis

10.4 Condições a evitar

Dados não disponíveis

10.5 Materiais incompatíveis

Agentes oxidantes fortes, Ácidos fortes

10.6 Produtos de decomposição perigosos

Produtos perigosos de decomposição formados durante os incêndios. - Óxidos de Zircónio
 Outros produtos de decomposição perigosos - Dados não disponíveis
 Em caso de incêndio: veja-se secção 5

11. INFORMAÇÕES TOXICOLÓGICAS

11.1 Informações sobre os efeitos toxicológicos

Toxicidade aguda

Dados não disponíveis

Corrosão/irritação cutânea

Dados não disponíveis

Lesões oculares graves/irritação ocular

Dados não disponíveis

Sensibilização respiratória ou cutânea

Dados não disponíveis

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

Mutagenicidade em células germinativas

Dados não disponíveis

Carcinogenicidade

IARC: Nenhum componente deste produto presente a níveis maiores ou iguais a 0.1% é identificado como carcinógeno provável, possível ou confirmado pelo IARC.

Toxicidade reprodutiva

Dados não disponíveis

Toxicidade para órgãos-alvo específicos - exposição única

Dados não disponíveis

Toxicidade para órgãos-alvo específicos - exposição repetida

Dados não disponíveis

Perigo de aspiração

Dados não disponíveis

Informação adicional

RTECS: dados não disponíveis

Até onde sabemos, as propriedades químicas, físicas e toxicológicas não foram minuciosamente investigadas.

12. INFORMAÇÕES ECOLÓGICAS**12.1 Toxicidade**

Dados não disponíveis

12.2 Persistência e degradabilidade

Dados não disponíveis

12.3 Potencial de bioacumulação

Dados não disponíveis

12.4 Mobilidade no solo

Dados não disponíveis

12.5 Resultados da avaliação PBT e mPmB

A valoração de PBT / mPmB não está disponível já que a avaliação de segurança química não é necessária / não se realizou

12.6 Outros efeitos adversos

Dados não disponíveis

13. CONSIDERAÇÕES SOBRE TRATAMENTO E DISPOSIÇÃO**13.1 Métodos de tratamento de resíduos****Produto**

Propor a entrega de soluções excedentes e não recicláveis a uma empresa idónea de tratamento de resíduos.

Embalagens contaminadas

Eliminar como produto Não utilizado.

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

14. INFORMAÇÕES SOBRE TRANSPORTE

14.1 Número ONU

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

14.2 Designação oficial de transporte da ONU

ADR/RID: Mercadorias não perigosas
DOT (US): Mercadorias não perigosas
IMDG: Mercadorias não perigosas
IATA: Mercadorias não perigosas
ANTT: Mercadorias não perigosas

14.3 Classes de perigo para efeitos de transporte

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

14.4 Grupo de embalagem

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

14.5 Perigos para o ambiente

ADR/RID: não DOT (US): não IMDG Poluente IATA: não
marinho: não

14.6 Precauções especiais para o utilizador

Dados não disponíveis

14.7 Numero De Risco

15. REGULAMENTAÇÕES

15.1 Regulamentação/legislação específica para a substância ou mistura em matéria de saúde, segurança e ambiente

Esta Ficha de Informações de Produtos Químicos foi preparada de acordo com a NBR 14725-4/2014 da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas)

16. OUTRAS INFORMAÇÕES

Informações adicionais

Direitos exclusivos, 2018, da Sigma-Aldrich Co. LLC. Permissão concedida para fazer número ilimitado de cópias em papel, somente para uso interno.

Acredita-se que as informações acima estejam correctas, embora não pretendam ser totalmente abrangentes, devendo ser usadas apenas como um guia. A informação contida neste documento esta baseada no presente estado do nosso conhecimento e é aplicável às precauções de segurança apropriadas para o produto. Não representa nenhuma garantia das propriedades do produto. A Corporação Sigma-Aldrich e as suas companhias afiliadas, não responderão por nenhum dano resultante do manuseio ou do contato com o produto acima. Consultar www.sigma-aldrich.com e/ou o verso da factura ou nota que acompanha o produto para tomar conhecimento dos termos adicionais e condições de venda.

A marca no cabeçalho e/ou rodapé deste documento pode não corresponder temporariamente ao produto adquirido, uma vez que alteramos a nossa marca. No entanto, todas as informações no documento referentes ao produto não sofreram alterações e correspondem ao produto encomendado. Para obter mais informações, envie um e-mail para mlsbranding@sial.com.

Aldrich- 643122

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:

Aluminum oxide – nanoparticles, 30–60 nm particle size (TEM), 20 wt. % in H₂O

Product Number:

642991

CAS Number:

1344-28-1

MDL:

MFCD00003424

Formula:

Al₂O₃

Formula Weight:

101.96 g/mol

TEST	Specification
Appearance (Color)	White
Appearance (Form)	Suspension
ICP Major Analysis	Confirmed
Confirms Aluminum Component	
Loading, Dispersion	19.0 - 21.0 % wt
Particle Size	30 - 60 nm
TEM	

Specification: PRD.1.ZQ5.10000031546

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

FICHA DE DADOS DE SEGURANÇA

Versão 6.0
Data de revisão 21.04.2019
Data de impressão 05.06.2019

1. IDENTIFICAÇÃO DO PRODUTO E DA EMPRESA

1.1 Identificadores do produto

Nome do produto : Óxido De Alumínio

Referência do Produto : 642991

Marca : Aldrich

No. REACH : Um número de registo não está disponível para esta substancia, já que a substancia ou os seus usos estão isentos do registo, a tonelage anual não requiere registo ou este registo está previsto para uma data posterior

No. CAS : 1344-28-1

1.2 Utilizações identificadas relevantes da substância ou mistura e utilizações desaconselhadas

Utilizações identificadas : Produtos químicos de laboratório, Fabrico de substâncias

1.3 Identificação do fornecedor da ficha de dados de segurança

Companhia : Sigma-Aldrich Brasil Ltda.
Av. das Nações Unidas 23.043
SÃO PAULO - SP
04795-100
BRAZIL

Telefone : +55 11 3732 3100

Número de Fax : +55 11 5522 7409

1.4 Número de telefone de emergência

Número de Telefone de Emergência : 0800-707-7022 / 0800 17 2020

2. IDENTIFICAÇÃO DE PERIGOS

2.1 Classificação da substância ou mistura

Não é uma substância ou uma mistura perigosa.

2.2 Elementos do rótulo

Não é uma substância ou uma mistura perigosa.

2.3 Outros Perigos - nenhum(a)

Aldrich- 642991

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

3. COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÕES SOBRE OS INGREDIENTES

3.2 Misturas

Formula : Al_2O_3

Peso molecular : 101.96 g/mol

Componente		Classificação	Concentração
Aluminium oxide			
No. CAS	1344-28-1		>= 20 - < 30 %
No. CE	215-691-6		
Número de registo	01-2119529248-35-XXXX		

4. MEDIDAS DE PRIMEIROS-SOCORROS

4.1 Descrição das medidas de primeiros socorros

Em caso de inalação

Se for respirado, levar a pessoa para o ar fresco. Se não respirar, dar respiração artificial.

Em caso de contacto com a pele

Lavar com sabão e muita água.

Se entrar em contacto com os olhos

Lavar os olhos com água como precaução.

Em caso de ingestão

Nunca dar nada pela boca a uma pessoa inconsciente. Enxaguar a boca com água.

4.2 Sintomas e efeitos mais importantes, tanto agudos como retardados

Os sintomas e efeitos mais importantes conhecidos descrevem-se na etiqueta (ver secção 2.2) e / ou na secção 11

4.3 Indicações sobre cuidados médicos urgentes e tratamentos especiais necessários

Dados não disponíveis

5. MEDIDAS DE COMBATE A INCÊNDIO

5.1 Meios de extinção

Meios adequados de extinção

Utilizar água pulverizada, espuma resistente ao álcool, pó químico seco ou dióxido de carbono.

5.2 Perigos especiais decorrentes da substância ou mistura

Óxido de alumínio

5.3 Recomendações para o pessoal de combate a incêndios

Usar equipamento de respiração autónomo para combate a incêndios, se necessário.

5.4 Informações adicionais

Dados não disponíveis

Aldrich- 642991

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

6. MEDIDAS DE CONTROLE PARA DERRAMAMENTO OU VAZAMENTO

6.1 Precauções individuais, equipamento de proteção e procedimentos de emergência

Evitar a respiração do vapor/névoa/gas.
Para a proteção individual ver a secção 8.

6.2 Precauções a nível ambiental

Não são necessárias medidas de protecção ambiental especiais.

6.3 Métodos e materiais de confinamento e limpeza

Manter em recipientes fechados adequados, para eliminação.

6.4 Remissão para outras secções

Para eliminação de resíduos ver secção 13.

7. MANUSEIO E ARMAZENAMENTO

7.1 Precauções para um manuseamento seguro

Ver precauções na secção 2.2

7.2 Condições de armazenagem segura, incluindo eventuais incompatibilidades

Armazenar em local fresco. Guardar o recipiente herméticamente fechado em lugar seco e bem ventilado.

7.3 Utilização(ões) final(is) específica(s)

Aparte dos usos mencionados na secção 1.2 não se estipulam outros usos específicos

8. CONTROLE DE EXPOSIÇÃO E PROTEÇÃO INDIVIDUAL

8.1 Parâmetros de controlo

Componentes a controlar com relação ao local de trabalho

8.2 Controlo da exposição

Controlos técnicos adequados

Prática geral de higiene industrial.

Protecção individual

Protecção ocular/ facial

Use equipamento de protecção ocular testado e aprovado de acordo com as normas governamentais adequadas, tais como NIOSH (US) ou EN 166 (EU).

Protecção da pele

Manusear com luvas. As luvas devem ser inspeccionadas antes da utilização. Use uma técnica adequada para a remoção das luvas (sem tocar a superfície exterior da luva) para evitar o contacto da pele com o produto. Descarte as luvas contaminadas após o uso, em conformidade com as leis e boas práticas de laboratório . Lavar e secar as mãos.

As luvas de protecção seleccionadas têm de estar de acordo com as especificações da Diretiva da UE 2016/425 e da norma EN 374 dela derivada.

Protecção do corpo

Roupas impermeáveis, O tipo de equipamento de protecção deve ser escolhido de acordo com a concentração e a quantidade da substância perigosa no local de trabalho.

Protecção respiratória

Não requer protecção respiratória. Para exposições incomodas usar respiradores com cartuchos OV / AG (US) ou tipo ABEK (UE EN 14387). Use respiradores e componentes testados e aprovados por normas governamentais apropriadas, tais como as NIOSH (E.U.A.) ou CEN (UE).

Controlo da exposição ambiental

Não são necessárias medidas de protecção ambiental especiais.

9. PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS**9.1 Informações sobre propriedades físicas e químicas de base**

a) Aspeto	Forma: suspensão
b) Odor	Dados não disponíveis
c) Limiar olfativo	Dados não disponíveis
d) pH	Dados não disponíveis
e) Ponto de fusão/ponto de congelação	Dados não disponíveis
f) Ponto de ebulição inicial e intervalo de ebulição	Dados não disponíveis
g) Ponto de inflamação	Dados não disponíveis
h) Taxa de evaporação	Dados não disponíveis
i) Inflamabilidade (sólido, gás)	Dados não disponíveis
j) limites de inflamabilidade superior / inferior ou explosivos	Dados não disponíveis
k) Pressão de vapor	Dados não disponíveis
l) Densidade de vapor	Dados não disponíveis
m) Densidade relativa	Dados não disponíveis
n) Hidrossolubilidade	Dados não disponíveis
o) Coeficiente de partição: n-octanol/água	Dados não disponíveis
p) Temperatura de auto-ignição	Dados não disponíveis
q) Temperatura de decomposição	Dados não disponíveis
r) Viscosidade	Dados não disponíveis
s) Propriedades explosivas	Dados não disponíveis
t) Propriedades comburentes	Dados não disponíveis

Aldrich- 642991

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

9.2 Outra informação de segurança

Dados não disponíveis

10. ESTABILIDADE E REATIVIDADE

10.1 Reactividade

Dados não disponíveis

10.2 Estabilidade química

Estável sob as condições recomendadas de armazenamento.

10.3 Possibilidade de reações perigosas

Dados não disponíveis

10.4 Condições a evitar

Dados não disponíveis

10.5 Materiais incompatíveis

Hidrocarboneto halogenado, Bases fortes, Ácidos fortes, Compostos de vinilo, Óxido de etileno, Trifluoreto de cloro, Difluoreto de oxigênio, Nitrato de sódio

10.6 Produtos de decomposição perigosos

Produtos perigosos de decomposição formados durante os incêndios. - Óxido de alumínio
Outros produtos de decomposição perigosos - Dados não disponíveis
Em caso de incêndio: veja-se secção 5

11. INFORMAÇÕES TOXICOLÓGICAS

11.1 Informações sobre os efeitos toxicológicos

Toxicidade aguda

Dados não disponíveis

Corrosão/irritação cutânea

Dados não disponíveis

Lesões oculares graves/irritação ocular

Dados não disponíveis

Sensibilização respiratória ou cutânea

Dados não disponíveis

Mutagenicidade em células germinativas

Dados não disponíveis

Carcinogenicidade

IARC: Nenhum componente deste produto presente a níveis maiores ou iguais a 0.1% é identificado como carcinógeno provável, possível ou confirmado pelo IARC.

Toxicidade reprodutiva

Dados não disponíveis

Toxicidade para órgãos-alvo específicos - exposição única

Dados não disponíveis

Toxicidade para órgãos-alvo específicos - exposição repetida

Dados não disponíveis

Perigo de aspiração

Dados não disponíveis

Aldrich- 642991

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

MERCK

Informação adicional

RTECS: dados não disponíveis

Até onde sabemos, as propriedades químicas, físicas e toxicológicas não foram minuciosamente investigadas.

12. INFORMAÇÕES ECOLÓGICAS

12.1 Toxicidade

Dados não disponíveis

12.2 Persistência e degradabilidade

Dados não disponíveis

12.3 Potencial de bioacumulação

Dados não disponíveis

12.4 Mobilidade no solo

Dados não disponíveis

12.5 Resultados da avaliação PBT e mPmB

A valoração de PBT / mPmB não está disponível já que a avaliação de segurança química não é necessária / não se realizou

12.6 Outros efeitos adversos

Dados não disponíveis

13. CONSIDERAÇÕES SOBRE TRATAMENTO E DISPOSIÇÃO

13.1 Métodos de tratamento de resíduos

Produto

Propor a entrega de soluções excedentes e não recicláveis a uma empresa idónea de tratamento de resíduos.

Embalagens contaminadas

Eliminar como produto Não utilizado.

14. INFORMAÇÕES SOBRE TRANSPORTE

14.1 Número ONU

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

14.2 Designação oficial de transporte da ONU

ADR/RID: Mercadorias não perigosas

DOT (US): Mercadorias não perigosas

IMDG: Mercadorias não perigosas

IATA: Mercadorias não perigosas

ANTT: Mercadorias não perigosas

14.3 Classes de perigo para efeitos de transporte

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

14.4 Grupo de embalagem

ADR/RID: - DOT (US): - IMDG: - IATA: - ANTT: -

Aldrich- 642991

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the US and Canada

14.5 Perigos para o ambiente

ADR/RID: não DOT (US): não IMDG Poluente IATA: não
marinho: não

14.6 Precauções especiais para o utilizador

Dados não disponíveis

14.7 Numero De Risco

15. REGULAMENTAÇÕES

15.1 Regulamentação/legislação específica para a substância ou mistura em matéria de saúde, segurança e ambiente

Esta Ficha de Informações de Produtos Químicos foi preparada de acordo com a NBR 14725-4/2014 da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas)

16. OUTRAS INFORMAÇÕES

Informações adicionais

Direitos exclusivos, 2018, da Sigma-Aldrich Co. LLC. Permissão concedida para fazer número ilimitado de cópias em papel, somente para uso interno.

Acredita-se que as informações acima estejam correctas, embora não pretendam ser totalmente abrangentes, devendo ser usadas apenas como um guia. A informação contida neste documento esta baseada no presente estado do nosso conhecimento e é aplicável às precauções de segurança apropriadas para o produto. Não representa nenhuma garantia das propriedades do produto. A Corporação Sigma-Aldrich e as suas companhias afiliadas, não responderão por nenhum dano resultante do manuseio ou do contato com o produto acima. Consultar www.sigma-aldrich.com e/ou o verso da factura ou nota que acompanha o produto para tomar conhecimento dos termos adicionais e condições de venda.

A marca no cabeçalho e/ou rodapé deste documento pode não corresponder temporariamente ao produto adquirido, uma vez que alteramos a nossa marca. No entanto, todas as informações no documento referentes ao produto não sofreram alterações e correspondem ao produto encomendado. Para obter mais informações, envie um e-mail para mlsbranding@sial.com.

ANEXO 2

Relatório NTA NanoSight

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-01-36

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-01-36
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div><div>Included Files</div><div>Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-03-03 Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-04-16 Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-04-59 Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-05-43 Al2O3 - n irradiado 2018-03-20 10-06-25</div><div><div>Details</div><div><div>NTA Version:NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used:SOP Standard Measurement 10-01-36AM 20~</div><div>Time Captured:10:01:36 20/03/2018</div><div>Operator:Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name:Al2O3 - N</div><div>Diluent:agua</div><div>Remarks:</div></div><div><div>Capture Settings</div><div><div>Camera Type:sCMOS</div><div>Laser Type:Green</div><div>Camera Level:6</div><div>Slider Shutter:86</div><div>Slider Gain:15</div><div>FPS:25.0</div><div>Number of Frames:749</div><div>Temperature:25.0 °C</div><div>Viscosity:(Water) 0.9 cP</div><div>Dilution factor:Dilution not recorded</div></div><div><div>Analysis Settings</div><div><div>Detect Threshold:12</div><div>Blur Size:Auto</div><div>Max Jump Distance:Auto: 13.5 - 16.5 pix</div></div></div></div><div><div>Results</div><div><div>Stats: Merged Data</div><div><div>Mean:171.3 nm</div><div>Mode:161.1 nm</div><div>SD:63.9 nm</div><div>D10:88.1 nm</div><div>D50:170.6 nm</div><div>D90:251.3 nm</div></div><div><div>Stats: Mean +/- Standard Error</div><div><div>Mean:171.1 +/- 4.6 nm</div><div>Mode:133.2 +/- 22.3 nm</div><div>SD:63.5 +/- 2.2 nm</div><div>D10:84.1 +/- 8.4 nm</div><div>D50:171.7 +/- 3.6 nm</div><div>D90:240.7 +/- 10.3 nm</div><div>Concentration:<div>7.24e+008 +/- 5.43e+007 particles/ml</div><div>36.8 +/- 2.8 particles/frame</div><div>81.4 +/- 7.4 centres/frame</div></div></div></div></div></div></div><div data-bbox="1399 2072 1449 2105" data-label="Page-Footer"><p>177</p></div></div>

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 10-01-36AM 20Mar2018.txt

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-03-05

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-03-05
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div>Included Files</div> <div>Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-04-14 Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-04-57 Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-05-40 Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-06-32 Al2O3 - irradiado 2018-03-20 11-07-33</div> <div>Details</div> <div><div>NTA Version: NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used: SOP Standard Measurement 11-03-05AM 20~</div><div>Time Captured: 11:03:05 20/03/2018</div><div>Operator: Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name: Al2O3</div><div>Diluent: agua</div><div>Remarks:</div></div> <div>Capture Settings</div> <div><div>Camera Type: sCMOS</div><div>Laser Type: Green</div><div>Camera Level: 11</div><div>Slider Shutter: 890</div><div>Slider Gain: 146</div><div>FPS: 25.0</div><div>Number of Frames: 749</div><div>Temperature: 25.0 °C</div><div>Viscosity: (Water) 0.889 - 0.889 cP</div><div>Dilution factor: Dilution not recorded</div></div> <div>Analysis Settings</div> <div><div>Detect Threshold: 12</div><div>Blur Size: Auto</div><div>Max Jump Distance: Auto: 18.3 - 24.3 pix</div></div>	<div>Results</div> <div><div>Stats: Merged Data</div><div><div>Mean: 114.3 nm</div><div>Mode: 20.7 nm</div><div>SD: 110.2 nm</div><div>D10: 19.9 nm</div><div>D50: 63.6 nm</div><div>D90: 284.6 nm</div></div></div> <div><div>Stats: Mean +/- Standard Error</div><div><div>Mean: 110.9 +/- 23.7 nm</div><div>Mode: 60.2 +/- 30.4 nm</div><div>SD: 81.5 +/- 20.4 nm</div><div>D10: 28.5 +/- 7.0 nm</div><div>D50: 77.2 +/- 27.1 nm</div><div>D90: 239.4 +/- 52.5 nm</div><div>Concentration: 2.69e+008 +/- 4.16e+007 particles/ml</div><div>13.7 +/- 2.1 particles/frame</div><div>76.5 +/- 9.9 centres/frame</div></div></div>
---	--

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 11-03-05AM 20Mar2018.txt

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-38-53

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-38-53
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div><div>Included Files</div><div>TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-39-51 TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-40-33 TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-41-21 TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-42-02 TiO2 - n irradiado 2018-03-20 11-42-43</div><div><div>Details</div><div><div>NTA Version:NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used:SOP Standard Measurement 11-38-53AM 20~</div><div>Time Captured:11:38:53 20/03/2018</div><div>Operator:Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name:TiO2 N</div><div>Diluent:agua</div><div>Remarks:</div></div><div><div>Capture Settings</div><div><div>Camera Type:sCMOS</div><div>Laser Type:Green</div><div>Camera Level:4</div><div>Slider Shutter:23</div><div>Slider Gain:15</div><div>FPS:25.0</div><div>Number of Frames:749</div><div>Temperature:25.0 - 25.0 °C</div><div>Viscosity:(Water) 0.9 cP</div><div>Dilution factor:Dilution not recorded</div></div><div><div>Analysis Settings</div><div><div>Detect Threshold:12</div><div>Blur Size:Auto</div><div>Max Jump Distance:Auto: 17.4 - 19.1 pix</div></div></div></div><div><div><div>Results</div><div><div>Stats: Merged Data</div><div><div>Mean:129.2 nm</div><div>Mode:145.9 nm</div><div>SD:49.0 nm</div><div>D10:64.4 nm</div><div>D50:131.5 nm</div><div>D90:189.4 nm</div></div><div><div>Stats: Mean +/- Standard Error</div><div><div>Mean:129.1 +/- 2.6 nm</div><div>Mode:117.6 +/- 19.7 nm</div><div>SD:48.7 +/- 0.9 nm</div><div>D10:58.9 +/- 4.2 nm</div><div>D50:131.7 +/- 2.9 nm</div><div>D90:191.3 +/- 7.1 nm</div><div>Concentration:8.41e+008 +/- 4.03e+007 particles/ml 42.7 +/- 2.0 particles/frame 126.4 +/- 6.1 centres/frame</div></div></div></div></div></div></div></div>
--

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 11-38-53AM 20Mar2018.txt

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
TiO2 irradiado 2018-03-20 11-56-12

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
TiO2 irradiado 2018-03-20 11-56-12
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div>Included Files</div> <div>TiO2 irradiado 2018-03-20 11-56-53 TiO2 irradiado 2018-03-20 11-57-40 TiO2 irradiado 2018-03-20 11-58-30 TiO2 irradiado 2018-03-20 11-59-12 TiO2 irradiado 2018-03-20 11-59-54</div> <div>Details</div> <div><div>NTA Version:NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used:SOP Standard Measurement 11-56-12AM 20~</div><div>Time Captured:11:56:12 20/03/2018</div><div>Operator:Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name:TiO2</div><div>Diluent:agua</div><div>Remarks:</div></div> <div>Capture Settings</div> <div><div>Camera Type:sCMOS</div><div>Laser Type:Green</div><div>Camera Level:5</div><div>Slider Shutter:45</div><div>Slider Gain:15</div><div>FPS:25.0</div><div>Number of Frames:749</div><div>Temperature:25.0 - 25.0 °C</div><div>Viscosity:(Water) 0.9 cP</div><div>Dilution factor:Dilution not recorded</div></div> <div>Analysis Settings</div> <div><div>Detect Threshold:12</div><div>Blur Size:Auto</div><div>Max Jump Distance:Auto: 24.0 - 29.6 pix</div></div>	<div>Results</div> <div>Stats: Merged Data</div> <div><div>Mean:60.2 nm</div><div>Mode:18.0 nm</div><div>SD:60.3 nm</div><div>D10:17.2 nm</div><div>D50:37.5 nm</div><div>D90:109.4 nm</div></div> <div>Stats: Mean +/- Standard Error</div> <div><div>Mean:61.7 +/- 11.8 nm</div><div>Mode:38.6 +/- 7.4 nm</div><div>SD:53.5 +/- 15.1 nm</div><div>D10:18.2 +/- 0.6 nm</div><div>D50:45.2 +/- 6.8 nm</div><div>D90:113.6 +/- 35.0 nm</div><div>Concentration:1.29e+008 +/- 2.49e+007 particles/ml</div><div>6.5 +/- 1.3 particles/frame</div><div>112.3 +/- 21.4 centres/frame</div></div>
--	---

Intensity / Size graph for Experiment:
TiO2 irradiado 2018-03-20 11-56-12

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 11-56-12AM 20Mar2018.txt

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-31-26

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-31-26
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div><div>Included Files</div><div>ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-32-20 ZrO2- n irradiado 2018-03-20 10-33-06 ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-33-52 ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-34-37 ZrO2 - n irradiado 2018-03-20 10-35-21</div><div><div>Details</div><div><div>NTA Version:NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used:SOP Standard Measurement 10-31-26AM 20~</div><div>Time Captured:10:31:26 20/03/2018</div><div>Operator:Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name:ZrO2 N</div><div>Diluent:agua</div><div>Remarks:</div></div><div><div>Capture Settings</div><div><div>Camera Type:sCMOS</div><div>Laser Type:Green</div><div>Camera Level:8</div><div>Slider Shutter:317</div><div>Slider Gain:15</div><div>FPS:25.0</div><div>Number of Frames:749</div><div>Temperature:25.0 - 25.0 oC</div><div>Viscosity:(Water) 0.9 cP</div><div>Dilution factor:Dilution not recorded</div></div><div><div>Analysis Settings</div><div><div>Detect Threshold:12</div><div>Blur Size:Auto</div><div>Max Jump Distance:Auto: 14.1 - 14.3 pix</div></div></div></div><div><div>Results</div><div><div>Stats: Merged Data</div><div><div>Mean:141.2 nm</div><div>Mode:140.3 nm</div><div>SD:31.9 nm</div><div>D10:96.7 nm</div><div>D50:139.6 nm</div><div>D90:181.9 nm</div></div><div><div>Stats: Mean +/- Standard Error</div><div><div>Mean:141.1 +/- 1.2 nm</div><div>Mode:145.2 +/- 9.1 nm</div><div>SD:31.8 +/- 0.9 nm</div><div>D10:98.6 +/- 2.7 nm</div><div>D50:139.8 +/- 0.8 nm</div><div>D90:182.1 +/- 2.2 nm</div><div>Concentration:2.01e+009 +/- 7.93e+007 particles/ml 102.0 +/- 4.0 particles/frame 99.1 +/- 4.2 centres/frame</div></div></div></div></div></div></div>
--

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 10-31-26AM 20Mar2018.txt

FTLA Concentration / Size graph for Experiment:
ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-23-19

Averaged FTLA Concentration / Size for Experiment:
ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-23-19
Error bars indicate + / - 1 standard error of the mean

<div><div>Included Files</div><div>ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-24-18 ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-24-59 ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-25-41 ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-26-22 ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-27-04</div><div><div>Details</div><div><div>NTA Version:NTA 3.2 Dev Build 3.2.16</div><div>Script Used:SOP Standard Measurement 11-23-19AM 20~</div><div>Time Captured:11:23:19 20/03/2018</div><div>Operator:Priscila</div><div>Pre-treatment:</div><div>Sample Name:Zr2O3</div><div>Diluent:agua</div><div>Remarks:</div></div><div><div>Capture Settings</div><div><div>Camera Type:sCMOS</div><div>Laser Type:Green</div><div>Camera Level:10</div><div>Slider Shutter:696</div><div>Slider Gain:73</div><div>FPS:25.0</div><div>Number of Frames:749</div><div>Temperature:25.0 - 25.0 °C</div><div>Viscosity:(Water) 0.9 cP</div><div>Dilution factor:Dilution not recorded</div></div><div><div>Analysis Settings</div><div><div>Detect Threshold:12</div><div>Blur Size:Auto</div><div>Max Jump Distance:Auto: 13.9 - 16.7 pix</div></div></div></div><div><div><div>Results</div><div><div>Stats: Merged Data</div><div><div>Mean:146.5 nm</div><div>Mode:127.2 nm</div><div>SD:56.0 nm</div><div>D10:81.8 nm</div><div>D50:138.6 nm</div><div>D90:212.2 nm</div></div><div><div>Stats: Mean +/- Standard Error</div><div><div>Mean:146.1 +/- 5.8 nm</div><div>Mode:133.3 +/- 5.1 nm</div><div>SD:52.1 +/- 8.5 nm</div><div>D10:86.9 +/- 5.8 nm</div><div>D50:140.1 +/- 4.1 nm</div><div>D90:211.2 +/- 6.7 nm</div><div>Concentration:4.67e+008 +/- 2.87e+007 particles/ml 23.7 +/- 1.5 particles/frame 41.7 +/- 4.2 centres/frame</div></div></div></div></div></div></div></div>

Intensity / Size graph for Experiment:
ZrO2 - irradiado 2018-03-20 11-23-19

Script Used: (Full Text):

SOP Standard Measurement 11-23-19AM 20Mar2018.txt

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.