

DESENVOLVIMENTO DE DOSADOR SÓLIDO PARA APLICAÇÃO EM REATOR DE ÓXIDO DE GRAFENO AUTOMATIZADO

Lucas Francisco Rodrigues (IC) e Sérgio Luis Rabelo de Almeida (Orientador)

Apoio: PIVIC Mackenzie

RESUMO

Esse trabalho teve por objetivo aplicar e aperfeiçoar um sistema de dosagem de sólidos para controlar com precisão as quantidades utilizadas de pó de grafite e permanganato de potássio no processo de fabricação de óxido de grafeno, realizado dentro de um reator automatizado. Este dosador deve ser capaz de adicionar uma porção desejada de cada um dos materiais, de acordo com a produção necessária, de forma repetível e confiável, através do controle da rotação e do tempo de movimento. Foram realizados quatro ensaios usando como base, o dosador original do projeto do reator, encontrando a massa dosada ao variar a rotação de um parafuso helicoidal por um período controlado para encontrada a vazão mássica dos produtos e após a coleta de dados, verificou-se a estabilidade da dosagem a partir da proximidade de seus pontos a uma aproximação linear dos resultados, com a qual se constatou falta de repetibilidade no sistema original, tornando necessária substituição do parafuso do dosador para tentar impedir a ocorrência de compactação de particulado na helicoide do parafuso, causando transporte parcial de material em diversas dosagens, e implementação de vibrador no reservatório para impedir acúmulo na entrada do fuso, impedindo a entrada dos reagentes no sistema de dosagem.

Palavras-chave: Grafeno. Dosagem. Sólido.

ABSTRACT

This paper aimed to apply and improve a solids dosing system to precisely control the amounts of graphite powder and potassium permanganate used in the graphene oxide manufacturing process carried out inside an automated reactor. This dispenser must be able to add a desired portion of each of the materials, according to the required production, in a repeatable and reliable way, through control of rotation and movement time. Four tests were carried out using as a basis, the original doser of the reactor design, finding the dosed mass by varying the rotation of a helical screw for a controlled period to find the mass flow of the products and after the data collection, the dosing stability from the proximity of its points to a linear approximation of the results, with which a lack of repeatability in the original system, making it necessary to replace the dosing screw to try to prevent the occurrence of particulate compaction in the screw helicoid, causing partial transport of material in several dosages, and

implementation of a vibrator in the reservoir to prevent accumulation at the entrance of the spindle, preventing the entry of reagents from entering the dosing system.

Keywords: Graphene; Dosing; Solids;

1. INTRODUÇÃO

Para o desenvolvimento da tecnologia, a aplicação de materiais com melhores propriedades e inovação dos seus mecanismos de produção e coleta se tornou imprescindível. Na última década, um desses materiais apresentados foi o grafeno, que detém uma vasta aplicação na área de compostos, servindo como um aditivo poderoso.

Conforme Vieira Segundo e Vilar (2017), em 2004, foi descoberta a repartição de uma única camada do grafite que produzia grafeno pelo uso de uma fita adesiva, utilizado em um método de preparação denominado de esfoliação mecânica. Esse processo foi considerado simples, com uma alta qualidade do material produzido, porém de baixíssimo rendimento, impossibilitando assim o seu uso comercial e não apenas de pesquisa.

Ao longo das pesquisas com grafeno, um método químico utilizado para sua produção foi desenvolvido, envolvendo o componente grafeno pela redução química do óxido de grafeno, cuja preparação se mostrou efetiva para produções grandes e com custo reduzido (FATHY et al., 2016), possuindo escalabilidade e alto rendimento. Porém, tal processo também apresenta desvantagens, dado que o material produzido não obtém boa qualidade estrutural nem eletrônica. Somado a isso, o processo é altamente exotérmico em um nível explosivo, utiliza uma grande quantidade de tempo e produtos tóxicos prejudiciais ao ambiente (PARVEZ et al., 2015).

Um grupo de professores e alunos da Universidade Presbiteriana Mackenzie (ALMEIDA et al., 2018) desenvolveu o projeto de um reator automatizado de óxido de grafeno, em que foi estudado o uso de um dosador vinculado a um sistema programado para dosagem de reagentes sólidos, visando realizar a produção em larga escala de um sistema capaz de realizar a redução química do óxido de grafeno, com o mínimo de interferência humana possível.

No desenvolvimento dessa pesquisa, também foi empregado o conceito do parafuso helicoidal ou “Parafuso de Arquimedes”, artefato inicialmente utilizado e cuja invenção se credita a Arquimedes, com uso inicial para transporte de água pelo uso de uma hélice, tornando possível a subida de água por um tubo como uma bomba elevatória. Esse mecanismo pode ser utilizado também para bombeamento de esgoto, evitando entupimento de tubos comuns, ou até mesmo como rotor de turbina, para converter a energia cinética da água em baixas correntes em energia mecânica (THE EDITORS OF ENCYCLOPAEDIA BRITANNICA, s.d.).

A aplicação do parafuso de Arquimedes, sendo um modelo simples e de fácil aplicação, é estudada nesse projeto para verificação da possibilidade do transporte dos componentes sólidos, como permanganato de potássio (KMnO_4) e óxido de grafite, de modo a poder realizar a repetição do processo com a obtenção dos mesmos resultados e com uma precisão das quantidades para garantir a qualidade do produto.

Este projeto teve por objetivo a análise da funcionalidade do dosador por meio da metodologia do parafuso discutida no parágrafo precedente, de modo que se faça uma adição precisa das massas dos componentes introduzidos no processo, uma vez que a qualidade do produto é intrinsecamente relacionada a quantidade de materiais dosados, que podem aumentar ou diminuir sua oxidação e assim obter resultados diferentes.

Caso os testes não se mostrem satisfatórios, pretende-se implementar melhorias no projeto do dosador, seja em parâmetros mecânicos como ajuste do passo do parafuso, de cunho eletrônico ou de realimentação de sinal de saída.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

O processo para obtenção do óxido de grafeno reduzido, consiste em um método de redução química do óxido de grafite, que, de acordo com Vieira Segundo e Vilar (2017), é um processo que apresenta um custo aplicado reduzido, para uma produção rentável, trazendo ainda desvantagens como “defeitos estruturais e perturbação na estrutura eletrônica do grafeno”.

No método de Hummers modificado, com variações feitas por Dimiev e Tour (2014), a oxidação do pó de grafite ocorre por meio da utilização de ácido sulfúrico (H_2SO_4) e do Permanganato de Potássio (KMnO_4), cuja reação se apresenta como altamente exotérmica. Esse processo se inicia com a adição do grafite ao ácido sulfúrico de modo que se oxide e torne-se um composto intercalado de coloração azul-escura, a fim de ser separado. Na segunda etapa, adiciona-se algumas vezes ao permanganato de potássio, adquirindo um tom mais verde até a coloração amarela, que indica a oxidação da mistura, tendo mais etapas até o final do processo, porém com a utilização dos sólidos a serem dosados apenas até a etapa previamente abordada.

Para esse método ser realizado, deve ocorrer a entrada de pó de grafite e o permanganato de potássio no reator, por meio do dosador sólido apresentado no

projeto inicial (Almeida et al., 2018), cujo funcionamento ocorre pela utilização de um Parafuso de Arquimedes, sistema de helicóide com formato que lembra um parafuso e cujo passo possibilita um transporte de material, correspondente ao volume preenchido pelo material transportado no vão do passo das hélices.

O dosador, apresentado em um projeto realizado por Almeida (2018), em uma elaboração de um sistema de reator de óxido de grafeno (GO), prevê produzir 20 gramas do GO por semana. Desse modo, o sistema ilustrado na Figura 1, conta com um dosador de sólidos, composto por 01 reservatório, 01 corpo, 01 parafuso helicoidal, 01 acoplamento e 01 bico de dosagem, para que seja feita a inserção de grafite em pó e permanganato de potássio no processo.

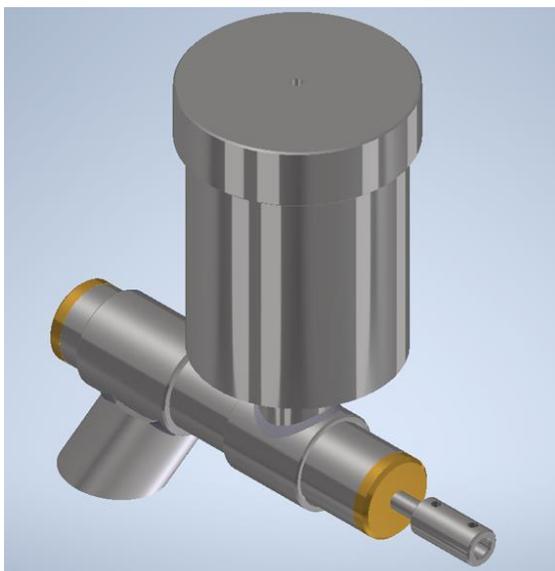


Figura 1 – Projeto do dosador

Fonte: ALMEIDA et al, 2018

Referente a transmissão do torque necessário para dosador, foi realizado a seleção de um motor de passo, capaz de ser operado por um microcontrolador, que está presente na placa Arduino, controlando a rotação do motor de passo que transmite o movimento ao fuso do dosador, promovendo a vazão dos produtos dosados.

Esse controlador para ser acionado necessita da inserção de um programa dentro do Arduino, que utiliza a linguagem C++ com alterações que passam por um compilador, proporcionando linguagem de máquina, que após o microcontrolador, fornece um pulso a outro sistema. O driver do motor de passo transforma o pulso em corrente para controlar a angulação do fuso do motor e fornecendo o torque.

No projeto do dosador no reator se pretende utilizar o artifício do parafuso em malha aberta, ou seja, um sistema que não recebe um *feedback* da saída do sistema para verificação da quantidade dosada de material, funcionando apenas pela informação primária de necessidade do dosador, sem apresentar o dado de que a dosagem do material foi correta.

Caso não seja possível a aplicação do sistema em malha aberta, é proposta a solução com um sistema em malha fechada, onde existe a resposta do material dosado na saída do dosador, por meio de um sensor na saída do modelo, retroalimentando o sistema com essa informação de modo a controlar a rotação do parafuso.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A partir do projeto do dosador original, foi planejado um ensaio utilizando uma balança com um prato, uma colher para dosagem, grafite em pó, permanganato de potássio e o dosador sólido do projeto inicial.

A realização dos ensaios necessários e a aplicação do dosador no reator tornaram necessária a utilização de um suporte, que foi produzido de acordo com as especificações do motor e impresso em 3D. Também foi usinado um acoplamento mecânico para transmissão da potência do eixo do motor para o eixo do dosador helicoidal.

Para o teste do dosador helicoidal, foi elaborado um ensaio de dosagem dos materiais utilizados no reator (pó de grafite e permanganato de potássio) para verificar se era possível realizar o uso do dosador, encontrando as massas dosadas no equipamento, como correspondentes às desejadas e se era possível repetir o mesmo processo, utilizando mesma rotação, obtendo assim, valores dosados iguais.

Nesse processo, foram retirados 2 valores de massa dosada, para os dois sólidos, em um tempo de 20 segundos com diferentes rotações geradas pelo motor de passo, obtendo os valores de passos, número de voltas e massa dosada por passo/volta e massa por tempo. Para esses 20 segundos de dosagem, optou-se pela retirada de valores de 8 rotações diferentes, começando em 10 até 80 rotações por minuto.

Esses valores de rotação foram inseridos utilizando o Arduino Editor®, editor online de código Arduino, que teve a função de carregar o programa no

microcontrolador, e ligado ao motor de passo, fornecer rotação ao sistema no tempo desejado, por meio da alteração do número de passos a serem dados, e na rotação do motor.

O software produzido para controle do motor de passo teve os valores de passos alterados a cada mudança de rotação do projeto para atender as velocidades desejadas, de modo a se obter uma amostra mais uniforme. O acionamento do motor de passo é ilustrado na Figura 2, e é composto por um motor NEMA 17 para rotação do fuso do dosador, um driver de motor de passo L298N para controle do motor de passo, um Arduino Uno processa o programa inserido de um computador por um cabo USB A/B e rotaciona o motor através do driver, e uma fonte de alimentação 12V.

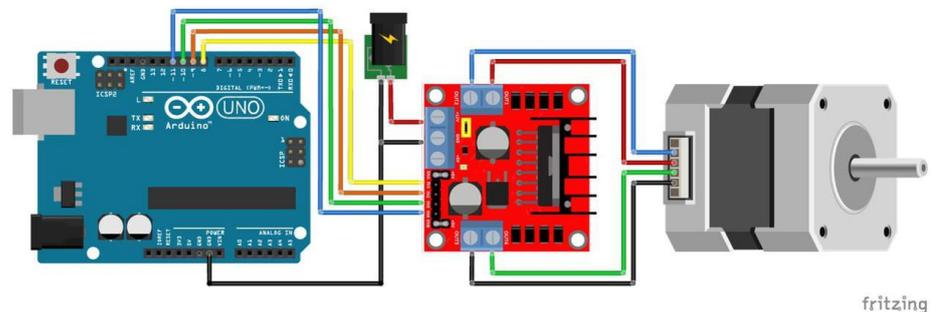


Figura 2 – Sistema montado ilustrativo

Fonte: MAKER GUIDES, 2019

O programa carregado inicialmente no Arduino foi:

```
// Include the Arduino Stepper Library
#include <Stepper.h>

// Number of steps per output rotation
const int stepsPerRevolution = 200;

// Create Instance of Stepper library
Stepper myStepper(stepsPerRevolution, 8, 9, 10, 11);

void setup()
{
    // set the speed at 60 rpm:
    myStepper.setSpeed(10);
    // initialize the serial port:
```

```

    Serial.begin(9600);
}

void loop()
{
    // step revolutions in 20 seconds:
    Serial.println("clockwise");
    myStepper.step(667);
    delay(500);
}

```

Para efeito de comparação, foi utilizado o gráfico, ilustrado na Figura 3, obtido do projeto original do reator de óxido de grafeno, que compara a vazão volumétrica Q em metros cúbicos por hora (m^3/h) com a rotação em rotações por minuto (rpm).

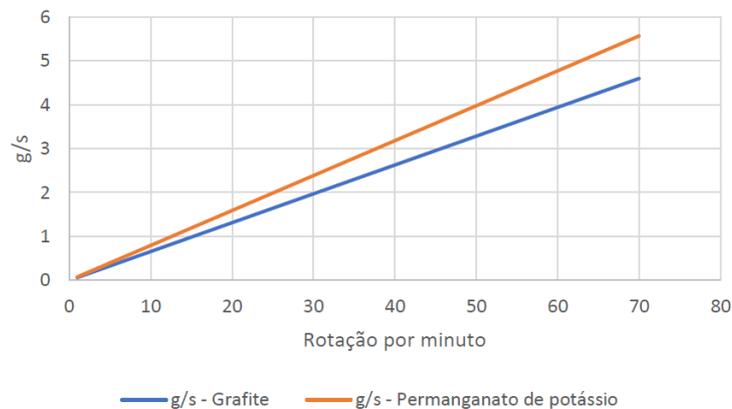


Figura 3 – Curva vazão em massa por rotação do motor

Fonte: ALMEIDA et al, 2018

Os materiais utilizados para realização dos ensaios foram:

- 01 balança Ohaus Adventurer AR3130 (capacidade de 310 gramas, resolução de 0,001 grama), ilustrada na Figura 4;
- 01 Arduino Uno;
- 01 driver L298N;
- 01 motor de passo Nema 17;
- Silo com sistema de dosagem;

- Grafite em pó;
- Permanganato de potássio (pó);



Figura 4 – Balança Ohaus Adventurer AR3130

Fonte: Acervo pessoal, 2021

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na produção do ensaio para verificar a repetibilidade do processo, foi necessário realizar o desenvolvimento de um protótipo a fim de usar o dosador sólido no laboratório. Ademais, foi confeccionado em uma impressora 3D um suporte, para auxílio no sistema nos testes, funcionando como o acoplamento para fixação no reator (representado na Figura 5). Por fim, executou-se a montagem do dosador (representado na Figura 6) para testes em laboratório.

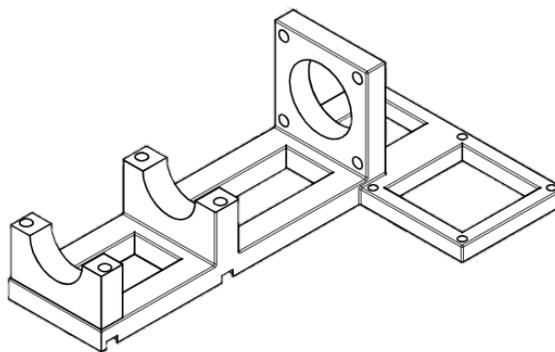


Figura 5 – Sistema de suporte do dosador

Fonte: Acervo pessoal, 2021

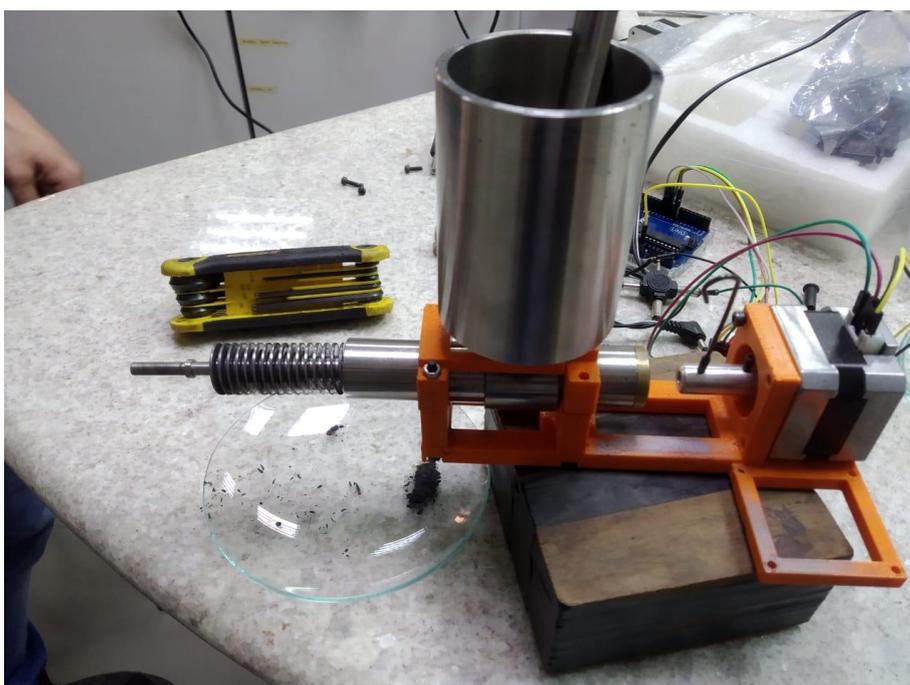


Figura 6 – Sistema completo de dosagem com suporte

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Durante as primeiras execuções dos testes, não foi possível obter resultados consistentes pela falta de entrada de material no parafuso helicoidal, pois os sólidos assentavam no silo do dosador e não desciam ao longo do processo, tornando necessária a utilização de um agitador no processo, utilizando uma colher para auxiliar a entrada de material no sistema.

A tabela 1 mostra os resultados para a dosagem de grafite:

Tabela 1 – Quantidade dosada por rotação do motor de passo e vazão (Grafite)

Rotação (rpm)	Massa dosada (gramas)	Vazão dosada (gramas por segundo)	Voltas do parafuso	Vazão dosada (gramas por volta)
10	0,0890	0,0045	3,335	0,1550
10	-----	-----	3,335	0,1670
20	0,3370	0,0169	6,665	0,1328
20	0,4190	0,0210	6,665	0,1502
30	0,8400	0,0420	10	0,1532
30	0,8510	0,0426	10	0,1589
40	1,3090	0,0655	13,335	0,1554
40	1,2380	0,0619	13,335	0,1675
50	1,5980	0,0799	16,665	0,1522
50	1,6430	0,0822	16,665	0,1599
60	2,5100	0,1255	20	0,1556
60	2,2020	0,1101	20	0,1499
70	3,0490	0,1525	23,335	0,1487
70	3,0800	0,1540	23,335	0,0862
80	3,5020	0,1751	26,665	0,0962
80	3,2000	0,1600	26,665	0,1024

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Foram então encontrados os valores correspondentes a massa dosada por volta.

Para os ensaios, posteriormente foi limpo o sistema do dosador e testado o material Permanganato de Potássio, nas mesmas condições, com os resultados obtidos mostrados na Tabela 2.

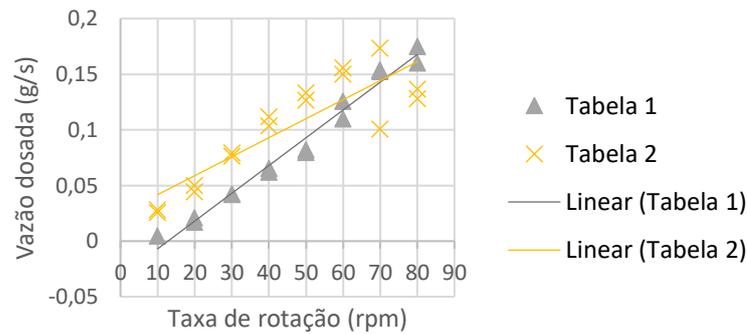
Tabela 2 – Quantidade dosada por rotação do motor de passo e vazão (Permanganato de Potássio)

Rotação (rpm)	Massa dosada (gramas)	Vazão dosada (gramas por segundo)	Voltas do parafuso	Vazão dosada (gramas por volta)
10	0,5170	0,0259	3,335	0,0267
10	0,5570	0,0279	3,335	-----
20	0,8850	0,0443	6,665	0,0506
20	1,0010	0,0501	6,665	0,0629
30	1,5320	0,0766	10	0,0840
30	1,5890	0,0795	10	0,0851
40	2,0720	0,1036	13,335	0,0982
40	2,2340	0,1117	13,335	0,0928
50	2,5360	0,1268	16,665	0,0959
50	2,6650	0,1333	16,665	0,0986
60	3,1120	0,1556	20	0,1255
60	2,9970	0,1499	20	0,1101
70	3,4700	0,1735	23,335	0,1307
70	2,0120	0,1006	23,335	0,1320
80	2,5640	0,1282	26,665	0,1313
80	2,7310	0,1366	26,665	0,1200

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Foi então produzido, um gráfico da vazão dosada pela rotação do motor, verificando também seus desvios na linearidade desejada, representado na Figura 6.

Figura 6 – Vazão dosada x Taxa de rotação nas tabelas 1 e 2



Fonte: Acervo pessoal, 2022

Durante os ensaios, houve a constatação que o sistema não apresentava resultados viáveis, constatado pela discrepância entre os valores encontrados da massa dosada para a mesma rotação, pois apesar de as vazões dosadas estarem próximas, o erro propaga linearmente para dosagem mais longas. Para seu uso no sistema de um reator fechado, dado terem sido encontrados valores discrepantes, somado a falta de tempo disponível aos ensaios, decidiu-se que o sistema apresentado no momento necessitava de mudanças, sendo estudada mudanças a serem realizadas no projeto do dosador.

O principal problema identificado foi o assentamento de material nas entradas do dosador e no vão do parafuso, o que motivou a mudança do parafuso e sistema utilizado. Assim, desenvolveu-se um novo protótipo do parafuso de dosagem, que está ilustrado na Figura 7, produzido em uma impressora 3D, com um passo maior (de 3 milímetros para 12,5 milímetros) e com um diâmetro interno do fuso maior (de 5 milímetros para 8,8 milímetros), de modo a tentar permanecer com um baixo volume dosado por passo e o sistema montado é mostrado na Figura 8.

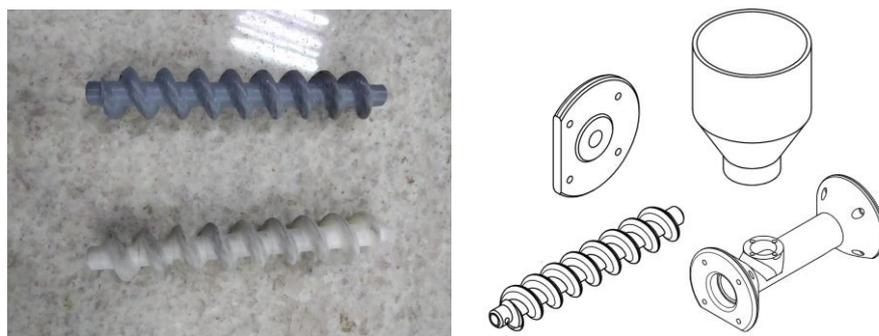


Figura 7 – Fuso prototipado (à direita) e desenho do protótipo de dosagem (à esquerda)

Fonte: Acervo pessoal, 2021



Figura 8 – Sistema completo, com protótipo refeito

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Em posse da peça já então prototipada, encontraram-se os valores correspondentes a massa dosada por volta, inicialmente para o grafite em pó. Os resultados são mostrados os valores na Tabela 3:

Tabela 3 – Quantidade dosada por rotação do motor de passo e vazão (Grafite)

Rotação (rpm)	Massa dosada (gramas)	Vazão dosada (gramas por segundo)	Voltas do parafuso	Vazão dosada (gramas por volta)
10	0,2820	0,0141	3,335	0,0846
10	0,6910	0,0346	3,335	0,2072
20	0,8800	0,0440	6,665	0,1320
20	1,3540	0,0677	6,665	0,2032
30	1,9460	0,0973	10	0,1946
30	1,6700	0,0835	10	0,1670
40	0,6720	0,0336	13,335	0,0504
40	0,4900	0,0245	13,335	0,0367
50	0,9010	0,0451	16,665	0,0541
50	1,6430	0,0822	16,665	0,0986
60	5,3890	0,2695	20	0,2695
60	5,5280	0,2764	20	0,2764
70	6,3870	0,3194	23,335	0,2737
70	5,0560	0,2528	23,335	0,2167
80	6,0220	0,3011	26,665	0,2258
80	6,8590	0,3430	26,665	0,2572

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Novamente, foi limpo o sistema do dosador e testado o material Permanganato de Potássio, nas mesmas condições, com os valores mostrados na Tabela 4:

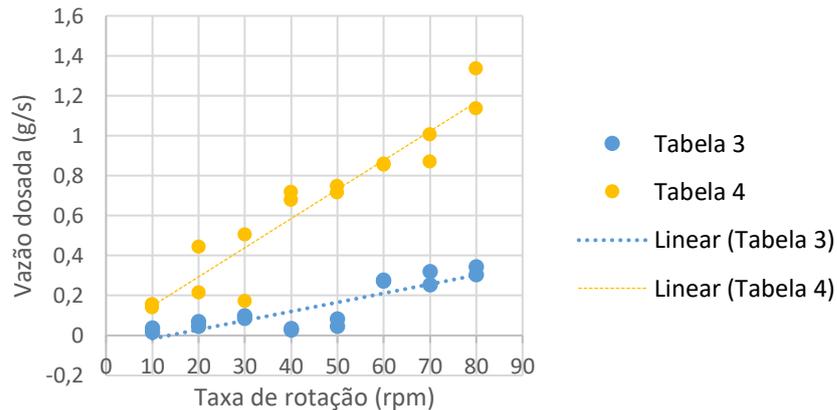
Tabela 4 – Quantidade dosada por rotação do motor de passo e vazão (Permanganato de Potássio)

Rotação (rpm)	Massa dosada (gramas)	Vazão dosada (gramas por segundo)	Voltas do parafuso	Vazão dosada (gramas por volta)
10	2,7940	0,1397	3,335	0,8378
10	3,0650	0,1533	3,335	0,9190
20	8,8660	0,4433	6,665	1,3302
20	4,2640	0,2132	6,665	0,6398
30	3,3930	0,1697	10	0,3393
30	10,0820	0,5041	10	1,0082
40	14,3120	0,7156	13,335	1,0733
40	13,5540	0,6777	13,335	1,0164
50	14,9230	0,7462	16,665	0,8955
50	14,2520	0,7126	16,665	0,8552
60	17,0510	0,8526	20	0,8526
60	17,1400	0,8570	20	0,8570
70	20,1000	1,0050	23,335	0,8614
70	17,3840	0,8692	23,335	0,7450
80	22,6710	1,1336	26,665	0,8502
80	26,6990	1,3350	26,665	1,0013

Fonte: Acervo pessoal, 2021

Gerou-se então um gráfico, ilustrado na Figura 9 para os dados de vazão e rotação para os particulados dosados com o fuso produzido no intuito de solucionar os problemas.

Figura 9 - Vazão dosada x Taxa de rotação das tabelas 3 e 4



Fonte: Acervo pessoal, 2022

Verifica-se então uma dispersão dos pontos em relação a linearidade desejada, assim como nos testes utilizando o fuso antigo, apresentando pontos díspares com a mesma rotação utilizada, porém em uma escala maior de erro. Tal fato tem como hipótese o uso de uma evolvente no fuso, que não era prevista no projeto original, causando queda cadenciada de material e um material de maior rugosidade, interferindo e restringindo a dosagem.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Em relação aos dados encontrados, se tornou perceptível a ineficiência do sistema do projeto original, levando o material dosado e os espaços disponíveis do parafuso e silo em consideração (o que gerou o acúmulo de material no fuso e no silo, sem seu decaimento suave).

Na tentativa de reprojeto do dispositivo, por falta de recursos (a prototipagem não produz a peça com tolerâncias e rugosidades ideais para o processo), não foi possível obter um resultado satisfatório, porém houve a observação de uma oportunidade de melhoria, com a inserção de um vibrador, similar a ideia de um fluxo instantâneo de ar comprimido em um sistema de despoeiramento de uma Aciaria de sucata, para intervenção contra o acúmulo de particulado no silo.

Foi perceptível no projeto, ao menos no estado produzido, a necessidade da produção de uma malha fechada, para verificação da massa dosada, de modo a fornecer precisão para os insumos dosados e tentar assegurar uma melhor qualidade

do óxido de grafeno produzido, já que foram conseguidos apenas resultados inconstantes com o estado presente do projeto.

6. REFERÊNCIAS

ALMEIDA, S. L. R. D. et al. **Automatização da produção de óxido de grafeno para uso em compósitos aplicados ao setor da construção civil**. 2018. Universidade Presbiteriana Mackenzie. São Paulo, p. 98. 2018.

BRITANNICA, THE EDITORS OF ENCYCLOPAEDIA. **Archimedes screw**. Encyclopedia Britannica. Disponível em: <<https://academic-eb-britannica.ez347.periodicos.capes.gov.br/levels/collegiate/article/Archimedes-screw/9287>>. Acesso em: 20 Março 2021.

DIMIEV, A.; TOUR, J. **Mechanism of Graphene Oxide Formation**. ACS Nano, [s.l.], v. 8, n. 3, p. 3060-3068, 2014.

FATHY, M.; GOMAA, A.; TAHER, F.; EL-FASS, M.; KASHYOUT, A. **Optimizing the preparation parameters of GO and rGO for large-scale production**. Journal of Materials Science, [s.l.], v. 51, n. 12, p. 5664-5675, 2016.

MAKER GUIDES. **Control a stepper motor with L298N motor driver and Arduino**. Maker Guides. Disponível em: <<https://www.makerguides.com/l298n-stepper-motor-arduino-tutorial/>>. Acesso em: 30 Março 2021.

PARVEZ, K.; YANG, S.; FENG, X.; MÜLLEN, K. **Exfoliation of graphene via wet chemical routes**. Synthetic Metals, [s.l.], v. 210, part A, p. 123-132, 2015.

SEGUNDO, J. E. D. V.; VILAR, E. O. **Grafeno**: Uma revisão sobre propriedades, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, Paraíba, v. 11, n. 2, p. 54 - 57, 2016.

Contatos: lucasfrodrigues17@outlook.com e slrabelo@hotmail.com