



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

ESTUDO DA DEGRADAÇÃO DO NÍQUEL FOSFORO ENEGRECIDO QUANDO EXPOSTO A RADIAÇÃO SOLAR

Mateus Pereira Monteiro Alves

Relatório Final de Iniciação Científica do
programa PIBIC, orientado pelo Dr. Luiz
Ângelo Berni.

RESUMO

O conhecimento dos dados de irradiação solar é de suma importância, pois pode-se obter informações sobre a atmosfera, clima e superfície terrestre. Os instrumentos utilizados para medir a radiação solar são genericamente denominados de radiômetros. Os radiômetros podem utilizar sensores do tipo semicondutores ou térmicos. Este estudo tem como finalidade avaliar as propriedades óticas das superfícies de Ni-P enegrecido comumente aplicados em radiômetros térmicos de uso terrestre ou espacial em estudo no Grupo de Dispositivos Fotovoltaicos (GDF) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE). Os testes foram realizados utilizando-se espectrofotômetro, sonda de refletância e microscopia de varredura. Os resultados mostram uma refletância extremamente baixa na faixa espectral de 250 nm a 1700 nm e uma morfologia de conjunto de poros apresentada na superfície das amostras, estando de acordo com a literatura consultada.

Palavras-chave: Radiação Solar. Radiômetros. Ni-P enegrecido.

LISTA DE FIGURAS

| | <u>Pág.</u> |
|--|-------------|
| Figura 1 - Ilustração das 3 marcações feitas nas amostras e a área caracterizada através do espectrofotômetro. | 4 |
| Figura 2 - Ilustração das marcações feitas nas amostras e a área final caracterizada através da sonda de refletância. | 5 |
| Figura 3 – Dessecador das amostras. | 6 |
| Figura 4 – Domos e suportes adaptados às amostras. | 7 |
| Figura 5 - Torre com sistema de aquisição de dados. | 8 |
| Figura 6 – Gráfico irradiância pela voltagem do radiômetro projeto. | 11 |
| Figura 7 – Gráfico de refletância da amostra 401. | 12 |
| Figura 8 – Gráfico de refletância da amostra 402. | 12 |
| Figura 9 – Gráfico de refletância da amostra 423. | 13 |
| Figura 10 – Morfologia dos revestimentos de Ni-P das amostras 401, 402 e 423. | 13 |

LISTA DE TABELAS

| | <u>Pág.</u> |
|--|--------------------|
| Tabela 1 – Dados coletados na manhã do dia 01/10/20..... | 9 |
| Tabela 2 – Dados coletados na manhã do dia 21/10/20..... | 9 |
| Tabela 3 – Dados coletados na manhã do dia 22/10/20..... | 10 |
| Tabela 4 – Dados coletados na manhã do dia 06/11/20..... | 10 |

SUMÁRIO

| | <u>Pág.</u> |
|--|-------------|
| 1 INTRODUÇÃO..... | 1 |
| 1.1 Objetivos | 2 |
| 1.2 Objetivos específicos | 2 |
| 2 MATERIAIS E MÉTODOS | 3 |
| 2.1 Calibração do radiômetro utilizado no projeto..... | 3 |
| 2.2 Caracterização das amostras de Ni-P enegrecido..... | 3 |
| 2.3 Separação de uma amostra de controle e exposição das outras à radiação solar | 5 |
| 2.4 Desenvolvimento de um sistema de exposição das amostras a radiação solar | 6 |
| 2.5 Acompanhamento e comparação das amostras..... | 7 |
| 3 RESULTADOS | 9 |
| 3.1 Calibração do radiômetro utilizado no projeto..... | 9 |
| 3.2 Caracterização das amostras de Ni-P | 11 |
| 4 PRÓXIMAS ETAPAS..... | 15 |
| 5 CONCLUSÕES..... | 16 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 17 |

1 INTRODUÇÃO

As energias renováveis e não poluentes ganham cada vez mais atenção em estudos e investimentos, isso devido à oferta decadente dos combustíveis fósseis e seu constante aumento de preço. Associado ao problema de energia tem-se o problema ambiental, a poluição causada por essas fontes é imensa, sendo de extrema urgência a adoção de alternativas limpas. Esses fatores preocupam diversos países e aumentam a busca por fontes de energia renovável como a hídrica, solar, eólica, entre outras. A energia solar é responsável pelos processos físicos, químicos e biológicos que ocorrem na atmosfera terrestre, estando diretamente relacionado com a vida na Terra. Apesar de ser considerada economicamente não favorável, evitaria transtornos como o desequilíbrio ecológico, poluição do ar e esgotamento das reservas fósseis [1]. Podemos obter informações sobre a atmosfera, clima e superfície terrestre a partir do estudo da radiação solar, tanto no solo quanto no espaço [2-3].

Os instrumentos utilizados para medir a radiação solar são genericamente denominados de radiômetros. Radiometria pode ser definida como a técnica de quantificar a medida da radiação eletromagnética, a grandeza correspondente é a irradiância, cuja unidade é W/m^2 . Os radiômetros utilizam sensores semicondutores ou térmicos. Os sensores semicondutores utilizados para medida de radiação solar mais comuns são os fotodiodos e as fotocélulas de silício monocristalino que transformam a radiação incidente diretamente em sinal elétrico [2]. E os sensores térmicos transformam a radiação incidente em calor que é convertida em sinal elétrico através de uma termopilha ou resistência.

Este trabalho teve como foco principal estudar a degradação de filmes de Ni-P enegrecidos com a possibilidade de serem utilizados em futuros radiômetros térmicos. Esse revestimento é formado por uma camada final de níquel-fósforo enegrecido obtida por ataque químico com um ácido oxidante para obter a superfície enegrecida. Essas superfícies apresentam uma capacidade alta de absorção de luz associada a morfologia, que consiste em um denso conjunto de poros. Os depósitos de Ni-P possuem uma infinidade de aplicações devido as diferentes propriedades obtidas através de variações aos teores de fósforo. O

elemento fósforo é co-depositado com o níquel resultando na formação de uma liga de Ni-P, os depósitos apresentam ótimas propriedades químicas, mecânicas e magnéticas [6-7].

A degradação da superfície está relacionada aos efeitos da radiação solar, contaminação superficial e o envelhecimento, que podem afetar suas propriedades óticas, desempenho dos revestimentos e qualidade das medidas do radiômetro. Por esses motivos, tem-se a necessidade do controle e caracterização das amostras [5-6].

1.1 Objetivos

O objetivo geral é verificar a degradação de filmes de Ni-P enegrecido quando expostos à radiação solar por longos períodos.

1.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- a) Desenvolver uma metodologia para mensurar a degradação de filmes quando expostos à radiação solar.
- b) Desenvolver um sistema que permita expor as amostras à radiação solar com um controle de umidade e que possa operar em atmosfera ou vácuo.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia e os procedimentos deste trabalho de pesquisa foram divididos em 5 etapas:

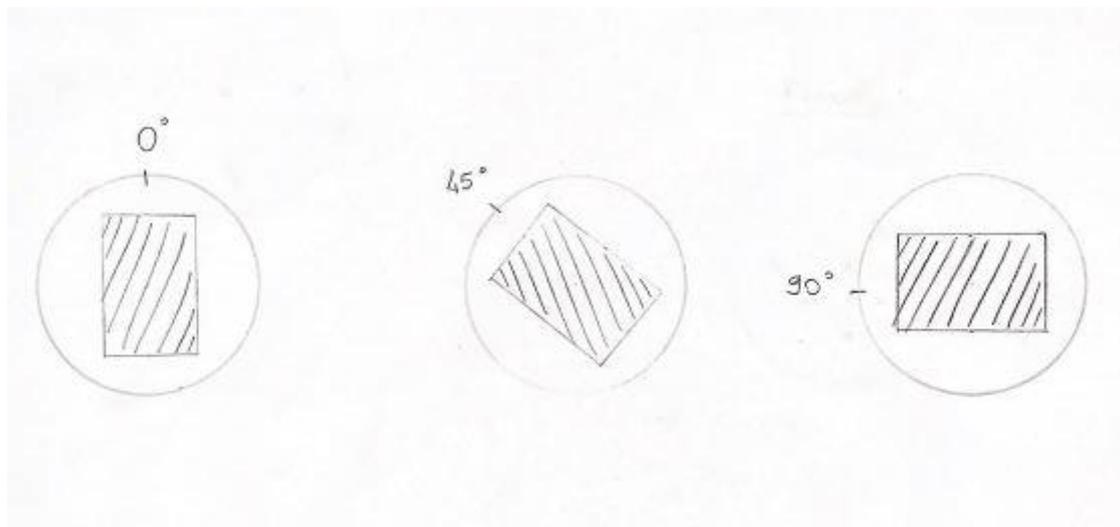
2.1 Calibração do radiômetro utilizado no projeto

Inicialmente para esta etapa utilizou-se dois radiômetros, um descalibrado (denominado radiômetro projeto) que foi alocado junto das amostras de Ni-P e outro calibrado (denominado radiômetro padrão), com constante de valor igual a $9 \mu\text{V}/\text{W}/\text{m}^2$. Em diferentes dias durante o período da manhã, coletou-se com a ajuda de um multímetro a tensão em ambos os radiômetros e organizou-se os dados em uma tabela no Excel. Dividindo-se os dados de voltagem do radiômetro padrão pela constante de calibração obteve-se a irradiância (E). Plotando-se um gráfico com os valores encontrados da irradiância pelos dados de voltagem do radiômetro projeto, conseguiu-se a equação de reta cujo coeficiente angular é a constante de calibração do radiômetro projeto.

2.2 Caracterização das amostras de Ni-P enegrecido

Foi necessário adotar-se diferentes estratégias para a caracterização das amostras nos espectros visível e infravermelho, em razão da utilização de equipamentos distintos para estas medições. Para o visível, utilizou-se o espectrofotômetro na região espectral de 250 nm a 900 nm, com um intervalo de varredura de 1 nm. Como o feixe incidente do espectrofotômetro não cobre a superfície dos revestimentos por inteiro, adotou-se um sistema para obter-se uma maior área para a caracterização. Fez-se uma marcação de 0° , 45° e 90° em cada uma das amostras, como na ilustração abaixo, realizaram-se as medidas e obteve-se 3 medidas por amostra.

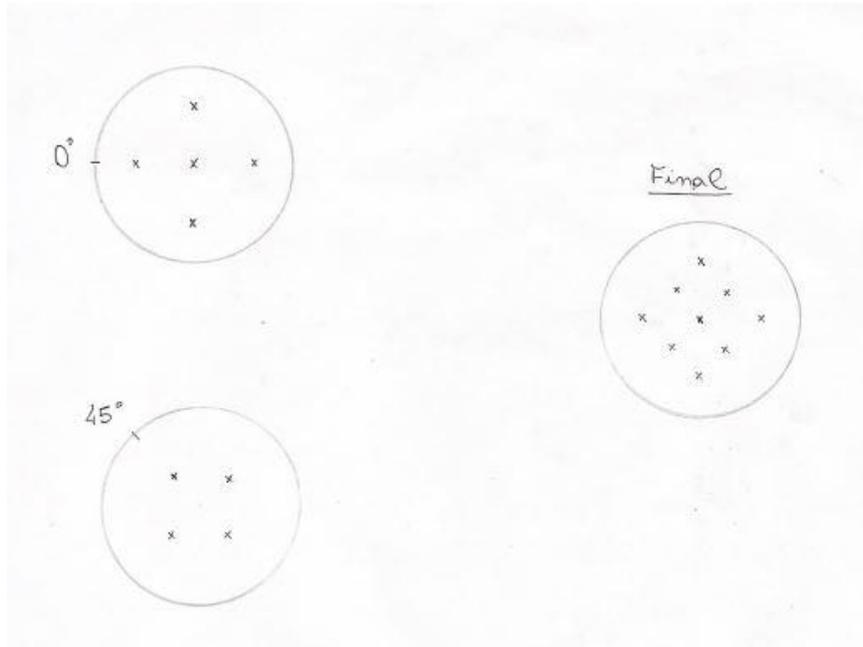
Figura 1 - Ilustração das 3 marcações feitas nas amostras e a área caracterizada através do espectrofotômetro.



Fonte: Produção do autor.

Analogamente para o infravermelho, utilizou-se uma sonda de refletância varrendo-se na região espectral de 900 nm até 1700 nm, com um intervalo de varredura de 1 nm. Para obter-se maior área de caracterização das amostras, adotou-se um sistema de medidas como na ilustração seguinte, foi feito uma marcação de 0° e deu-se um espaçamento de 5 mm entre as medidas, obtendo-se assim 9 medidas por amostra.

Figura 2 - Ilustração das marcações feitas nas amostras e a área final caracterizada através da sonda de refletância.



Fonte: Produção do autor.

Dessa forma, obteve-se o gráfico de refletância na faixa espectral de 250 nm até 1700 nm para cada amostra. Além disso, para o estudo das superfícies, utilizou-se a microscopia de varredura (MEV).

2.3 Separação de uma amostra de controle e exposição das outras à radiação solar

Comparando-se os gráficos obtidos de cada amostra, escolheu-se a amostra com a menor curva de refletância ao longo da faixa espectral para fazer parte do grupo de controle, sendo preservada em um dessecador à vácuo e longe de iluminação, como na figura abaixo. As outras duas unidades restantes foram separadas para exposição à radiação, juntamente com o radiômetro projeto conectado ao sistema de aquisição visando monitorar e registrar os dados.

Figura 3 – Dessecador das amostras.



Fonte: Produção do autor.

2.4 Desenvolvimento de um sistema de exposição das amostras a radiação solar

Visando-se proteger as amostras de umidade, serão utilizados pequenos domos que vedam as amostras do ambiente externo. Necessitou-se desenvolver dois suportes para esta etapa, o primeiro faria o encaixe das amostras dentro dos domos e o segundo alocaria os dois domos para expô-los à radiação solar. Na Figura 4 temos as cúpulas e os suportes para as amostras.

Figura 4 – Domos e suportes adaptados às amostras.



Fonte: Produção do autor.

2.5 Acompanhamento e comparação das amostras

Nesta fase, coleta-se semanalmente os dados de irradiância global incidente, UVA, UVB das amostras por meio de um sistema de aquisição, transfere-se e organiza-se as informações em uma planilha no Excel. Através desses dados é possível calcular a irradiância média e a potencia total diária que chegam nas superfícies. Na Figura 5 está a torre onde se localizam as amostras e o sistema de aquisição.

Figura 5 - Torre com sistema de aquisição de dados.



Fonte: Produção do autor.

3 RESULTADOS

3.1 Calibração do radiômetro utilizado no projeto

Ao total foram coletados dados em 4 dias diferentes no período da manhã, as medições encontram-se nas tabelas abaixo:

Tabela 1 – Dados coletados na manhã do dia 01/10/20.

| Horário | Voltagem Padrão (mV) | Irradiância Padrão (W/m ²) | Voltagem Projeto (mV) |
|---------|----------------------|--|-----------------------|
| 11:00 | 7,68 | 853 | 8,40 |
| 11:10 | 7,71 | 857 | 8,40 |
| 11:20 | 7,80 | 867 | 8,50 |
| 11:30 | 7,84 | 871 | 8,50 |
| 11:40 | 7,89 | 877 | 8,57 |
| 11:50 | 7,85 | 872 | 8,54 |
| 12:00 | 7,88 | 876 | 8,54 |

Fonte: Produção do autor.

Tabela 2 – Dados coletados na manhã do dia 21/10/20.

| Horário | Voltagem Padrão (mV) | Irradiância Padrão (W/m ²) | Voltagem Projeto (mV) |
|---------|----------------------|--|-----------------------|
| 11:00 | 10,90 | 1211 | 9,70 |
| 11:10 | 9,10 | 1011 | 10,65 |
| 11:20 | 9,86 | 1096 | 11,00 |
| 11:30 | 9,55 | 1061 | 11,10 |
| 11:40 | 9,40 | 1044 | 10,70 |
| 11:50 | 9,36 | 1040 | 10,52 |
| 12:00 | 9,25 | 1028 | 10,40 |
| 12:10 | 9,30 | 1033 | 10,60 |
| 12:20 | 9,12 | 1013 | 10,30 |
| 12:30 | 10,12 | 1124 | 11,55 |

Fonte: Produção do autor.

Tabela 3 – Dados coletados na manhã do dia 22/10/20.

| Horário | Voltagem Padrão (mV) | Irradiância Padrão (W/m²) | Voltagem Projeto (mV) |
|----------------|-----------------------------|---|------------------------------|
| 08:10 | 6,12 | 680 | 7,20 |
| 08:20 | 7,20 | 800 | 8,50 |
| 08:30 | 7,40 | 822 | 8,80 |
| 08:40 | 7,60 | 844 | 8,95 |
| 08:50 | 7,56 | 840 | 8,83 |
| 09:00 | 7,87 | 874 | 9,00 |
| 09:10 | 8,00 | 889 | 9,14 |
| 09:20 | 8,70 | 967 | 10,00 |
| 09:30 | 8,40 | 933 | 9,70 |
| 09:40 | 9,00 | 1000 | 11,00 |
| 09:50 | 9,50 | 1056 | 11,20 |

Fonte: Produção do autor.

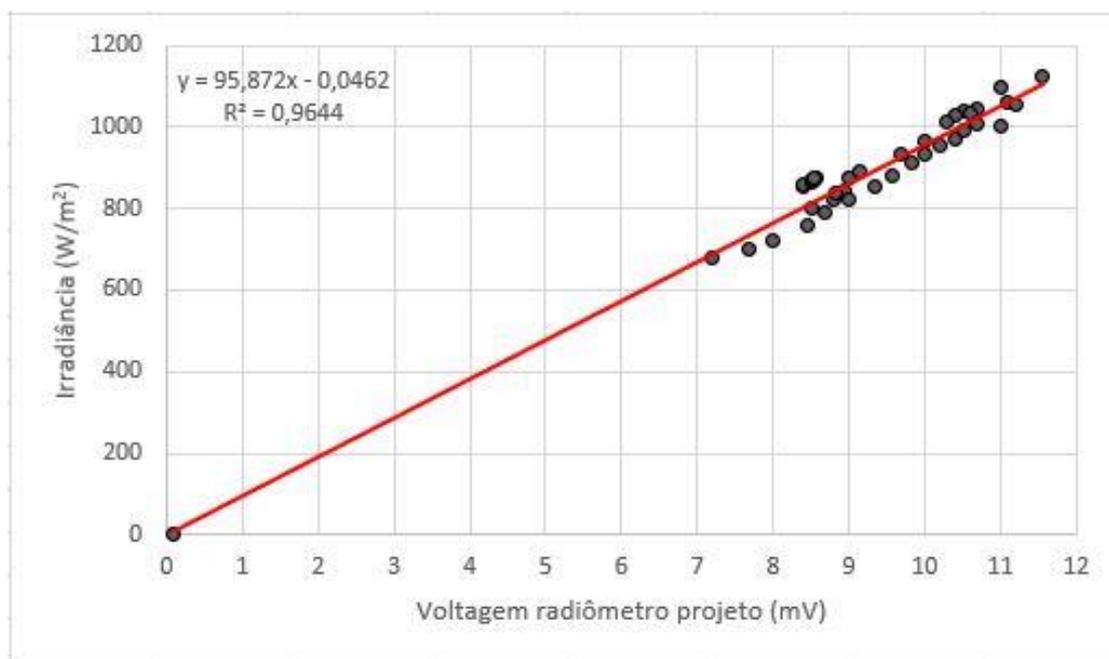
Tabela 4 – Dados coletados na manhã do dia 06/11/20.

| Horário | Voltagem Padrão (mV) | Irradiância Padrão (W/m²) | Voltagem Projeto (mV) |
|----------------|-----------------------------|---|------------------------------|
| 08:30 | 6,28 | 698 | 7,69 |
| 08:40 | 6,52 | 724 | 8,00 |
| 08:50 | 6,84 | 760 | 8,45 |
| 09:00 | 7,11 | 790 | 8,67 |
| 09:10 | 7,40 | 822 | 9,00 |
| 09:20 | 7,70 | 856 | 9,34 |
| 09:30 | 7,95 | 883 | 9,57 |
| 09:40 | 8,19 | 910 | 9,84 |
| 09:50 | 8,40 | 933 | 10,00 |
| 10:00 | 8,60 | 956 | 10,21 |
| 10:10 | 8,76 | 973 | 10,40 |
| 10:20 | 8,91 | 990 | 10,52 |
| 10:30 | 9,06 | 1007 | 10,68 |

Fonte: Produção do autor.

Utilizando-se desses dados para conseguir-se a constante de calibração do radiômetro projeto, obteve-se o seguinte gráfico:

Figura 6 – Gráfico irradiância pela voltagem do radiômetro projeto.



Fonte: Produção do autor.

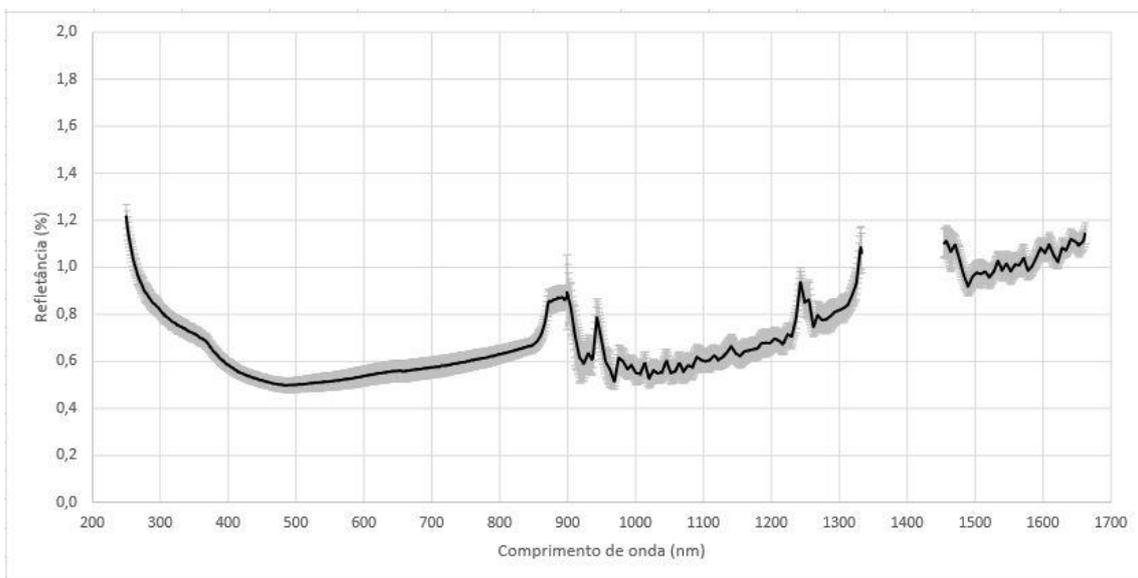
Aplicou-se uma linha de tendência e assim obteve-se a equação da reta. O coeficiente angular desta reta é a constante de calibração do radiômetro projeto, de valor $95,87 \text{ W/m}^2/\text{mV}$. Após calculado este valor, aplicou-se a constante ao sistema de aquisição.

3.2 Caracterização das amostras de Ni-P

Nesta etapa organizou-se as baterias de dados coletadas no espectrofotômetro e na sonda de refletância para cada amostra e plotaram-se os gráficos de refletância por comprimento de onda com suas médias e desvios padrão, conforme seguem as imagens abaixo. Aproximadamente, na faixa entre 1350 nm a 1450 nm, observou-se ruídos causados pelo aparelho utilizado, desconsiderando-se os dados nessa faixa espectral. Também obteve-se

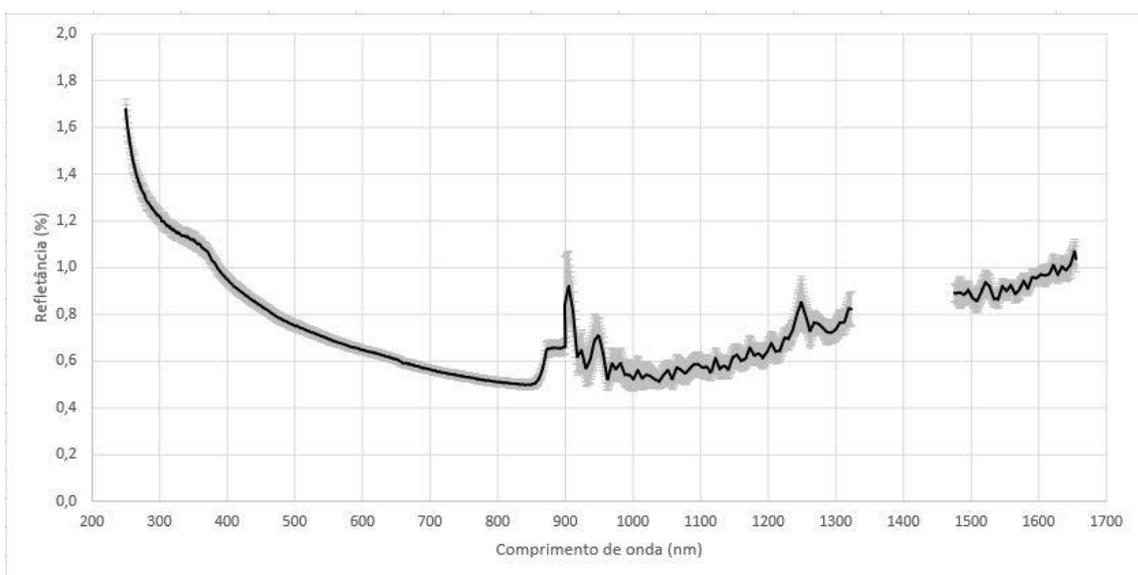
imagens da microscopia de varredura (MEV) das superfícies das amostras, conforme as figuras abaixo.

Figura 7 – Gráfico de refletância da amostra 401.



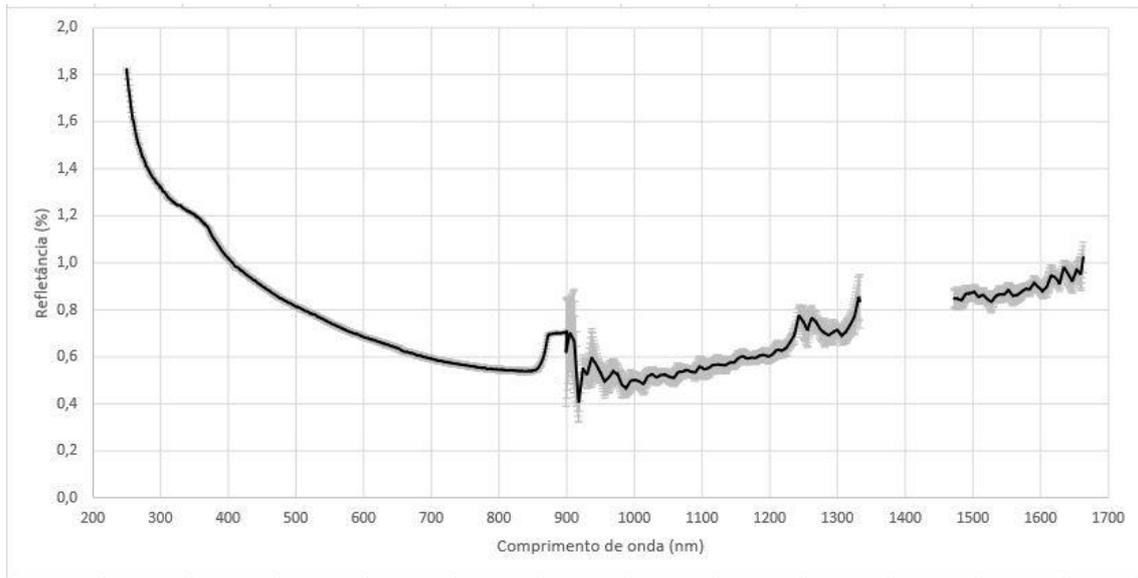
Fonte: Produção do autor.

Figura 8 – Gráfico de refletância da amostra 402.



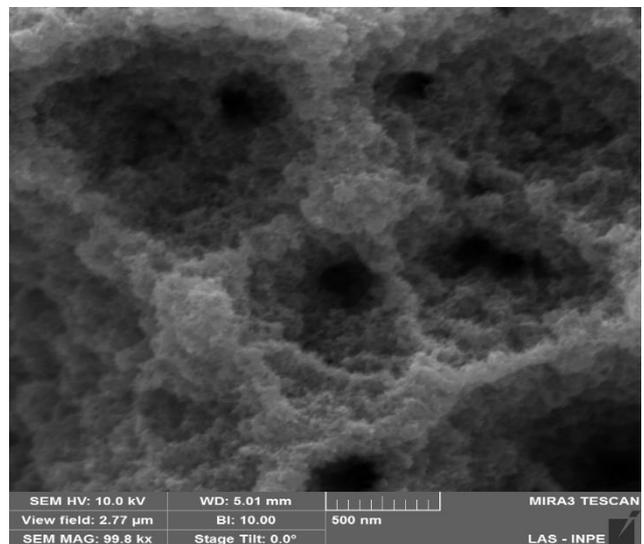
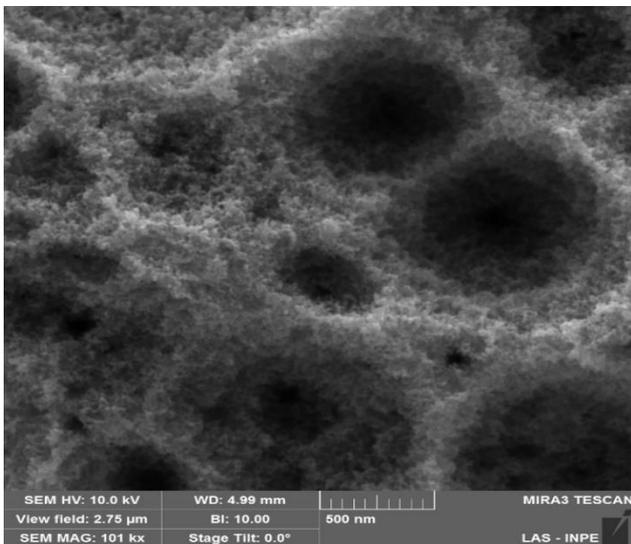
Fonte: Produção do autor.

Figura 9 – Gráfico de refletância da amostra 423.



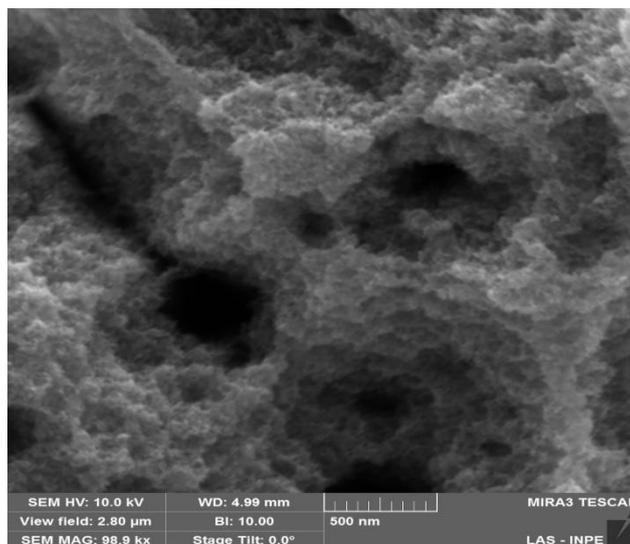
Fonte: Produção do autor.

Figura 10 – Morfologia dos revestimentos de Ni-P das amostras 401, 402 e 423, respectivamente.



(Continua)

Figura 10 – Conclusão.



Fonte: Produção do autor.

Após análise visual da superfície das amostras e análise dos gráficos, constatou-se que a amostra 401 é a mais conservada e apta para fazer parte do grupo de controle, portanto as unidades 402 e 423 serão expostas à radiação.

4 PRÓXIMAS ETAPAS

Após a separação das amostras de controle e de exposição à radiação solar, serão iniciadas as medições diárias de irradiância, UVA, UVB, irradiância média e energia que chegam diariamente em cada amostra. Também será iniciada a comparação periódica para checagem da degradação e envelhecimento das superfícies das amostras expostas com o grupo de controle.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizada a calibração de um radiômetro, caracterização ótica de amostras de Ni-P enegrecido e projetos de peças necessárias para a montagem do experimento. Os testes realizados com a sonda de refletância e espectrofotômetro mostraram os resultados esperados, uma refletância extremamente baixa (máxima de 2%) na região espectral de 250 nm até 1700 nm, além disso, através da microscopia eletrônica notou-se uma morfologia de conjunto de poros na superfície das amostras, estando de acordo com a bibliografia consultada. Este estudo oferece contribuições que podem ser aplicadas no desenvolvimento de trabalhos na área de materiais absorvedores de radiação solar para a aplicação em radiômetros de uso terrestre ou espacial. Por fim, as principais limitações encontradas para a realização do estudo foram os ruídos nos equipamentos para realizar medições devido aos níveis muito baixo dos sinais, exigindo que partes das medições fossem descartadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] THEKAEKARA, M. P. Solar radiation measurement: techniques and instrumentation. **Solar Energy**, v. 18, n. 4, p. 309-325, 1976.
- [2] VILELA, Waldeir Amaral. Estudo, desenvolvimento e caracterização de radiômetros para medidas da radiação solar. São José dos Campos: INPE, 2010.
- [3] GÓMEZ, J. M. et al. A irradiância solar: conceitos básicos. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 40, n. 3, 2018.
- [4] LOPES, A. G. et al. RADIÔMETRO ABSOLUTO PARA MEDIÇÃO DA TSI.
- [5] VILELA, Waldeir Amaral. Estudo, desenvolvimento e caracterização de radiômetros para medidas da radiação solar. São José dos Campos: INPE, 2010.
- [6] CARLESSO, F. Desenvolvimento de elemento sensor para medida da irradiância solar integrada. 2018. 2018. Tese de Doutorado. Tese (Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais)-Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE de São José dos Campos-SP, São José dos Campos-SP.
- [7] CARLESSO, Franciele et al. Physical and Optical Properties of Ultra-black Nickel–Phosphorus for a Total Solar Irradiance Measurement. The Astrophysical Journal Supplement Series, v. 248, n. 1, p. 4, 2020.