UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ELEMENTOS POROSOS PARA BOMBAS CAPILARES

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA

EDUARDO GONÇALVES REIMBRECHT

FLORIANÓPOLIS, NOVEMBRO DE 1998.

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ELEMENTOS POROSOS PARA BOMBAS CAPILARES

EDUARDO GONÇALVES REIMBRECHT

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Prof. Ør. Eng. Mec. Edson Bazzo - Orientador Prof. Dr. Carlos Viana Speller - Coordenador do CPCEM Banca examinadora: (Tendhayen Prof. Dr. Ing. Paulo A. P. Wendhausen - Presidente Prof. Dr. Ing. Marcio Celso Fredel B.H.m. muia Ph. D. Márcia B. H./Mantell/ Dr. Eng. Mec. Celso P. Fernandes

Virtude

Aquele que conhece aos homens é sábio.

Aquele que conhece a si mesmo é iluminado.

Aquele que vence aos outros é forte.

Aquele que vence a si mesmo é realmente poderoso.

Aquele que está satisfeito com o que tem é rico.

Aquele que age com determinação tem vontade firme.

Aquele que é capaz de manter sua posição, resistirá muito tempo.

Aquele que morre e, todavia, não perece, atinge a imortalidade.

Lao Tse

À minha mãe, Edda Ligia, que sempre me incentivou e me permitiu chegar até aqui.

AGRADECIMENTOS

- Aos professores Edson Bazzo e Márcio Celso Fredel pela orientação durante a realização deste trabalho.
- Ao CNPq pela bolsa de estudos e pelo auxílio financeiro prestado durante o trabalho.
- Ao estudante Fernado Pereira, pelo auxílio na realização dos ensaios.
- Aos Professores Paulo C. Phillipi e José A. Bellini da Cunha Neto, e ao Dr. Celso Fernandes pelo apoio prestado no trabalho de caracterização do material.
- A todos os amigos e colegas que de uma forma ou outra auxiliaram na execução deste trabalho. Não citarei seus nomes para evitar a injustiça que cometeria ao esquecer de alguém neste momento. Mas fica a certeza de que sempre lembrarei deles, e que a eles sempre serei grato.

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 - Circuitos de Bombas Capilares	3
2.2 - Metalurgia do Pó e Fundamentos de Sinterização	8
2.3 - Técnicas de Produção de Estruturas Porosas	14
2.4 - Estruturas Porosas de Níquel Produzidas com Pó Carbonila	18
3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	28
3.1 - Fabricação de Estruturas Porosas via Metalurgia do Pó	28
3.1.1 - Seleção da Matéria-prima	29
3.1.2 - Preenchimento da Matriz	31
3.1.3 - Sinterização	33
3.1.4 - Operações Complementares	34
3.2 - Caracterização dos Elementos Porosos	35
3.2.1 - Determinação da Porosidade pelo Método Geométrico	35
3.2.2 - Determinação da Porosidade pelo Princípio de Arquimedes	36
3.2.3 - Determinação da Retração	36
3.2.4 - Desvio de Circularidade	38
3.2.5 - Análise de Imagens	39
3.2.6 - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio	40
3.2.7 - Teste da Bomba Capilar em Bancada	41
3.2.8 - Análise de Incerteza do Nível de Porosidade	43
4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
4.1 - Testes Preliminares	45
4.2 - Produção de Elementos Porosos com o Pó de Níquel Carbonila NP-123	46
4.2.1 - Densidade a verde	46
4.2.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade	47

VI

4.2.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio	
de Circularidade	52
4.2.4 - Usinagem e Ataque Ácido	58
4.2.5 - Eletroerosão	60
4.3 - Produção de Elementos Porosos Utilizando Pó de Níquel Atomizado	62
4.3.1 - Densidade a verde	62
4.3.2 - Sinterização	62
4.4 - Produção de Elementos Porosos Utilizando uma Mistura de Pós	64
4.4.1 - Densidade a verde	64
4.4.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade	64
4.4.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio	
de Circularidade	66
4.5 - Análise Morfológica e Topológica dos Elementos porosos	72
4.5.1 - Análise de Imagens para o Pó carbonila NP-123	73
4.5.2 - Análise de Imagens para o Pó atomizado	77
4.5.3 - Análise de Imagens para a Mistura de pós	79
4.5.4 - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio	83
4.5.5 - Teste da Bomba Capilar em Bancada	84
5 - CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS	87
5.1 - Conclusões	87
5.2 - Perspectivas	88
6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

SUMÁRIO

1 - INTRODUÇÃO	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 - Circuitos de Bombas Capilares	3
2.2 - Metalurgia do Pó e Fundamentos de Sinterização	8
2.3 - Técnicas de Produção de Estruturas Porosas	14
2.4 - Estruturas Porosas de Níquel Produzidas com Pó Carbonila	18
3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	28
3.1 - Fabricação de Estruturas Porosas via Metalurgia do Pó	28
3.1.1 - Seleção da Matéria-prima	29
3.1.2 - Preenchimento da Matriz	31
3.1.3 - Sinterização	33
3.1.4 - Operações Complementares	34
3.2 - Caracterização dos Elementos Porosos	35
3.2.1 - Determinação da Porosidade pelo Método Geométrico	35
3.2.2 - Determinação da Porosidade pelo Princípio de Arquimedes	36
3.2.3 - Determinação da Retração	36
3.2.4 - Desvio de Circularidade	38
3.2.5 - Análise de Imagens	39
3.2.6 - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio	40
3.2.7 - Teste da Bomba Capilar em Bancada	41
3.2.8 - Análise de Incerteza do Nível de Porosidade	43
4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
4.1 - Testes Preliminares	45
4.2 - Produção de Elementos Porosos com o Pó de Níquel Carbonila NP-123	46
4.2.1 - Densidade a verde	46
4.2.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade	47

*

VI

4.2.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio	
de Circularidade	52
4.2.4 - Usinagem e Ataque Ácido	58
4.2.5 - Eletroerosão	60
4.3 - Produção de Elementos Porosos Utilizando Pó de Níquel Atomizado	62
4.3.1 - Densidade a verde	62
4.3.2 - Sinterização	62
4.4 - Produção de Elementos Porosos Utilizando uma Mistura de Pós	64
4.4.1 - Densidade a verde	64
4.4.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade	64
4.4.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio	
de Circularidade	66
4.5 - Análise Morfológica e Topológica dos Elementos porosos	72
4.5.1 - Análise de Imagens para o Pó carbonila NP-123	73
4.5.2 - Análise de Imagens para o Pó atomizado	77
4.5.3 - Análise de Imagens para a Mistura de pós	79
4.5.4 - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio	83
4.5.5 - Teste da Bomba Capilar em Bancada	84
5 - CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS	87
5.1 - Conclusões	87
5.2 - Perspectivas	88
6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 01 - Desenho esquemático de um CPL.	04
Figura 02 - Esquema da bomba capilar em corte longitudinal.	05
Figura 03 - Esquema da bomba capilar em corte transversal.	06
Figura 04 - Diagrama de Venn mostrando as aplicações da M/P.	09
Figura 05 - Microscopia eletrônica de varredura da formação de pescoços durante a	
sinterização de partículas esféricas de níquel.	10
Figura 06 - Alguns dos mecanismos de sinterização presentes na região do pescoço.	11
Figura 07 - Esquema de empacotamento para uma distribuição bimodal.	13
Figura 08 - NP-123 (MEV).	20
Figur a 09 - NP-255 (MEV).	20
Figura 10 - Formação de pescoços por difusão superficial e volumétrica durante a	
sinterização.	21
Figura 11 - Porosidade e resistência a flexão em três pontos de peças produzidas	
por sinterização de pó solto por 15 min, em atmosfera de hidrogênio.	23
Figura 12 - Diferença na retração durante a sinterização, provocada pelo uso de pós	
com diferentes granulometrias.	24
Figura 13 - Desenvolvimento de tensões devido a retração heterogênea durante a	
sinterização de pós irregulares.	25
Figura 14 - Comportamento da resistência em relação a densificação para os pós	
NP-123 e NP-255.	27
Figura 15 - Fluxograma das rotas empregadas para fabricação de elementos	
porosos.	28
Figura 16 - Micrografia dos pós de níquel utilizados (MEV), (a) NP-123, (b) NP-255	
e (C) atomizado.	30
Figura 17 - Representação esquemática das matrizes utilizadas.	31

Figura 18 - Localização dos pontos de medição dos diâmetros da peça para	
determinação da retração e do desvio de circularidade.	38
Figura 19 - Esquema de montagem do CPL com os pontos de medição da	
temperatura.	43
Figura 20 - Densidade aparente para o pó NP-123 vibrado no interior da matriz Nº 1.	46
Figura 21 - Comparação entre as porosidades obtidas para os tempos de 15	
e 30min.	48
Figura 22 - Comparação entre os métodos empregados par determinar a porosidade	
das peças produzidas com o tempo de 30 minutos.	49
Figura 23 - Influência do tempo de sinterização na porosidade, Pa e Pg, para 900°C.	50
Figura 24 - Comparação entre as porosidades obtidas neste trabalho e	
as encontradas por Tracey (1984).	51
Figura 25 - Retração radial nas condições de sinterização testadas.	52
Figura 26 - Retrações obtidas ao longo das peças para o tempo de sinterização	
de 15min.	53
Figura 27 - Retrações obtidas ao longo das peças para o tempo de sinterização	
de 30min.	54
Figura 28 - Desvio de circularidade nas peças obtidas para 15 min de sinterização.	56
Figura 29 - Desvio de circularidade nas peças obtidas para 30 min de sinterização.	56
Figura 30 - Desvio de circularidade nas condições de sinterização testadas.	57
Figura 31 - Irregularidades provocadas na superfície externa das peças pelo ataque	
ácido (MEV).	58
Figura 32 - Poros abertos na superfície externa da peça após o ataque ácido (MEV).	5 9
Figura 33 - Desvio de circularidade inicial (a) e após usinagem/ataque ácido/redução	
(b) para peça sinterizados a 950°C/30min.	6 0
Figura 34 - Fechamento parcial dos poros causado por microfusão na superfície	
interna do material durante a eletroerosão (MEV).	61
Figura 35 - Porosidade aberta remanescente após a eletroerosão (MEV).	61

-

Figura 36 - Porosidades	obtidas nas estruturas porosa fabricadas com a mistura de	
pós, pelos n	nétodos geométrico (Pg) e de Arquimedes (Pa).	65
Figura 37 - Retração rac	dial para as peças produzidas com a mistura de pós.	66
Figura 38 - Retração rac	dial ao longo das peças para temperatura de 950°C.	67
Figura 39 - Retração rac	dial ao longo das peças para temperatura de 1000°C.	67
Figura 40 - Retração rac	dial ao longo das peças obtidas com a mistura de pós e	
com o pó NF	P-123, a 9 50°C/30min.	68
Figura 41 - Desvio de ci	rcularidade apresentado pelas peças fabricadas com a	
mistura de p	oós.	69
Figura 42 - Desvio de ci	ircularidade ao longo das peças para sinterizações a 950°C	
utilizando a	mistura de pós.	70
Figura 43 - Desvio de ci	ircularidade ao longo das peças para sinterizações a 1000°C	
utilizando a	mistura de pós.	70
Figura 44 - Desvio de ci	ircularidade ao longo das peças obtidas com o uso da mistura	
de pós e do	pó NP-123 a 950°C/30min.	/1
Figura 45 - Fotos de do	is elementos porosos produzidos com o pó NP-123 (a) e com	70
a mistura de	e pós (b).	12
Figura 46 - Distribuição	do tamanho de poros em peças fabricadas a 950°C/30min	74
com NP-123	3.	/4
Figura 47 - Distribuição	do tamanho de poros em peças fabricadas a 1000°C/15min	74
com NP-123	3.	75
Figura 48 - Função corr	elação para peça fabricada com NP-123 a 9 50°C/30min.	75
Figura 49 - Função corr	elação para peça fabricada com NP-123 a 1000°C/15min.	76
Figura 50 - Micrografia	das peças fabricadas com NP-123 a 950°C/30min (a) e	
a 1000°C/15	5min (b), (MEV).	76
Figura 51 - Distribuição	do tamanho de poros em peças fabricadas a 1000°C/30min	
com pó aton	nizado.	77
Figura 52 - Função corr	elação para peça fabricada com pó atomizado a	
1000°C/30m	nin.	78

x

Figura 53 - Micrografia de uma peça fabricada com pó atomizado a 1000°C/30min	
(MEV).	79
Figura 54 - Distribuição do tamanho de poros em peças fabricadas a 950°C/30min	
com a mistura pós.	80
Figura 55 - Distribuição do tamanho de poros em peças fabricadas a 950°C/30min	
com a mistura de pós.	80
Figura 56 - Função correlação para peças fabricadas com a mistura de pós a	•
950°/30min.	81
Figura 57 - Função correlação para peças fabricadas com a mistura de pós a	00
950°/45min.	82
Figura 58 - Micrografia das peças fabricadas com a mistura de pós a 950°C/30min	90
(a) e a 950°C/45min (b), (MEV).	02
Figura 59 - Porosimetria de mercúrio para peças fabricadas com os diferentes tipos	83
de pós.	00
Figura 60 - Teste da bomba capilar em bancada experimental com	86
a aplicação de 20 W.	00
Figura 61 - Teste da bomba capilar em bancada experimental com	87
a aplicação de 50 W.	

.

XI

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Empacotamento para distribuições multimodais.	14
Tabela 2 - Características dos pós de níquel carbonila.	19
Tabela 3 - Sinterização dos pós NP-123 e NP-255.	24
Tabela 4 - Composição típica da matéria-prima utilizada.	29
Tabela 5 - Dimensões das matrizes utilizadas.	32
Tabela 6 - Resultados obtidos com a sinterização de diferentes granulometrias de	
pó atomizado.	63

RESUMO

Elementos porosos à base de níquel sinterizado são utilizados em bombas capilares e tubos de calor. No presente trabalho é discutida a fabricação e caracterização de elementos porosos tubulares, via metalurgia do pó, para uso em bombas capilares. Foi analisada a influência de diferentes parâmetros de sinterização sobre a porosidade, retração e o desvio de circularidade. Análise de imagens e porosimetria de intrusão de mercúrio foram duas importantes técnicas de análise utilizadas na caracterização das peças. Foram obtidos elementos tubulares com porosidade volumétrica entre 50 e 60 %, desvio de circularidade aceitável e resistência mecânica adequada para montagem da bomba capilar.

Diversos tipos de pós foram testados. Peças fabricadas unicamente com pó de níquel carbonila têm apresentado problemas relativos ao desvio de circularidade. Por outro lado, peças fabricadas unicamente com pó atomizado têm apresentado problemas relativos à retração. Como solução, optou-se pelo uso de uma mistura de pós com 30% em peso de pó de níquel carbonila e 70% em peso de pó de níquel atomizado, por resultar na produção de peças com as propriedades desejadas. Testes preliminares foram conduzidos em laboratório, com bombas capilares montadas a partir dos elementos porosos fabricados com a mistura indicada. Resultados obtidos demonstraram um desempenho satisfatório da bomba capilar em bancada experimental, indicando fluxos de calor de até 1 W/cm² para pressões de bombeamento capilar da ordem de 3 kPa, usando-se acetona como fluido de trabalho.

ABSTRACT

Sintered nickel powder is proposed to be used as porous wicks in heat pipes and capillary pumps. In this work the manufacturing procedure and property characterization of tubular wicks for capillary pump application are presented. The influence of different sintering parameters on the porosity, shrinkage and roundness was analyzed. The image analysis and mercury porosimetry techniques were used for porous structure characterization. Porous elements were manufactured with carbonyl powder, atomized powder and a powder mixture of both. Pieces manufactured with nickel carbonyl powder have been presenting roundness problems. On the other side, pieces manufactured with nickel atomized powder have been presenting shrinkage problems. A mixture of both was considered to reach a reliable solution. A suitable mixture of 30% in weight of carbonila powder and 70% in weight of atomized powder, resulted in a porous structure with the required properties. Volumetric porosity about 50 to 60% and pore size in the range of 2 to 24µm were measured. An acceptable roundness and a mechanical resistance to assemble the capillary pump were obtained. To allow further investigation, the porous wick was inserted inside an axially grooved aluminum tube for ground testing in a CPL test bed. The capillary pumping pressure was first measured to be about 4000 Pa. Acetone have been used as the working fluid. First results have demonstrated heat fluxes up to 1,2 W/cm² and a satisfactory performance of the capillary pump.

1 - INTRODUÇÃO

Bombas capilares foram inicialmente estudadas por Stenger (1966) para uso em circuitos de transferência de calor de dupla-fase. Mais tarde, no final da década de 70, estudos foram retomados com circuitos de bombas capilares (CPL – Capillary Pumped Loop), visando sua aplicação em estações orbitais (Kroliczeck and Brennan, 1985). Atualmente CPL's têm demonstrado potencial para o controle térmico em aplicações futuras, como, por exemplo, a próxima geração de satélites que atenderá necessidades nas áreas de telecomunicações, meteorologia, sensoriamento remoto e navegação. Para estas aplicações, as cargas térmicas típicas são estimadas na ordem de algumas centenas de Watts por distâncias de poucos metros e com controle de temperatura na faixa de \pm 1 K. Diversos testes já vêm sendo realizados em laboratório e em condições de gravidade reduzida, comprovando um bom desempenho do CPL com confiabilidade aceitável (Dunbar and Supper, 1997).

Na expectativa de se melhorar o desempenho dos CPL's, elementos porosos metálicos e poliméricos vêm sendo testados como estrutura capilar (Maidanik et al., 1991; Cheung et al., 1998). Bombas capilares com elementos porosos se constituem em uma alternativa vantajosa, por apresentarem maior capacidade de bombeamento capilar, quando comparadas com outros tipos, como, por exemplo, bombas de ranhuras circunferenciais (Bazzo and Mantelli, 1998). Tubos de polietileno têm sido especificados com diâmetro médio de poros de 11 μ m, gerando uma pressão de bombeamento da ordem de 3 kPa (Ku, 1993). Elementos de titânio ou níquel sinterizado vêm sendo investigados com tamanho de poros na faixa de 1 a 12 μ m, o que corresponde a pressões de bombeamento variáveis entre 3 e 40 kPa (Maidanik et al., 1991 e 1992). Para ambos os casos, a porosidade indicada é da ordem de 60%. Elementos porosos são, também, utilizados na construção de tubos de calor, que, juntamente com as bombas capilares, são componentes importantes para o controle térmico de satélites e para outras aplicações industriais.

Diversos estudos vêm sendo sistematicamente realizados na expectativa de resolver problemas pendentes relacionados com a operação do CPL e de se buscar alternativas de projeto que ampliem a capacidade de bombeamento capilar. Seguindo esta tendência, pesquisadores vinculados à UFSC já vêm participando de projetos nesta área, com o objetivo de resolver problemas de transferência de calor relacionados com a isotermalização de painéis estruturais e resfriamento de componentes eletrônicos de satélites. No NCTS (Núcleo de Controle Térmico de Satélites) está sendo montado um CPL para testes em condições de micro-gravidade, a bordo do satélite científico franco-brasileiro, cujo lançamento está previsto para o ano 2001. Neste CPL pretende-se testar uma bomba capilar constituída por um elemento poroso de níquel sinterizado, fabricada inteiramente na UFSC. O projeto é coordenado pela UFSC em parceria com o INPE (Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais) e Universidade de Clemson, EUA.

Atualmente são desenvolvidas, também, pesquisas teóricas e experimentais na área de materiais visando o desenvolvimento de novos componentes para a montagem de CPL's, dando ênfase à fabricação de elementos porosos para uso em bombas capilares (Reimbrecht et al., 1998). Desde 1994 vêm sendo feitos estudos sobre a produção de elementos porosos por sinterização no Labmat (Laboratório de Materiais) da UFSC. No Brasil, entretanto, ainda não são produzidos elementos porosos para uso em bombas capilares.

O presente trabalho objetiva a otimização das condições de processamento de elementos porosos por metalurgia do pó. Elementos porosos estes projetados especificamente para a aplicação em bombas capilares e tubos de calor. Pretende-se produzir estruturas com porosidade superior a 50%. O procedimento adotado para a fabricação e caracterização dos elementos porosos é aqui apresentado. Neste trabalho discute-se a influência dos diferentes parâmetros de fabricação testados sobre a porosidade (fração volumétrica e distribuição do tamanho dos poros) e sobre as características geométricas dos elementos porosos fabricados. O trabalho é finalizado com a montagem e teste da bomba capilar em laboratório, para desta forma avaliar seu desempenho em bancada experimental.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - Circuitos de Bombas Capilares

Circuitos de bombas capilares foram inicialmente estudados em meados da década de 60 com o objetivo de substituir tubos de calor ou circuitos convencionais de dupla-fase em aplicações que requeiram altas taxas de troca térmica (Stenger, 1966). Entretanto, somente no final dos anos 70 é que foram iniciados esforços para o desenvolvimento do uso de CPLs em aplicações espaciais. Os primeiros resultados a respeito do uso de bombas capilares para o gerenciamento térmico de satélites foram publicados por Kroliczek and Brennan (1985). Os estudos realizados nos últimos quinze anos demonstraram que o CPL poderá se constituir em um sistema versátil e confiável para o gerenciamento térmico de satélites (Ku, 1993).

Circuitos de bombas capilares são sistemas de dupla-fase para transporte de calor, que basicamente possuem como componentes principais um evaporador, um condensador, um reservatório e linhas de transporte de líquido e vapor, conforme pode ser observado no esquema da Figura 1. Um sistema de dupla-fase se caracteriza por transferir calor latente do evaporador para o condensador à temperatura constante. Circuitos de dupla-fase apresentam vantagens importantes quando comparados a circuitos monofásicos. Um alto calor latente corresponde a uma maior taxa de transferência de calor e, consequentemente, a uma menor vazão de fluído térmico. A possibilidade de operar o circuito a temperatura constante garante um melhor controle do processo de transferência de calor. O reservatório tem a função de controlar a temperatura de operação e a quantidade de fluído no interior do circuito. Como o sistema trabalha com líquido-vapor, a pressão interna é ajustada pelo controle de temperatura do reservatório.

A movimentação do fluido térmico é garantida por ação de bombas capilares instaladas no evaporador, onde calor é absorvido por evaporação. O vapor formado

retorna ao condensador, onde o calor é rejeitado ao meio ambiente por irradiação ou por convecção.



Figura 1 - Desenho esquemático de um CPL.

Amônia, Freon 11 e acetona são fluídos de trabalho que apresentam as características desejadas para uso em CPL's (Faghri, 1995). Além do alto calor latente, várias outras características são consideradas na seleção do fluido de trabalho, tais como compatibilidade com o material do CPL, boa estabilidade térmica, molhabilidade da estrutura porosa e das paredes do material, alta condutividade térmica, baixa viscosidade do líquido e alta tensão superficial. Por apresentar as características desejadas dentro da

faixa de temperatura determinada em projeto (-30°C a 50°C), amônia vem sendo comumente selecionada como fluído de trabalho. A faixa de utilização da amônia é de 213 K a 373 K (Dunn and Reay,1994).

Atualmente, diferentes tipos de bombas capilares vêm sendo estudados, visando sua aplicação em evaporadores nos circuitos de transferência de calor de dupla fase (Bazzo et al., 1997; Ku, 1993). No presente trabalho, a bomba capilar é constituída de uma estrutura porosa inserida no interior de um tubo de alumínio ranhurado axialmente. O vapor é formado na interface entre a estrutura porosa e a parede do tubo ranhurado de alumínio. Durante o funcionamento da bomba capilar, o calor é transferido por condução através da parede do tubo ranhurado, atuando diretamente sobre os meniscos formados nos poros e promovendo a evaporação do fluido térmico. A tensão superficial é responsável pela formação de meniscos no líquido localizado nos poros. O menisco formado irá variar de acordo com a carga térmica aplicada ao sistema. O vapor, então, se desloca pelas ranhuras por onde deixa a bomba capilar.

Um esquema da bomba capilar pode ser observado em corte longitudinal na Figura 2 e em corte transversal na Figura 3. Na Figura 2, também, estão representados os fluxos de calor, vapor e líquido.



Figura 2 - Esquema da bomba capilar em corte longitudinal.



Figura 3 - Esquema da bomba capilar em corte transversal.

A capacidade térmica da bomba capilar depende de sua geometria, do fluido de trabalho e da perda de carga ao longo do CPL. Na condição de carga térmica nula não há diferença de pressão na interface entre líquido e vapor do menisco. Nessa condição, admite-se que o menisco apresente uma curvatura de raio infinito. À medida em que aumenta a carga térmica, aumentam a perda de carga no circuito e a diferença de pressão entre líquido e vapor, e diminui o raio de curvatura do menisco. No limite em que o raio de curvatura se iguala ao raio do poro ocorre o colapso da bomba capilar, ou seja, esta pára de funcionar. Quando a queda na pressão excede a capacidade de bombeamento capilar, o vapor penetra na estrutura porosa, reduzindo a permeabilidade da mesma, até o limite em que ocorre o bloqueio do fluxo de líquido. Este bloqueio do fluxo de líquido é chamado de colapso da bomba capilar. Logo, para uma determinada estrutura e um dado fluido de trabalho, existe um limite de carga térmica que o circuito pode transportar. Esse é o limite capilar. Da mesma forma é importante evitar a formação

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

de bolhas no interior da estrutura porosa. A presença de bolhas bloqueia a passagem de fluído, diminuindo a potência da bomba capilar e podendo levar o sistema ao colapso. Outros limites de funcionamento devem também ser considerados, tais como o limite sônico e o limite de ebulição. Mas, para sistemas operando próximos a temperatura ambiente o limite capilar é o fator de maior importância (Faghri, 1995; Peterson, 1994).

Para a produção de estruturas porosas podem ser utilizados materiais metálicos, poliméricos e cerâmicos, tais como, níguel, aço, alumina, sílica, guartzo e polietileno (Maidanik et al., 1992; Kroliczek and Brennan, 1985). Os materiais cerâmicos ainda têm sua possibilidade de aplicação sendo estudada, devido a problemas relacionados com a sua reduzida tenacidade. Segundo Ku (1993), os materiais poliméricos foram os primeiros a serem empregados em bombas capilares. Os materiais metálicos sugiram como uma opção nova e possuem a vantagem de apresentar uma capacidade de bombeamento maior que a dos poliméricos. Tal vantagem tem motivado estudos, no sentido de otimizar o uso de estruturas porosas metálicas (Maidanik et al., 1992; Rosenfeld et al., 1997). Vários materiais porosos metálicos são adequados para aplicações em bombas capilares. Entretanto, alguns fatores reduzem essa guantidade. Primeiramente o material utilizado deve ser compatível com o fluído de trabalho. No caso da amônia, tem-se como alternativas já comprovadas alumínio, aço inox, níquel e titânio (Maidanik et al., 1991 e 1992; Dunn and Reay, 1994). Um segundo critério para escolha do material é a técnica de fabricação do elemento poroso que será empregada. Para que seja possível um controle na porosidade produzida é preciso utilizar o processo de sinterização. Dos materiais citados anteriormente, o que apresenta a melhor sinterabilidade é o níquel. Ou seja, o níquel necessita de tempos e temperaturas de sinterização mais baixas e, principalmente, não apresenta problemas de oxidação durante a sinterização, guando comparado ao titânio, ao alumínio e ao aço inox. O níquel tem sido indicado como material adeguado para fabricação de tubos de calor por Baker et al. (1998), Cheung et al. (1998) e Freggens (1969). No caso específico de bombas capilares, o níquel vem sendo indicado por Rosenfeld et al. (1997) e Maidanik et al. (1991 e 1992). Kostko (1974) afirma que estruturas porosas para uso em tubos de calor devem apresentar um máximo de permeabilidade e poros com raio mínimo. Essas propriedades são igualmente desejadas

7

para estruturas porosas usadas em bombas capilares, por produzirem uma maior força de bombeamento capilar e menor perda de carga.

2.2 - Metalurgia do Pó e Fundamentos da Sinterização

A metalurgia do pó tradicional pode ser definida de forma simplificada, como sendo o processo onde partículas de pó metálico são convertidas em um componente de engenharia com forma pré-determinada, preferencialmente sem operações adicionais. Os passos básicos do processo tradicional são: produção do pó, compactação do pó e sinterização. A sinterização consiste no aquecimento até a uma temperatura abaixo do ponto de fusão do constituinte majoritário, quando as partículas de pós perdem suas características através do processo da interdifusão desenvolvendo as propriedades requeridas (Thümmler, 1993).

A metalurgia do pó (M/P) é um processo de fabricação de peças que se distingue dos métodos convencionais devido a diversos fatores, dentre os quais:

- Utilização de pós metálicos e não-metálicos como matérias-primas.
- Ausência de fase líquida ou presença apenas parcial de fase líquida durante o processo de fabricação.
- Produção de peças com formas definitivas ou praticamente definitivas, dentro de tolerâncias muito estreitas, geralmente sem necessidade de operações posteriores, como, por exemplo, usinagem.
- Produção de componentes com características estruturais e físicas impossíveis de serem obtidas por vários outros processos.
- Possibilidade de melhor controle da microestrutura e da porosidade.

O processo utiliza operações automatizadas com baixo consumo de energia, pequena perda de matéria-prima e baixo custo de produção, quando comparado a várias técnicas concorrentes. O processo se torna comercialmente competitivo com a produção de uma grande quantidade de peças em série. O aumento das dimensões das peças pode tornar o processo anti-econômico devido ao aumento do custo do ferramental

8

necessário para a fabricação. Na Figura 4 é mostrado um diagrama de Venn onde as condições ideais para o emprego da M/P são apresentadas.





1°) A área de maior viabilidade econômica leva em conta conceitos como produtividade, tolerâncias e automação, abrangendo a produção de peças com geometrias complexas. Alguns componentes para a industria automobilística representam um bom exemplo desta área. De forma geral, são peças pequenas com formas complexas produzidas em grande quantidade e com pequena tolerância dimensional.

2°) Materiais muito difíceis de processar por outras técnicas, como, por exemplo, refratários para os quais a fusão não é prática.

3°) A possibilidade de prever e controlar a microestrutura é a terceira justificativa para o uso da M/P. Alguns exemplos incluem metais porosos, ligas endurecidas com dispersão de óxidos e compósitos como, por exemplo, metal duro, sendo esta a única técnica capaz de produzir as microestruturas desejadas. Atualmente são encontradas aplicações da M/P em cada uma das três áreas, embora o maior crescimento esteja ocorrendo em aplicações onde se verifica a sobreposição de todas as áreas (German, 1984). De acordo com White (1996, 1997), nesses últimos 5 anos as indústrias de materiais particulados têm desfrutado de um período de sucesso e crescimento, confirmando as previsões feitas por German (1984). Tengzelius and Grinder (1996), Kneringer and Stickler (1996) e Johnson (1996) concordam com o crescimento da utilização da metalurgia do pó na indústria. Uma das responsáveis pelo crescimento da M/P é a indústria automobilística, que está utilizando cada vez mais peças sinterizadas. Por exemplo, um estudo realizado por Colle's Bullish (White, 1996) previu o crescimento de aproximadamente 30% nas aplicações da M/P na indústria automobilística para o ano 2005.

- Fundamentos de Sinterização

Sinterização é um tratamento térmico no qual o transporte de massa é termicamente ativado em uma determinada quantidade de pó, ocorrendo, assim, a formação de pescoços "necks" entre as partículas, conforme pode ser observado na Figura 5. O transporte de massa é provocado pela diminuição da energia livre superficial do sistema.



Figura 5 - Formação de pescoços durante a sinterização de partículas esféricas de níquel, microscopia eletrônica de varredura (German, 1984).

Para sistemas monofásicos a força motriz do processo de sinterização é a diminuição da energia livre superficial que ocorre com o crescimento dos pescoços entre as partículas, a diminuição do volume de poros e esferoidização dos mesmos, além da diminuição da concentração de defeitos de rede, provenientes da fabricação do pó. Alguns dos mecanismos de transporte de matéria presentes durante a sinterização podem ser observados na Figura 6.



Figura 6 – Alguns dos mecanismos de sinterização presentes na região do pescoço (Thümmler and Oberacker, 1993).

O processo de sinterização pode ser fenomenologicamente dividido em três estágios, sendo que para a produção de peças com alta porosidade, acima de 50%, as duas etapas iniciais são as mais importantes (Thümmler and Oberacker, 1993; Watwe and DeHoff, 1990; Ivensen, 1973; Swinkels and Ashby, 1981).

Na primeira etapa ocorre a formação de contornos de grão entre partículas adjacentes. Essas primeiras ligações que ocorrem entre as partículas dão origem aos chamados pescoços. Praticamente não ocorre retração nesta etapa, devido a difusão superficial e a difusão nos contornos de grão serem os principais mecanismos de sinterização atuantes.

No estágio intermediário, as partículas começam a perder a sua identidade. Uma estrutura coerente de poros é formada e se inicia o crescimento dos grãos, resultando assim, em uma nova microestrutura. A maior parte da retração ocorre neste estágio, no qual a porosidade é praticamente toda aberta e intercomunicante. Nessa etapa se inicia a difusão volumétrica cuja intensidade aumenta, em relação aos outros mecanismos de sinterização, conforme aumenta a temperatura. É necessário ressaltar que este é o mecanismo responsável pela retração e pela maior parte da diminuição na porosidade.

No estágio final os poros tornam-se esferoidizados e a densificação pode atingir valores próximos à densidade teórica do material. Nesta etapa, os poros residuais estão isolados. O desaparecimento de poros isolados se dá por coalescimento. A falta de um átomo na rede cristalina é chamado vazio e a falta de um grupo de átomos é conhecida como poro. O coalescimento é resultante do fluxo de vazios próximos a um poro menor em direção a um poro de maiores dimensões. O número de vazios é maior ao redor dos poros e quanto menor o poro maior o número de vazios perto dele, devido ao seu raio de curvatura. O gradiente de vazios gera um fluxo viscoso de material em sentido contrário ao fluxo de vazios, desta forma o poro menor difunde em direção ao poro maior. Os contornos de grão, superfícies externas e poros maiores atuam como sumidouros de vazios. No caso dos contornos de grão, os vazios desaparecem devido à atração entre os grãos.

- Influência da Distribuição do Tamanho de Partículas na Sinterização

Um importante fator na sinterização é o grau de empacotamento alcançado pelo pó, sendo o empacotamento a relação entre o volume real das partículas e o volume

12

ocupado pelas mesmas em um determinado arranjo. O empacotamento é um importante fator que influência na retração durante a sinterização. Pode-se aumentar o empacotamento dos pós através da mudança do tipo de pó utilizado. Isto é feito visando aumentar a resistência mecânica da peça e diminuir sua distorção geométrica, apesar de provocar a diminuição da porosidade. A escoabilidade do pó, também, é um fator importante porque esta rege o preenchimento da matriz.

O empacotamento depende principalmente do tamanho e da forma das partículas. Normalmente, para os pós empregados em M/P, a densidade varia entre 30 e 65% da densidade teórica. Valores mais baixos podem ser obtidos com o uso de pós irregulares e esponjosos. Para partículas de mesmo tamanho, quanto mais irregular a partícula e quanto maior sua rugosidade, menor será a densidade obtida após a etapa de conformação, enquanto que para fibras, quanto maior a relação L/D, menor será o empacotamento, sendo L o comprimento e D o diâmetro (German, 1989).

A chave para aumentar o empacotamento é a distribuição dos tamanhos de partículas. Dentro de um certo limite, quanto maior a distribuição de tamanho das partículas maior será o seu empacotamento.

Para ter-se um maior empacotamento é preciso selecionar o tamanho das partículas, para que estas formem uma distribuição bimodal, na qual as partículas menores devem ser selecionadas de forma a entrar nos espaços intersticiais das partículas maiores sem forçar a separação destas, conforme pode ser observado na Figura 7.



Figura 7 - Esquema de empacotamento para uma distribuição bimodal.

Para o máximo empacotamento em uma mistura bimodal, o volume de esferas grandes deve ser maior que o de esferas pequenas.

Misturas de partículas podem, ainda, atingir um maior empacotamento, se forem selecionadas partículas menores para entrar nos espaços restantes da mistura bimodal, e assim sucessivamente. A Tabela 1 apresenta o empacotamento possível para sistemas multicomponentes.

N° de componentes	Distribuição de tamanho	Percentagem em peso	Empacotamento
1	** «	100	0.64
2	7:1	73:27	0.86
3	49:7:1	75:14:11	0.95
4	343:49:7:1	73:14:10:3	0.98

Tabela 1 - Empacotamento para distribuições multimodais (German, 1989).

2.3 - Técnicas de Produção de Estruturas Porosas Metálicas

Estruturas metálicas com alta porosidade, na faixa de 40 a 98%, podem ser chamadas de esponjas metálicas. Esses materiais extremamente leves possuem uma combinação única de propriedades, tais como alta capacidade de absorção de impacto, permeabilidade, baixa condutividade térmica e boas propriedades de isolamento acústico. Também, apresentam diversas aplicações, tais como, eletrodos porosos, absorvedores de choque e impacto, filtros para pós e líquidos, juntas para isolamento térmico, abafadores de ruído, aquecedores e trocadores de calor, suporte para catalisadores, implantes cirúrgicos. De acordo com Fedorchenko (1980) uma maior resistência mecânica para estruturas com alta porosidade (acima de 50%) pode ser obtida com a sinterização de pós irregulares. O seu campo de aplicação é muito amplo e várias são as técnicas possíveis para a sua produção.

- Sinterização de Pó Solto

De acordo com os mecanismos de sinterização os pescoços entre as partículas são estabelecidos e crescem por ação da capilaridade ou da tensão superficial, durante o aquecimento das partículas em contato. O pó metálico é usado para preencher o molde e então sinterizado, sem a necessidade de compactar o material. Mediante o simples preenchimento do molde com pó metálico e sua sinterização, obtêm-se peças sinterizadas com 40 a 60% de porosidade. O uso de agentes espessantes, como, por exemplo, tetracloreto de amônia, ou de fibras, pode aumentar a porosidade para valores superiores a 90% (Davies and Zhen, 1983).

Segundo Fedorchenko (1980), o uso da sinterização de pó solto em matrizes de grafite é um dos métodos mais indicados para a produção de peças com alta porosidade. Outros autores indicam esta mesma técnica para a produção de peças porosas, como, por exemplo, Neumann and Sicken (1992), Nicholaus and Ray (1970), Morgan (1986), Tracey and Williams (1965), Watwe and DeHoff (1990), Jatkar et al. (1987).

-Sinterização de Pó Solto Assistida por Vibração

Pode ser considerada uma variação da técnica anterior, na qual a vibração se constitui numa etapa adicional, que visa o aumento do empacotamento, que por sua vez diminui o gradiente de densidade. O pó metálico é colocado em uma matriz, essa matriz é então vibrada, para que seja preenchida de forma mais uniforme e o conjunto é levado em seguida para o forno de sinterização. Com o uso da vibração se visa obter uma maior resistência mecânica e uma maior uniformidade geométrica devido ao maior empacotamento alcançado (Cahn, 1991). Entretanto, a aplicação de vibração reduz a porosidade final (Fedorchenko, 1980). Segundo Gentile et al. (1979), essa é uma técnica empregada industrialmente para a produção de peças porosas.

- Sinterização de Suspensões Metálicas

O processo consiste da preparação de uma barbotina formada de um fino pó metálico e um agente espumante dispersado em um veículo orgânico. A mistura é agitada até formar uma espuma e, então, queimada criando assim uma estrutura porosa que é sinterizada (Davies and Zhen, 1983).

Os elementos porosos produzidos por esta técnica podem apresentar uma quantidade imprópria de gases adsorvidos para o uso em bombas capilares. Segundo Pogorelov and Kiseev (1997), esses gases podem ser eliminados através de um método de termo-dessorção baseado no aquecimento da estrutura capilar em uma câmara de vácuo.

- Injeção de Pós Metálicos (MPI - Moldagem de Pós Metálicos por Injeção)

No processo de injeção o pó metálico é, inicialmente, misturado com um ligante à base de materiais poliméricos. Essa mistura é, então, aquecida para que adquira a fluidez necessária para ser injetada na matriz. Na seqüência a peça é retirada da matriz, passa por um processo químico, para a extração da maior parte do material ligante, e por um processo térmico, para a extração do material ligante restante. Finalmente a peça é sinterizada. A grande vantagem desse processo é a uniformidade geométrica que pode ser obtida. A injeção minimiza os gradientes de densidade, o que propicia a obtenção de peças com uma distribuição de poros mais homogênea e com uma relação L/D (comprimento/diâmetro) maior do que a obtida pela sinterização de peças compactadas (German, 1997).

- Sinterização de Peças Compactadas Uniaxialmente

A compactação aumenta a energia disponível no sistema e a área de contado entre as partículas diminuindo a energia necessária para o início do processo, tendo como efeito a diminuição da porosidade final e o aumento da resistência mecânica para as mesmas condições de sinterização, em comparação com o material sem compactação. No caso da produção de estruturas porosas, a compactação uniaxial só é viável para formas geométricas muito simples. Para a produção de peças geometricamente mais complexas é aconselhável a utilização de compactação isostática a frio (CIP- Cold Isostatic Pressing), que propicia uma maior densificação das peças produzidas (Cahn, 1991; Newmann and Sicken, 1992), e que produz um gradiente de densidade menor que o gerado pela compactação uniaxial.

- Processo Z-S

O processo Z-S leva o nome de seus criadores Zapf e Shelb. Neste processo o pó metálico é, inicialmente, misturado com um ligante. Essa mistura é, então, colocada em uma matriz e comprimida com ar para preencher totalmente a matriz. Na etapa seguinte é feita uma reação catalítica com gás, visando aumentar a resistência a verde da peça, possibilitando assim, que a mesma seja ejetada da matriz. É feita, então, a retirada do ligante, para finalmente realizar a sinterização da peça. O ligante tem a função de dar resistência a verde a peça. A quantidade de ligante utilizada depende do tamanho da partícula, do pó empregado e do formato da peça desejada. Geralmente, 4% de ligante é suficiente. Essa técnica permite a obtenção de peças com formas mais complexas do que as obtidas por sinterização de peças compactadas (Neumann and Sicken, 1992).

- Sinterização de Fibras Metálicas

O uso de fibras metálicas ao invés de pós metálicos na produção de materiais porosos apresenta algumas vantagens. Por exemplo, a porosidade pode ser controlada em uma faixa mais ampla, com até 95% de poros, e com os materiais mantendo suas propriedades mecânicas. Pode-se obter alta resistência mecânica, alta ductilidade e alta permeabilidade, se comparadas com as propriedades de materiais obtidos a partir do pó, para a mesma porosidade (Davies and Zhen, 1983; Fedorchenko, 1980). Essas propriedades se devem ao menor empacotamento propriedado pelas fibras e a sua maior energia superficial.

2.4 - Estruturas Porosas de Níquel Produzidas com Pó Carbonila

Para selecionar um dos métodos de fabricação dentre os citados no item 2.3 foram levados em conta diversos fatores, como, por exemplo, disponibilidade e viabilidade técnica. O uso de suspensões metálicas não é aconselhável para esta aplicação devido à possível oxidação do metal e presença de material orgânico residual, além de existirem problemas relacionados com o completo preenchimento da matriz. Ainda, devido às dimensões de projeto não é aconselhável a utilização de compactação uniaxial, pois esta causaria grandes gradientes de densidade e posterior deformação da peça. A utilização de compactação isostática a frio (CIP) seria uma alternativa para a obtenção de um menor gradiente de densidade quando comparada com a compactação uniaxial, entretanto, tem a desvantagem de proporcionar uma maior densificação das peças. Optou-se, então, por utilizar sinterização com a matriz preenchida por vibração ou por pó batido, sendo ainda possível incluir como modificação no processo o uso de pós com forma de fibra.

Pós de níquel carbonila são os mais indicados para a produção de estruturas de níquel com alta porosidade por sinterização (Tracey, 1984, 1986). Os pós de Ni carbonila são formados pela reação de monóxido de carbono com um concentrado de níquel que pode, então, ser decomposto com auxílio de aquecimento formando pó de níquel puro. Pela variação das condições de decomposição é possível obter uma ampla variedade de pós diferindo no formato das partículas e na distribuição de tamanho das mesmas (Tracey, 1966).

Em muitos aspectos as propriedades dos diferentes tipos de pó de níquel carbonila são similares. Algumas distinções podem ser feitas com base nas diferenças de forma das partículas, distribuição de tamanho de partícula, densidade aparente, e rota de fabricação do pó. Os pós de níquel carbonila disponíveis comercialmente se dividem em dois grupos, os que possuem partículas esferoidizadas e os que possuem partículas em forma de fibra. Conforme denominação dada pela INCO Limited, maior produtora de pós de níquel carbonila, os pós são classificados pela série 100 (pós com forma esférica) e série 200 (pós com forma filamentar).

O pó de níquel tipo 123 (NP-123 - Nickel Powder 123) tem formato esférico com superfície irregular e é composto, principalmente, por partículas de poucos microns de diâmetro. O pó de níquel tipo 255 (NP-255 – Nickel Powder 255) tem formato filamentar com comprimento de 10 - 30 μ m, composto de uma série de sub-partículas com 1 - 2 μ m de diâmetro. As propriedades físicas de ambos são mostradas na Tabela 2.

Tabela 2 - Características dos pós de níquel carbonila (Tracey, 1985).

Tipo de	Tamanho de	Densidade	Área superficial	Porosidade
pó	partícula (µm)	aparente (g/cm ³)	(m ² /g)	equivalente (%)
123	3 - 7	1,6 - 2,7	0,3 - 0,4	75
255	2,2 - 2,8	0,5 - 0,65	0,6 - 0,7	94

A forma e a estrutura das superfícies dos pós 123 e 255 podem ser observadas nas Figuras 8 e 9. Pode-se observar que o pó 123 tem uma estrutura mais compacta e regular do que o pó 255. Mesmo assim ambos os pós apresentam a superfície bastante irregular, com pontas. Pode-se, ainda, observar na Tabela 2 que ambos os pós apresentam baixa densidade aparente, o que os torna apropriados à fabricação de peças porosas. Para o pó 123 o baixo empacotamento se deve a sua superfície irregular. E para o pó 255, que possui um empacotamento ainda menor que o pó 123, a baixa densidade aparente se deve à sua superfície irregular e ao seu formato de fibras, que tem uma menor ordenação e possibilita a formação de grandes vazios. Uma maneira de aumentar o empacotamento desses pós é a utilização de vibração ou compactação (Tracey, 1981).



Figura 8 - NP-123 (MEV).



Figura 9 - NP-255 (MEV).

Existem outros fatores que também prejudicam o escoamento e empacotamento destes pós, como, por exemplo, o tamanho de partícula e as forças eletrostáticas e magnéticas na superfície dos mesmos. O efeito provocado por essas propriedades superficiais é o alto grau de aglomeração apresentado pelos pós e que foi comprovado pela relativamente baixa taxa de peneiramento dos mesmos obtida por Tracey (1966).

Os pós de Ni carbonila têm um conteúdo de impurezas muito baixo. As principais impurezas presentes são carbono e oxigênio, que geralmente não são consideradas prejudiciais, porque ambos podem ser removidos na sinterização (Tracey, 1966). Esse é um dos motivos pelo qual os pós de níquel carbonila são os mais indicados para a produção de estruturas de níquel, com alta porosidade, por sinterização segundo Tracey (1981, 1986).

Na fase inicial da sinterização, a difusão superficial é o principal mecanismo de transporte de matéria. Entretanto, conforme a temperatura vai aumentando a difusão volumétrica passa a ser predominante. Considerando X igual ao diâmetro da partícula e Y igual a distância entre os centros de duas partículas adjacentes, no caso em que X = Y o crescimento dos pescoços ocorre devido à difusão superficial e quando Y < X a formação de pescoços ocorre devido à difusão volumétrica (Figura 10).


Figura 10 - Formação de pescoços por difusão superficial e volumétrica durante a sinterização (Tracey, 1981).

O aquecimento dos pós de níquel carbonila na faixa de 350°C a 400°C causa o início do arredondamento das irregularidades existentes na superfície do pó, indicando que algum fenômeno de difusão deve estar ocorrendo nessa faixa de temperatura. Observações feitas por Tracey (1981) em pré-sinterizações a 450°C mostraram que as peças adquirem resistência para o manuseio sem que haja uma retração significativa. Entretanto, a retração só irá se tornar perceptível na faixa de 500 a 600°C indicando, assim, o início da difusão volumétrica.

Outras observações feitas por Tracey (1979, 1981) mostram que ainda restam algumas irregularidades na superfície das partículas após 30min a 600°C, mas que estas desaparecem totalmente a 700°C. Essas últimas observações vêm fortalecer a teoria de que o principal mecanismo de união das partículas abaixo de 600°C é a difusão superficial e que a difusão volumétrica começa acima de 600°C, aumentando conforme a temperatura sobe, até atingir o seu limite máximo a aproximadamente 900°C. Por esta razão, nesta temperatura ocorre o maior incremento da resistência mecânica.

As condições de sinterização afetam a estrutura e a resistência das peças produzidas. Estruturas com porosidade de 70 a 90% podem ser fabricadas através da sinterização de pó solto sem compactação, utilizando o NP-255 a 800 - 1050°C, por cerca de 10min. Segundo uma análise estatística feita por Tracey (1979), em 37 amostras de NP-255 sinterizados entre 850°C e 1100°C por tempos de até 15min, a resistência mecânica aumentou cerca de 40% quando a temperatura foi elevada de 850°C para

950°C e somente cerca de 10% aumentando de 950°C para 1050°C. Já análises do efeito do tempo de sinterização a 950°C mostraram que um aumento na resistência de cerca de 10% foi obtido pela elevação do tempo de sinterização de 2min para 5min, um aumento de cerca de 9% quando o tempo passou de 5min para 10min, e um aumento somente de 3% pela elevação de 10min para 15min. Baseado nesses resultados Tracey determinou 12min como sendo o tempo de sinterização ótimo a 950°C.

De acordo com Tracey (1979) o desenvolvimento da porosidade e da resistência de estruturas porosas de níquel durante a sinterização pode ser dividido em 4 faixas de temperatura:

- Até 600°C, na qual ocorre um ligeiro aumento da resistência com pequena variação de porosidade.

- De 600 a 800°C, na qual um rearranjo estrutural resulta em perda de porosidade com pequeno aumento da resistência.

- De 900 a 1000°C, na qual há um considerável incremento da resistência com perda de porosidade.

- Acima de 1000°C, uma mudança na estrutura da porosidade pode ocorrer, a qual provavelmente limita o aumento da resistência, ocorrendo ainda redução de porosidade.

Logo, para se obter razoável resistência mecânica em estruturas porosas a melhor faixa de temperatura é de 900°C a 1100°C, com um ótimo próximo a 1000°C (Tracey, 1979).

A porosidade e a resistência mecânica obtidas em sinterizações por 15min, para os pós NP-123 e NP-255, podem ser observadas na Figura 11.



Figura 11 - Porosidade e resistência a flexão em três pontos de peças produzidas por sinterização de pó solto a 15 min, em atmosfera de hidrogênio (Tracey, 1966).

A sinterização de partículas finas resulta em uma maior retração do que aquela feita com partículas grosseiras, porque há maior energia superficial que propicia uma maior formação de pescoços (necks) por unidade de volume e, portanto, o movimento de uma quantidade maior de matéria por unidade de volume, conforme pode ser observado na Figura 12.

23



Figura 12 - Diferença na retração durante a sinterização, provocada pelo uso de pós com diferentes granulometrias (Tracey, 1981).

A retração linear na sinterização para as partículas menores ($\Delta L_s/L$) é maior do que a retração para as partículas maiores ($\Delta L_l/L$), relativamente a um mesmo comprimento inicial (L). De acordo com a Tabela 3, os pós regulares (NP-123) demonstram uma retração menor do que os pós irregulares (NP-255), mas, que deverá ser mais homogênea devido aos vazios formados serem menores.

Tipo	Temperatura de	Retração	Porosidade	Densidade	Resistência
de pó	sinterização(%)	volumétrica(%)	(%)	(g/cm ³)	(N/mm ²)
123	700	24	74	2.32	8
	900	35	59	3.63	21
	1100	48	48	4.66	67
255	700	26	94	0.54	<1
	900	41	90	0.87	1
	1100	67	82	1.64	5

Tabela 3 - Sinterização dos pós NP-123 e NP-255 (Tracey, 1976).

Os testes realizados por Tracey (1981) mostram que o desenvolvimento da resistência durante a sinterização de pós irregulares se desvia do esperado teoricamente,

porque ocorre uma retração heterogênea resultante do gradiente de concentração do pó dentro da matriz. Devido ao posicionamento das partículas não ser perfeitamente ordenado, uma partícula não sinteriza igualmente em todas as direções possíveis, o que provoca um deslocamento da partícula no sentido das ligações (formação de pescoços) que estão ocorrendo mais rapidamente. Desta forma ocorre um escoamento do ponto de vista macroscópico e a formação de tensões residuais. O desenvolvimento de tensões devido a essa consolidação heterogênea é relaxado devido à deformação de alguns pescoços próximos à área, conforme a Figura 13.



Figura 13 - Desenvolvimento de tensões devido à retração heterogênea durante a sinterização de pós irregulares (Tracey, 1981).

A provável causa que leva a resistência ser menor do que a esperada teoricamente, quando a sinterização ocorre acima de 1000°C, é a formação de regiões com poros maiores (Figura 13). De acordo com Tracey (1976) a resistência esperada teoricamente é aquela que corresponde à respectiva densificação da amostra. Fedorchenko (1980) frisa que para todos os pós, a dependência da resistência mecânica com a porosidade tem característica linear. Entretanto, parece existir um desvio para os pós com superfície irregular que não foi considerado por Fedorchenko. Segundo Wei and German (1994), é possível minimizar este problema, com o emprego de uma taxa de aquecimento constante nos estágios iniciais da sinterização.

De acordo com os testes realizados por Tracey (1976) para a verificação da densificação e da resistência mecânica na sinterização de pó solto, quanto mais irregular o pó, mais os resultados se distanciam daqueles esperados. Esta análise comparativa pode ser observada na Figura 14. Os parâmetros de densidade (*Pd*) e de resistência (*Pr*), utilizados por Tracey, são determinados conforme as Equações 1 e 2, onde *Df* representa a densidade final, *Di* a densidade inicial, *Dt* a densidade teórica (*Dt* = 8,9 g/cm³), *Rf* a resistência final, *Ri* a resistência inicial, e *Rm* a máxima resistência a flexão em três pontos obtida em uma peça produzida por um processo metalúrgico convencional (*Rm* = 700 N/mm²).

$$Pd = \frac{Df - Di}{Dt - Di}$$

(1)

 $\Pr = \frac{Rf - Ri}{Rm - Ri}$

(2)



Figura 14 - Comportamento da resistência em relação a densificação para os pós NP-123 e NP-255 (Tracey, 1981).

3 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo são mostradas as operações que foram empregadas para a fabricação das estruturas porosas. Apresenta-se, também, os métodos de determinação utilizados para porosidade, distribuição de tamanho de poros, retração e distorção geométrica, assim como é apresentado o teste para a avaliação do funcionamento da bomba capilar em bancada.

3.1- Fabricação de Estruturas Porosas via M/P

A etapa de fabricação segue o fluxograma da Figura 15, no qual a principal seqüência de operações se encontra em destaque (vermelho).



Figura 15 - Fluxograma das rotas empregadas para a fabricação de elementos porosos.

3.1.1 - Seleção da Matéria-prima

Três diferentes tipos de pós, que têm suas composições mostradas na Tabela 4, foram testados com o objetivo de determinar a alternativa mais adequada para a produção de estruturas porosas para o uso em bombas capilares. Os pós de níquel carbonila 123 e 255 foram fornecidos pela INCO Limited. O pó de níquel atomizado em água foi fornecido pela P/M Pós Metálicos Especiais Ltda.

Tipo de pó	Composição típica (% em peso)					
	C	02	S	Fe	Outros	
123	0.08	0.1	0.0002	< 0.1	Zn,Zr < 0.01	
255	0.1	0.1	0.0002	< 0.1	Zn,Zr < 0.01	
atom.	0.05	0.03		< 0.1	Zn,Zr < 0.01	

Tabela 4 - Composição típica da matéria-prima utilizada.

O uso dos pós de níquel carbonila (NP-123 e NP-255) se fundamentou nos estudos de Tracey (1965, 1984), sendo a primeira alternativa empregada. Os pós de níquel carbonila foram indicados pela literatura por apresentarem superfície irregular sendo, assim, mais adequados para a fabricação, via M/P, de estruturas com alta porosidade, ou seja, acima de 50%. O uso de pó atomizado surgiu como uma alternativa visando melhorar a resistência mecânica e diminuir o desvio de circularidade das peças, apesar de ser esperada, em contrapartida, a redução da porosidade e o aumento no diâmetro dos poros, o que provocaria a diminuição da força de bombeamento capilar. Essas mudanças nas propriedades finais apresentadas nas peças produzidas com pó atomizado se devem ao seu maior empacotamento, maior diâmetro e menor energia superficial. A porosidade final das peças, e a retração e distorção ocasionadas durante a sinterização foram os principais fatores considerados na escolha dos pós a serem testados. A morfologia da superfície dos pós utilizados pode ser observada na Figura 16, obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV).



(a)



 Magin
 50 µm

 Magin
 50 µm

Figura 16 – Micrografia dos pós de níquel utilizados (MEV), (a) NP-123, (b) NP-255 e (c) atomizado.

Uma mistura dos pós atomizado e NP-123 foi também empregada como matériaprima. Essa mistura foi feita seguindo a proporção de 70% em peso do pó atomizado e 30% em peso do NP-123. O uso desta proporção visou a obtenção de uma distribuição bimodal, com relação ao tamanho das partículas, conforme indicado por German (1989).

3.1.2 - Preenchimento da Matriz

Para a conformação dos elementos porosos foi utilizada uma matriz de grafite. O grafite é recomendado por Fedorchenko (1980), Gentile et al. (1979) e Thümmler and Oberacker (1993), tendo em vista sua baixa interação com o níquel às temperaturas de sinterização. O esquema da matriz empregada, com suas respectivas dimensões básicas, é apresentado na Figura 17. A matriz foi projetada de acordo com a capacidade volumétrica do forno e características de projeto da bomba capilar. Na Figura 17, L corresponde ao comprimento útil da matriz, D ao diâmetro externo e d ao diâmetro interno da matriz. Na Tabela 5 são mostradas as dimensões das matrizes utilizadas.



Figura 17 - Representação esquemática das matrizes utilizadas.

Matriz	d (mm)	D (mm)	A (mm)	H (mm)	L (mm)
N º 1	9,2	13,2	45	90	60
N° 2	10,5	13,9	45	95	70
N° 3	9	12,9	45	95	70

Tabela 5 – Dimensões das matrizes utilizadas.

O preenchimento da matriz foi primeiramente realizado com pó solto. Em razão da geometria do elemento poroso, testou-se o preenchimento da matriz auxiliado por vibração (Cahn, 1991; Gentile et al., 1979) e o preenchimento da matriz com pó batido (Chermant et al., 1984), para, assim, garantir um enchimento mais uniforme da mesma.

Para a determinação do melhor tempo de vibração foram feitas medidas das densidades aparentes obtidas para cada tempo testado. Também foi verificada qual a densidade aparente atingida com o pó batido e feita a comparação com as densidades obtidas com vibração. A densidade aparente foi determinada pelo método geométrico. Inicialmente foram plotadas as densidades aparentes contra os tempos de vibração para verificar qual o melhor tempo de vibração. O menor tempo necessário para atingir o maior empacotamento possível, ou próximo deste, foi considerado como o melhor tempo de vibração, visto que para um maior empacotamento o gradiente de densidade formado e a distorção geométrica final tendem a ser menores.

Conforme pode ser observado na Figura 17, a matriz é composta de duas partes, uma parte externa e um macho interno móvel. Optou-se pelo uso de um macho móvel para que este pudesse ser retirado, evitando seu aprisionamento dentro da peça após a sinterização. Para possibilitar a remoção do macho foram feitos testes empregando compostos orgânicos, parafina e estearato, em solução alcoólica no preenchimento da matriz. Em um primeiro teste, após o preenchimento da matriz, as soluções orgânicas foram infiltradas no pó, para desta forma atuar como ligante permitindo assim a retirada do punção. A infiltração foi feita vertendo-se uma solução de parafina-álcool ou de estearato de zinco (St.Zn) - álcool sobre o pó dentro da matriz. A granulação do pó utilizando parafina antes do preenchimento da matriz foi empregada como uma variação desta técnica. A pré-sinterização foi outra alternativa testada para possibilitar a retirada do macho. Essa retirada se torna possível devido ao início da formação de pescoços entre as partículas.

3.1.3 – Sinterização

O processo de sinterização foi conduzido em um forno tubular Heraeus modelo ROK/F 7/60 em tubo de aço inox 304 sob atmosfera de hidrogênio comercial. Foram inicialmente realizadas algumas sinterizações com temperaturas entre 700 e 800°C por tempos de até 15 min, buscando-se dessa forma determinar preliminarmente qual o pó mais adequado, para então se iniciar os testes pelo pó escolhido. Então foram feitas sinterizações na faixa de 800°C a 1000°C, a intervalos de 50°C, com ciclos de 15 e 30min utilizando o pó NP-123. Buscando melhorar as propriedades finais das peças foram realizados testes com tempo de 45 min e temperatura de 1050°C.

Para o pó atomizado e a mistura de pós (70% de pó atomizado e 30% de NP-123) empregou-se as temperaturas de 950, 1000 e 1050°C e os tempos de 15, 30, 45 e 60 min. Foram utilizados tempos e temperaturas maiores devido a menor energia de superfície do pó atomizado.

Para cada condição de sinterização foram feitas de 4 a 8 repetições e foi verificado se os resultados relativos à porosidade faziam parte de uma mesma população, segundo uma distribuição normal para um nível de confiança de 95%. O método empregado para esse fim foi o de Dixon (Santos e Irigoyer, 1995).

Um controle dimensional da matriz foi realizado, onde foram medidos o diâmetro interno da matriz na parte superior da mesma, e o diâmetro do punção, após cada sinterização. Esse monitoramento foi realizado visando manter estáveis as condições iniciais de sinterização.

3.1.4 - Operações Complementares

Operações complementares foram realizadas no sentido de corrigir a forma das peças que não apresentaram a uniformidade geométrica desejada após a sinterização. Essas operações visaram corrigir a não uniformidade do diâmetro externo das peças produzidas com o pó NP-123. O diâmetro externo do elemento poroso é um fator crítico na montagem e funcionamento da bomba capilar.

O torneamento foi a alternativa adotada para a correção do diâmetro. As peças produzidas em todas as condições de sinterização foram torneadas, mas somente para alguns parâmetros de sinterização a resistência mecânica final das peças foi suficiente para a execução do torneamento. Adotou-se esta resistência para selecionar os parâmetros de sinterização mais adequados. O maior inconveniente da operação de torneamento é o fechamento dos poros na superfície externa da peça. Optou-se então pela utilização de um ataque ácido para reabrir a porosidade. Inicialmente foi utilizada uma solução 50% em volume de ácido nítrico. De acordo com Dunn and Reay (1995), o ácido nítrico se apresenta como um reagente apropriado para a limpeza do material. Foram também testados outros reagentes com capacidade de atacar o níquel conforme indicado por Uhlig (1948), sendo eles o ácido sulfúrico e o ácido clorídrico. O uso do ataque ácido criou a necessidade de uma posterior neutralização para eliminar os resíduos de ácido do elemento poroso. Foi empregada uma solução 5% em volume de NaOH para a neutralização. Entretanto, o ataque ácido oxidou a peça, criando assim a necessidade de uma posterior redução da mesma. A redução foi feita em um forno tubular Jung modelo TU3513 sob atmosfera de hidrogênio comercial, a 700°C por uma hora.

Outra alternativa de processamento testada para diminuir a distorção geométrica foi a sinterização de uma barra cilíndrica maciça de níquel e posterior perfuração deste através de eletro-erosão. A vantagem em sinterizar um cilindro maciço é que a distorção geométrica é quase nula devido ao aumento da relação D/L na peça. Para a fabricação da barra cilíndrica foi utilizada uma outra matriz, mais simples que a anterior, com as dimensões iniciais da peça L = 50 mm e \emptyset = 12,9 mm. O preenchimento da matriz foi feito com pó NP-123 vibrado por 30s. Para a eletroerosão foi utilizado um equipamento modelo Engemap EDM-25S.

3.2 - Caracterização dos Elementos Porosos

Porosidade, retração e desvio de circularidade foram determinadas para todas as peças. Estas grandezas foram, então, empregadas para determinar qual a rota de fabricação mais adequada para a produção do elemento poroso. Análise de imagens, porosimetria de intrusão de mercúrio e teste de funcionamento do elemento poroso em bancada foram realizados somente para algumas peças selecionadas. A seleção destas peças foi feita de acordo com as propriedades inicialmente determinadas, sendo que as peças foram avaliadas levando em conta a porosidade, a retração, o desvio de circularidade, e a resistência mecânica. Para estas peças são desejados menor desvio de circularidade, maior porosidade e maior resistência mecânica. A avaliação da resistência mecânica foi realizada de forma qualitativa, através da resistência apresentada durante o torneamento das peças e montagem da bomba capilar. A resistência mecânica foi considerada satisfatória quando os elementos porosos suportaram o torneamento e a operação de montagem da bomba capilar.

3.2.1 - Determinação da Porosidade pelo Método Geométrico

A porosidade de todas as peças foi determinada utilizando-se a técnica geométrica, na qual mede-se a massa *m*, o comprimento *L*, o diâmetro externo \mathcal{O}_{e} , e a espessura *S* das peças. De posse destes dados, calcula-se a porosidade geométrica (Pg) segundo as Equações 3 e 4, onde ρ representa a massa específica aparente (g/cm³), ρ_{Ni} a massa específica do níquel (ρ_{Ni} = 8,9 g/cm³) e \mathcal{O}_i o diâmetro interno da peça ($\phi_i = \phi_e - 2 \cdot S$).

$$Pg = 100 \cdot \left(1 - \frac{\rho}{\rho_{Ni}}\right) \tag{3}$$

$$\rho = \frac{4 \cdot m}{\pi \cdot L \cdot \left(\phi_e^2 - \phi_i^2\right)} \tag{4}$$

3.2.2 - Determinação da Porosidade pelo Princípio de Arquimedes

A determinação da porosidade pelo Princípio de Arquimedes, Pa, foi também realizada em todas as peças, nesse caso com o auxílio de uma balança Marte modelo A 1600, com uma resolução de 0,01 g. A técnica de Arquimedes foi utilizada para comparar seus resultados com os obtidos pela técnica geométrica. O princípio empregado nesta análise encontra-se descrito na Norma MPIF-42. Pode-se então determinar a porosidade segundo as Equações 5 e 6, onde *E* representa o empuxo do material imerso no mercúrio ($\rho_{Hg} = 13,6 \text{ g/cm}^3$).

$$Pa = 100 \cdot \left(1 - \frac{\rho}{\rho_{N_i}}\right) \tag{5}$$

$$\rho = \frac{m \cdot \rho_{Hg} \cdot g}{E} \tag{6}$$

3.2.3 - Determinação da Retração

A influência dos parâmetros de sinterização na retração radial da peça foi, também, analisada, no sentido de se determinar as dimensões da matriz de modo que o diâmetro final das peças seja igual ao requerido pela bomba capilar. Para se garantir um bom desempenho térmico do CPL, é importante que o elemento poroso apresente boa uniformidade superficial e se ajuste perfeitamente à parede interna do tubo de alumínio que compõe a bomba capilar (Ku, 1993 e Maidanik et al., 1991). As medidas de diâmetro (\emptyset_j) foram feitas nas posições indicadas na Figura 18, perpendiculares entre si em cada posição. Para o cálculo da retração empregou-se a Equação 7, onde *D* é o diâmetro interno da matriz, conforme pode ser observado na Figura 17. Foram calculados os valores médios da retração para todos os conjuntos de quatro peças produzidas com os mesmos parâmetros de sinterização e os desvios padrão destes resultados. Para a determinação da retração radial média dos elementos porosos foi calculado um diâmetro externo médio, \mathcal{O}_{e} , segundo a Equação 8, na qual *n* é o número total de medidas.

$$R = \left(\frac{D - \phi_e}{D}\right) \cdot 100\tag{7}$$

$$\phi_{e} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^{n} \phi_{j} \tag{8}$$

Foi, também, realizado um estudo da retração ao longo do comprimento das peças, para as diferentes condições de sinterização. Para tal foram marcadas cinco seções de corte para cada peça, conforme pode ser observado na Figura 18. Em cada um destes pontos foram feitas duas medições do diâmetro (\emptyset) em posições perpendiculares entre si. Esses cortes foram feitos nas posições x = 0, x = 0,25 L, x = 0,5 L, x = 0,75 L e x = L, sendo L o comprimento total da peça. A posição x = 0 foi determinada como sendo a extremidade da peça posicionada na parte inferior da matriz. Para cada posição x das peças foi determinado o valor médio da retração e o desvio padrão dos valores (σ), utilizando as quatro peças produzidas com cada conjunto de parâmetros de sinterização. A retração radial média em cada posição foi calculada de acordo com as Equações 7 e 8, sendo *n* igual ao número total de medidas em cada posição x. Desta forma determinou-se a retração ao longo do comprimento da peça para cada condição de sinterização.



Figura 18 - Localização dos pontos de medição dos diâmetros da peça para determinação da retração e do desvio de circularidade.

3.2.4 – Desvio de Circularidade

A partir da variação do diâmetro de cada peça nas posições indicadas na Figura 18, foi determinado o desvio de circularidade (λ), para cada conjunto de 4 amostras submetidas a condições de sinterização similares. O desvio de circularidade representa o valor da variação percentual do diâmetro medido (\mathcal{O}_j) em relação ao valor médio (\mathcal{O}_m) na posição indicada, sendo determinado a partir da Equação 9, onde *n* é o número total de medidas e *j* varia de 1 a *n*.

$$\lambda = \frac{1}{n} \cdot \sum_{j=1}^{n} \left(\frac{\left| \phi_{j} - \phi_{m} \right|}{\phi_{m}} \right) \cdot 100$$
(9)

Também foi realizada a determinação do desvio de circularidade para cada conjunto de peças, produzidas com as mesmas condição de sinterização, independente das posições mostradas na Figura 18.

3.2.5 - Análise de Imagens

A aquisição das imagens foi feita por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura de amostras dos elementos porosos. Para o preparo das amostras, as peças foram cortadas nas posições indicadas na Figura 18. As diferentes amostras foram, então, embutidas em baquelite, lixadas e polidas. Foi feita análise de imagens em micrografias com ampliações de 100 x, 200 x e 500 x, para verificar qual ampliação propiciaria os melhores resultados, em termos de resolução e representatividade. Essas análises foram realizadas com o auxílio do programa computacional "Imago" versão β, desenvolvido pelo LMPT/UFSC (Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas de Materiais) em parceria com a empresa ESSS (Engineering Simulation and Scientific Software). Com o programa "Imago" foi feita a binarização das imagens e as análises morfológica e topológica. Na análise morfológica foi feita a determinação da distribuição de tamanho de poros e da porosidade total.

Na análise topológica foi determinado o alcance de correlação. Em uma imagem binária, define-se uma função de fase dada por Z(x), na qual Z(x)=1 se x pertence ao espaço poroso, e Z(x)=0 se não pertence. Para esta função x=(i, j) denota um vetor posição em relação a uma origem arbitrária. Neste trabalho assume-se *a priori* que as imagens apresentam homogeneidade estatística. A fração volumétrica da fase poro será dada pela Equação 10, na qual o símbolo $\langle \rangle$ denota a média estatística para o domínio da imagem em consideração e \overline{P} representa a porosidade média do material.

(10)

A função correlação para o espaço poroso é definida com a hipótese de meio estatisticamente homogêneo e escrita de acordo com a Equação 11, a qual é definida para cada deslocamento arbitrário *u* no plano da imagem.

$$C(u) = \langle Z(x)Z(x+u) \rangle \tag{11}$$

Com a hipótese de meio isotrópico a correlação dependerá somente de u=/u/, de acordo com a Equação 12.

$$C(u) = \langle Z(i,j)Z(i+u,j) \rangle$$
(12)

E desta forma, pode-se determinar a função correlação deslocando-se a imagem sobre ela mesma na direção de *i* (ou de *j*) em múltiplos do pixel, calculando-se a freqüência de resultados associados à intersecção de dois pixels pertencentes aos poros. A correlação nos dá a probabilidade de que dois pixels separados por uma distância *u* pertençam à fase de poros. Os valores estatísticos da correlação variam de *P* para deslocamento nulo, indo para em torno de P^2 para deslocamentos grandes. O alcance de correlação indica o quão ordenados estão os poros na estrutura. Quanto maior for essa ordenação menor será o limite de bombeamento capilar (Fernandes, 1994).

3.2.6 - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio

A porosimetria de intrusão de mercúrio está fundamentada na Lei de Young-Laplace, que governa a penetração de líquido em pequenos poros. Para o caso específico de fluidos não molhantes, como o mercúrio, a Lei de Young-Laplace pode ser expressa pela Equação 13, onde *d* é o diâmetro do poro (m), σ é a tensão superficial do líquido (N/m), *p* é a pressão aplicada no líquido (Pa) e φ é o ângulo de contato entre o fluido e o sólido.

$$d = \frac{-4 \cdot \sigma \cdot \cos \varphi}{\rho} \tag{13}$$

O volume de mercúrio que penetra na estrutura é medido diretamente em função da pressão aplicada. A caracterização do elemento poroso é feita através da medida do volume de mercúrio que penetra na amostra e da determinação do diâmetro dos poros. Os resultados são influenciados pela curvatura da superfície e pela temperatura que altera a tensão superficial do mercúrio. A literatura apresenta valores entre 130° e 180° para o ângulo de contato (ϕ), (Bellini, 1992).

Para determinar o diâmetro crítico de poro (D_c) e a porosidade total, foi utilizado um porosímetro modelo "Micromeritics Pore Sizer 9320". O equipamento possui um sistema capaz de gerar pressões de 0 a 30.000 psia com precisão de \pm 0,1%, sendo capaz de medir poros na faixa de 0,006 a 360 µm. Através de pressão hidráulica o mercúrio é forçado a penetrar na amostra. O volume de mercúrio que penetra nos poros é medido diretamente como função da pressão aplicada. Conforme a pressão vai aumentando, mercúrio vai penetrando nos poros menores. O diâmetro crítico de poro, é o diâmetro no qual a maior parte do mercúrio irá penetrar na estrutura. Quanto menor o D_c maior a diferença de pressão du gás no lado externo do elemento poroso e do líquido no lado interno. O diâmetro crítico indica a maior ou menor capacidade de transferência de calor que o elemento poroso irá apresentar. Os diferentes métodos testados, neste trabalho, para determinar a porosidade e a distribuição dos poros foram utilizados para comparar resultados na análise de estruturas com alta porosidade (> 50%).

3.2.7 - Teste da Bomba Capilar em Bancada

No sentido de avaliar o comportamento térmico do elemento poroso, testes preliminares foram, também, conduzidos em bancada experimental. Para montagem da bomba capilar, o elemento poroso foi resfriado em nitrogênio líquido e colocado no interior do tubo de alumínio ranhurado. Cuidados especiais foram tomados para eliminar a

41

presença de espaços entre o elemento poroso e a parede interna do tubo de alumínio (montagem por interferência). Como etapa complementar, as tampas e conexões de teflon foram igualmente resfriadas e posicionadas, completando assim, a montagem da bomba capilar. Amônia e acetona foram consideradas alternativas de fluido térmico. Por razões de segurança, acetona foi adotada como fluido de trabalho.

Como primeira etapa, foi medida a pressão efetiva de bombeamento capilar, com o auxílio de uma bancada existente no laboratório. Nesta análise, acetona é inicialmente introduzida no interior da bomba capilar. Em seguida, ar comprimido é forçado pelo canal de alimentação do líquido (Figura 3), até o aparecimento de bolhas de ar no canal de vapor. Para esta condição tem-se o valor de pressão que corresponde a máxima pressão de bombeamento capilar. Como segunda etapa, a bomba capilar foi instalada e testada na bancada experimental, conforme mostrado na Figura 19. De acordo com o esquema da Figura 19, foram instalados 6 termopares ao longo do CPL para tomada de temperatura. Através do uso de uma resistência elétrica, uma carga térmica pré-determinada é aplicada à bomba capilar. As temperaturas são medidas a intervalos de tempo pré-estabelecidos, para desta forma analisar o funcionamento do CPL com a carga térmica escolhida. Um sistema de aquisição de sinais conectado a um computador foi utilizado para leitura e armazenamento de dados. O CPL é operado com o auxílio de dois criostatos (criostato Lauda RK-20KP e criostato Lauda Ultra-Kryomet RUK-40S). O primeiro criostato é utilizado para aquecer ou resfriar o reservatório, controlando assim a temperatura de operação do CPL. O segundo criostato é utilizado para remover o calor do condensador.



Figura 19 - Esquema de montagem do CPL com os pontos de medição da temperatura.

3.3 – Análise de Incerteza do Nível de Porosidade

Para verificar se as porosidades medidas se encontravam dentro de uma distribuição normal para um nível de confiança de 95% foi utilizado o método de Dixon (Santos, 1995). O teste de Dixon foi realizado para rejeitar resultados dispersos. Segundo Santos (1995), medida dispersa é aquela que apresenta uma diferença grosseira em relação ao conjunto de medidas. É o teste mais utilizado para a análise de medidas decorrentes de medições (análises, ensaios, etc.) quase iguais. A suposição para a aplicação deste teste é que a população siga uma distribuição normal. Dado um conjunto de medidas Z(h), sendo h=1;2;3;...;H, arranjados em ordem crescente, calcula-se o coeficiente Q, por uma das expressões apresentadas a seguir, o qual será comparado com os valores críticos de Dixon (Santos, 1995). Para o caso estudado o número de medidas realizadas se encontrava entre 3 e 7, logo Q₁₀ foi determinado pelo maior dos coeficientes calculados com as Equações 10 e 11.

~

$$Q_{10} = \frac{Z_{(2)} - Z_{(1)}}{Z_{(H)} - Z_{(1)}}$$
, para testar a medida $Z_{(1)}$ (14)

$$Q_{10} = \frac{Z_{(H)} - Z_{(H-1)}}{Z_{(H)} - Z_{(1)}} , \text{ para testar a medida } Z_{(H)}$$
(15)

Quando o teste de Dixon revela que uma das medidas extremas da série (a mais alta ou a mais baixa) é uma medida dispersa, essa medida é descartada e o teste é novamente aplicado aos valores H - 1 remanescentes. Isso ocorre sucessivamente até que não existam mais valores dispersos.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 - Testes Preliminares

Testes preliminares foram realizados, utilizando-se 3 tipos de pós e diferentes parâmetros de sinterização, visando encontrar indicativos sobre quais alternativas seriam mais apropriadas à produção dos elementos porosos. Devido às dimensões de projeto, comprimento (L), espessura (S) e diâmetro externo (\emptyset_e), de um elemento poroso, para uso em bombas capilares, dificultarem o preenchimento da matriz, torna-se inviável a sinterização de pó solto. Inicialmente, o NP-123 se mostrou mais adeguado que o pó atomizado por apresentar uma maior energia superficial e sinterabilidade, além de produzir peças com poros de menor diâmetro. O NP-123 mostrou-se, também, mais adequado que o NP-255 por apresentar pecas com um desvio de circularidade muito menor, apesar de resultar em menor porosidade. O uso do pó de níquel carbonila NP-255 foi descartado nos testes preliminares devido ao grande desvio de circularidade apresentado pelos elementos porosos, apesar destas peças apresentarem porosidade da ordem de 70%. Os testes preliminares também indicaram que o principal problema a ser resolvido com a utilização de pós de níguel carbonila seria a distorção geométrica apresentada pelas peças, o que já era esperado devido a peça possuir um comprimento (L) grande em relação a sua espessura (S). Também foi verificado que a retirada do macho antes da sinterização era necessária para que este não ficasse preso no interior da peça após a sinterização. Dentre os compostos orgânicos empregados para possibilitar a retirada do macho, o PVA e a parafina causaram alterações indesejadas nas peças devido ao material residual encontrado após a sinterização, enquanto que a solução de estearato de Zinco - álcool apresentou maior facilidade para sua completa remoção.

4.2 - Produção de Elementos Porosos com o Pó de Níquel Carbonila NP-123

4.2.1 - Densidade a verde

O preenchimento da matriz foi realizado com auxílio de vibração. A variação da densidade aparente obtida foi analisada para diferentes tempos de vibração com o pó NP-123, conforme Figura 20.



Figura 20 - Densidade aparente para o pó NP-123 vibrado no interior da matriz Nº 1.

De acordo com a Figura 20, para tempos de vibração maiores do que 30s, a densidade aparente permanece praticamente constante, assim, optou-se pelo tempo de vibração de 30s. Nos testes de preenchimento da matriz realizados com pó batido, as densidades aparentes obtidas foram equivalentes às atingidas quando o pó foi vibrado por 30s. Foi possível manter a densidade aparente das peças praticamente constante para o material compactado por vibração por 30s.

Para possibilitar a retirada do macho antes da sinterização foram testadas a adição de compostos orgânicos e a pré-sinterização. Essas etapas foram posteriormente descartadas, pois obteve-se sucesso em retirar o macho logo após o preenchimento da matriz com o pó NP-123 vibrado.

No controle dimensional realizado para analisar o desgaste da matriz não foi verificada uma variação significativa.

4.2.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade

Assumindo-se 30 s como um tempo de vibração adequado para o processamento do pó NP-123, buscou-se determinar os parâmetros de sinterização mais adequados relacionando-os com resistência mecânica, porosidade, retração e desvio de circularidade dos elementos porosos fabricados.

Nos testes realizados com o pó NP-123, com temperaturas de 700°C e 750°C, as peças produzidas não apresentaram resistência mecânica suficiente para o manuseio. Já para temperaturas acima de 1000°C e tempos maiores que 30 min, grande parte das peças trincou, provavelmente devido a não uniformidade de retração.

As porosidades obtidas em sinterizações com temperaturas entre 800°C e 1000°C e tempos de 15 e 30 min podem ser observadas na Figura 21, onde a porosidade das peças foi determinada pelo método de Arquimedes (Pa). Para cada condição de processamento, foram realizadas no mínimo quatro sinterizações, visando aumentar a confiabilidade dos resultados obtidos. Na Figura 21 foram, então, plotadas as médias dessas repetições com seus respectivos erros. Os resultados obtidos que são mostrados a seguir se encontravam dentro de uma distribuição normal para um nível de confiança de 95% segundo o teste de Dickson.

47



Figura 21 - Comparação entre as porosidades obtidas para os tempos de 15 e 30min.

Pode-se observar uma tendência de redução da porosidade com o aumento da temperatura. A maior redução de porosidade verificada para 1000°C/30min se deve, provavelmente, ao aumento da difusão volumétrica que provoca a densificação das peças. Devido à dispersão nos resultados, não se pode afirmar que o aumento do tempo de sinterização de 15 para 30 minutos causou uma diminuição da porosidade final das peças, para todas as temperaturas testadas.

Os resultados obtidos pelos métodos geométrico (Pg) e de Arquimedes (Pa) para as peças sinterizadas por 30 minutos foram muito próximos, conforme pode ser observado na Figura 22. Devido a essa semelhança entre os resultados repetir-se para todas as condição testadas, optou-se por apresentar somente os resultados obtidos pelo método de Arquimedes. A porosidade determinada pelo método geométrico se aproxima da determinada pelo método de Arquimedes devido à geometria simples das peças fabricadas possibilitar a fácil medição do volume.



Figura 22 - Comparação entre os métodos empregados para determinar a porosidade das peças produzidas com o tempo de 30 minutos.

Os fatores determinantes para a escolha do tempo e da temperatura de sinterização são a porosidade, a resistência mecânica e o desvio de circularidade. O desvio de circularidade será discutido posteriormente, contudo é preciso ressaltar o fato de que o desvio nas peças foi considerada alto para todos os parâmetros de sinterização empregados.

Os melhores resultados com relação a porosidade e a resistência mecânica foram obtidos para as condições de 950°C/30min e 1000°C/15min. Para essas condições obteve-se as maiores porosidades com resistência mecânica satisfatória. Não foram feitos testes específicos para avaliar a resistência mecânica. Assumiu-se que as peças possuem uma resistência mecânica satisfatória ao suportarem as forças decorrentes do processo de torneamento, operação esta que foi empregada para a correção do desvio de circularidade. A resistência mecânica é fundamental para que a peça suporte os esforços

associados à montagem da bomba capilar, onde o elemento poroso fica, então, submetido a esforços compressivos.

Visando melhor determinar a relação da diminuição da porosidade com o tempo de sinterização, e obter a resistência mecânica necessária para a usinagem, com uma porosidade maior do que aquela obtida para 950°C/30min, fez-se um teste a 900°C por 45 minutos. Esses resultados podem ser observados na Figura 23.



Figura 23 - Influência do tempo de sinterização na porosidade, Pa e Pg, para 900°C.

Pode-se observar, na Figura 23, que a porosidade praticamente não varia com o aumento do tempo para a temperatura de 900°C. Entretanto o aumento da resistência mecânica, decorrente do aumento do tempo para 45 min, tornou possível usinar as peças fabricadas a 900°C. Para estes dados também foi feito o teste de Dickson para um nível de confiança de 95%. Na Figura 23 fica novamente clara a proximidade entre Pa e Pg.

Tracey (1981, 1984) realizou estudos similares na produção de estruturas porosas de níquel. Na Figura 24 é mostrada uma comparação entre os resultados experimentais obtidos neste trabalho e aqueles apresentados por Tracey, 1984.



Figura 24 - Comparação entre as porosidades obtidas neste trabalho e as encontradas por Tracey (1984).

De acordo com a Figura 24, os valores de porosidade encontrados por Tracey são aproximadamente 5% inferiores aos do presente trabalho. Considera-se que a divergência dos resultados seja decorrente da diferença na geometria das peças fabricadas. Tracey fabricou placas planas porosas de níquel. Apesar da diferença nos valores, pode-se verificar que as tendências apresentadas são semelhantes, para ambos

51

os casos a diminuição da porosidade é de cerca de 10% com o aumento da temperatura de 700°C para 1000°C.

4.2.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio de Circularidade

A escolha dos parâmetros de sinterização mais adequados passa pela análise da retração e desvio de circularidade gerado. A retração foi determinada para os mesmos parâmetros de fabricação empregados na análise da porosidade, conforme pode ser observado na Figura 25.



Figura 25 - Retração radial nas condições de sinterização testadas.

Nos resultados correspondentes à retração na sinterização, apresentados na Figura 25, verifica-se uma tendência quasi-linear dos valores medidos com a temperatura de sinterização. Como esperado, para temperaturas elevadas ocorre uma maior retração do material. Tal comportamento aliado à grande dispersão dos resultados dificulta um

projeto definitivo para a matriz. Entretanto, pode-se utilizar os valores médios obtidos como base preliminar de projeto. A dispersão dos resultados é decorrente de uma retração heterogênea ao longo da peça, o que indica a existência de um desvio de circularidade nos elementos porosos.

Foram, então, tomadas medidas para determinar a retração ao longo das peças para cada condição de fabricação. Desta forma, pode-se determinar como os parâmetros de sinterização influenciam no diâmetro final dos elementos porosos fabricados. A retração medida em função do comprimento das peças é apresentada nas Figuras 26 e 27.



Figura 26 - Retrações obtidas ao longo das peças para o tempo de sinterização de 15 minutos.

Na Figura 26 pode-se verificar o aumento da retração média com a temperatura, confirmando os resultados mostrados na Figura 25. Pode-se, também, observar que a retração média não é uniforme ao longo dos elementos porosos. Esta desuniformidade provavelmente foi gerada devido a gradientes de densidade criados no preenchimento da matriz e gradientes térmicos durante a sinterização. Os resultados relativos a 30 minutos de sinterização são mostrados na Figura 27.



Figura 27 - Retrações obtidas ao longo das peças para o tempo de sinterização de 30 min.

Para o tempo de sinterização de 30 minutos os resultados são semelhantes aos da Figura 26, com a exceção do aumento da retração ocorrido a 1000°C/30min, que ocorre

devido ao aumento da difusão volumétrica conforme anteriormente discutido para a redução da porosidade nas mesmas condições. Com a retração apresentada, as peças produzidas na matriz nº 1 não possuem as dimensões adequadas para a montagem da bomba capilar. A determinação da retração permite determinar o tamanho que deve possuir a matriz para que a estrutura porosa produzida fique o mais próximo possível do tamanho desejado, utilizando os parâmetros de sinterização pré-estabelecidos. Entretanto, a grande dispersão apresentada na retração prejudica a projeção do tamanho ideal da matriz.

Nas Figuras 26 e 27 fica claro que não é possível afirmar qual é o valor exato da retração para um determinado conjunto de parâmetros de sinterização. Pode-se observar que a variação nos resultados é maior na região das peças próxima a posição x = 0,7.

Considerando que a variação na retração indica um desvio de circularidade na região medida da peça, o desvio de circularidade deve ser maior na região das peças próximas a x = 0,7. Este desvio de circularidade ocorre provavelmente devido a formação um campo de tensões proveniente da retração heterogênea. A retração heterogênea por sua vez ocorre devido a formação de gradientes térmicos e de densidade dentro da matriz, conforme explicado anteriormente. Provavelmente o gradiente térmico é provocado pelas diferentes taxas de aquecimento do pó ao longo da matriz, devido a geometria e ao material da mesma. Como o grafite é um isolante térmico ($k_c = 1,6$ W/m.K) e a parte superior da peça de níquel ($k_{Ni} = 90,7$ W/m.K) tem um maior contato com a atmosfera de sinterização durante o aquecimento, esta região tem sua temperatura aumentada mais rapidamente, criando assim um gradiente térmico.

Para melhor visualizar em que regiões ocorreram as maiores desvios de circularidade, foram plotadas as variações percentuais dos diâmetros para cada ponto pré-determinado da peça. Assim, para um determinado ponto quanto mais o diâmetro medido se afasta do diâmetro médio da peça, para as condições de processamento utilizadas, maior é o seu desvio de circularidade, ficando dessa forma mais fácil visualizar o desvio de circularidade ao longo das peças para cada condição de fabricação. Foram, então, plotados os valores médios dos desvios e seus desvios padrão para os tempos de 15 e 30 min, conforme as Figuras 28 e 29, respectivamente.



Figura 28 - Desvio de circularidade nas peças obtidas para 15 min de sinterização.



Figura 29 - Desvio de circularidade nas peças obtidas para 30 min de sinterização.
Torna-se fácil visualizar nas Figuras 28 e 29, através da maior variação nos resultados, que o desvio de circularidade das peças é maior em uma região situada entre x = 0.6 e x = 0.8 e menor nas extremidades, x = 0 e x = 1.0.

Um aumento do desvio de circularidade com a temperatura era esperado, entretanto, se forem observadas as Figuras 28 e 29 ficará claro que não é possível fazer esta afirmação, o desvio padrão dos resultados se sobrepõe. Na Figura 30 é mostrado o desvio de circularidade para todas as condições de sinterização testadas. O desvio de circularidade das peças observado, cerca de 5%, independente dos parâmetros de sinterização empregados, é considerado alto, tendo em vista a necessidade do melhor ajuste possível entre o elemento poroso e a parede interna do tubo ranhurado. Tubos ranhurados são utilizados para viabilizar o transporte do vapor para fora da bomba capilar (Ku, 1993). A presença de interstícios nesta interface prejudica o processo de transferência de calor, minimizando a formação de vapor. Esse foi o motivo que gerou a necessidade da utilização de uma operação secundária para a correção do diâmetro externo destas peças.



Figura 30 – Desvio de circularidade nas condições de sinterização testadas.

4.2.5 - Usinagem e Ataque Ácido

Optou-se pela usinagem como etapa secundária para a correção do desvio de circularidade apresentado pelas peças. As peças fabricadas a 900°C/45min, 950°C/30min e 1000°C/15min foram selecionadas para a realização desta etapa por apresentarem resistência mecânica suficiente para a usinagem. As peças produzidas a 1000°C/30min não foram utilizadas por apresentarem uma considerável redução na porosidade em relação as peças citadas anteriormente, Figura 21.

Entretanto, a usinagem tem como inconveniente o fechamento dos poros na superfície externa das peças criando a necessidade de uma etapa para a reabertura dos mesmos. Para esse fim foi adotado uma terceira etapa, o ataque ácido. Os resultados obtidos após a usinagem, a reabertura dos poros e a redução do material podem ser observados nas imagens feitas por microscopia eletrônica e mostradas nas Figuras 31 e 32.



Figura 31 - Irregularidades provocadas na superfície externa das peças pelo ataque ácido (MEV).



Figura 32 - Poros abertos na superfície externa da peça após o ataque ácido (MEV).

Conforme pode ser observado na Figura 32 o ataque cumpre a função de reabertura da porosidade, apesar de ocorrer de forma não uniforme e tornar a superfície externa irregular, criando ranhuras e imperfeições conforme pode ser visto na Figura 31. Para neutralizar o ácido residual na estrutura porosa foi necessário um banho alcalino, no qual o uso de uma solução a 5% de NaOH se mostrou eficaz. O ataque ácido causa porém, uma forte oxidação nas peças, impondo a necessidade da realização de uma nova etapa para redução do material. Optou-se pela redução em atmosfera de hidrogênio a aproximadamente 700°C/30min. Esta etapa provocou uma nova deformação nas peças devido às tensões decorrentes do processo de usinagem, tornando desta forma essa rota de fabricação desaconselhável. O desvio de circularidade nas peças, sinterizadas a 950°C/30min, após a usinagem, o ataque ácido e a redução em H₂ pode ser observada na Figura 33, onde é feita a comparação com o desvio de circularidade da peça anterior a usinagem.



Figura 33 – Desvio de circularidade inicial (a) e após usinagem/ataque ácido/ redução (b) para peças sinterizadas a 950°C/30min.

De acordo com a Figura 33, pode-se verificar que existe uma sensível diminuição do desvio de circularidade após o procedimento de redução. Mesmo com os efeitos indesejados decorrentes do processo de usinagem, ataque ácido e redução, o desvio de circularidade se torna aceitável.

4.2.6 - Eletroerosão

Outra tentativa de utilização do pó NP-123 foi feita através da produção de um cilindro poroso e perfuração do mesmo por eletroerosão. Devido ao cilindro poroso possuir uma relação D/L maior, este apresenta um desvio de circularidade menor. Entretanto, a eletroerosão provoca o fechamento parcial da porosidade na superfície

interna do tubo devido a fusão localizada do material, o que pode ser observado nas Figuras 34 e 35, feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).



Figura 34 - Fechamento parcial dos poros causado por microfusão na superfície interna do material durante a eletroerosão (MEV).



Figura 35 - Porosidade aberta remanescente após a eletroerosão (MEV).

O fechamento parcial dos poros é prejudicial para o desempenho da bomba capilar, por diminuir a força de bombeamento. Esse é o fator a que torna esta uma rota de

fabricação desaconselhável. Entretanto, neste caso o problema do desvio de circularidade encontrado anteriormente, ficou resolvido.

4.3 - Produção de Elementos Porosos Utilizando Pó de Níquel Atomizado

Buscando melhorias nas propriedades mecânicas e diminuição no desvio de circularidade, foram realizadas sinterizações com o pó atomizado. Esses testes foram realizados com partículas menores do que 53 µm. As vantagens na utilização de pó atomizado estão relacionadas com a sua menor sinterabilidade e conseqüente menor retração e desvio de circularidade. Devido ao maior diâmetro das partículas é preciso utilizar temperaturas mais elevadas do que para o NP-123, devido a sua menor energia de superfície. Esse fator, juntamente com seu maior empacotamento leva a obtenção de uma maior resistência mecânica.

4.3.1 – Densidade a verde

Foi adotado o preenchimento com pó batido para não ocasionar uma empacotamento excessivo do pó, o que poderia ocorrer com o uso de vibração. Nos testes realizados para o preenchimento das matrizes com o pó atomizado, ficou demonstrada a necessidade da utilização de compostos orgânicos para manter as partículas agregadas, e possibilitar assim a retirada do punção. A substância orgânica que apresentou melhores resultados foi solução saturada de estearato de Zinco - álcool, porque foi a de mais fácil remoção durante a sinterização, conforme já havia sido verificado nos testes preliminares. As densidades relativas obtidas para o pó atomizado batido nas matrizes N° 1, N° 2 e N° 3 foram de $52 \pm 3\%$.

4.3.2 – Sinterização

Foram testadas diferentes frações de pó atomizado na sinterização, mas somente com algumas delas foi possível produzir-se as peças. Os resultados obtidos para os

diferentes parâmetros de sinterização com as frações utilizadas podem ser vistos na Tabela 6.

Granulometria	Temperatura	Tempo	Porosidade	Problema
(μm)	(°C)	(min)	(%)	
> 45	1050	30	42,7	
> 25	1000	60	41,8	
> 25	950	60		não sinterizou
> 25	1000	30	46,6	
53 - 180	1000	30		não sinterizou

Tabela 6 - Resultados obtidos com a sinterização de diferentes granulometrias de pó atomizado.

Em todos os testes realizados com o pó atomizado houve uma grande dificuldade em retirar a peça da matriz, sendo nessa operação a matriz e peça danificadas. O principal fator gerador desse problema é a pequena retração apresentada durante a sinterização.

Uma desvantagem apresentada pelos elementos porosos fabricados com o pó atomizado é a porosidade mais baixa do que aquela apresentada pelas estruturas produzidas com o NP-123, provavelmente devido ao seu maior empacotamento. Testes utilizando temperaturas mais elevadas do que 1050°C não foram realizados devido a problemas relacionados com o aumento da difusão do C no Ni e no aço do tubo de sinterização.

Estas peças apresentaram baixo desvio de circularidade. Entretanto, o uso de pó atomizado diminui a porosidade final e danifica seriamente a matriz e o elemento poroso, tornando assim difícil a sua utilização para a produção de estruturas de alta porosidade para uso em bombas capilares.

4.4 - Produção de Elementos Porosos Utilizando uma Mistura de Pós

Buscando incorporar algumas melhorias nas propriedades das peças produzidas com pó atomizado, fez-se uma mistura deste com o pó NP-123. A presença do pó NP-123 propicia a sinterização a temperaturas mais baixas e a diminuição do diâmetro dos poros da estrutura, enquanto que o uso do pó atomizado como base diminui o desvio de circularidade, que era o grande problema apresentado pelo pó NP-123. Desta forma, se espera aliar, em uma mesma peça, a menor distorção das peças produzidas com pó atomizado e a maior porosidade obtida com o pó carbonila NP-123.

4.4.1 – Densidade a verde

Adotou-se o procedimento de preencher a matriz com pó batido para a mistura de pós. O pó foi apenas batido para evitar que ocorre-se segregação da mistura durante o preenchimento da matriz. Nesta situação, também, foi necessário o uso de compostos orgânicos para manter as partículas unidas possibilitando assim a retirada do punção, tendo-se optado pela solução de estearato de Zinco - álcool de acordo com a escolha feita anteriormente. As densidades relativas obtidas com a mistura de pós batida na matriz N° 3 foram 48,1 \pm 1,8%.

4.4.2 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Porosidade

Determinou-se como parâmetros iniciais de sinterização aqueles considerados adequados para o pó NP-123, 950°C/30min e 1000°C/15min. A partir destes valores foise testando tempos e/ou temperaturas maiores, devido a presença do pó atomizado que possui menor energia superficial.

As porosidades obtidas para as sinterizações a 950°C por 30, 45 e 60 min e para 1000°C por 15, 30 e 45 min podem ser observadas na Figura 36, onde são mostrados os resultados obtidos pelos métodos geométrico e de Arquimedes.



Figura 36 - Porosidades obtidas nas estruturas porosas fabricadas com a mistura de pós, pelos métodos geométrico (Pg) e de Arquimedes (Pa).

Pode-se observar que tanto para 950°C como para 1000°C ocorre uma pequena diminuição da porosidade com o aumento do tempo de sinterização. Isso demonstra uma tendência da porosidade para com o aumento do tempo de sinterização. Entretanto, devido as variações encontradas nos resultados fica difícil concluir sobre os valores absolutos apresentados. Pode-se verificar que as porosidades obtidas em temperaturas diferentes para os mesmos tempos estão bem próximas, logo, provavelmente, não ocorreu um aumento significativo na difusão volumétrica e consequentemente na retração, para a mistura de pós empregada.

Podem ser feitas algumas comparações entre as porosidades médias obtidas, com a mistura de pós que é de aproximadamente 53,5% e com o NP-123 que é de aproximadamente 59,5%, ambas para 950°C/30min. Já, para 1000°C/15min as porosidades são aproximadamente 54% para a mistura de pós e 56% para o NP-123. Esses resultados mostram a pequena diminuição de porosidade que ocorre quando se utiliza a mistura de pós, em relação ao pó NP-123. 4.4.3 - Influência dos Parâmetros de Sinterização na Retração e no Desvio de Circularidade

A retração é novamente determinada para que possa ser feita a previsão do tamanho final da peça a partir das dimensões da matriz. Os resultados podem se observados na Figura 37, para a mistura de pós.



Figura 37 - Retração radial para as peças produzidas com a mistura de pós.

Pode-se ver na Figura 37 que a retração média para 1000°C é maior que a obtida a 950°C e que o aumento do tempo de sinterização praticamente não altera os valores médios encontrados.

A retração radial que ocorreu ao longo das peças quando foi utilizada a mistura de pós pode ser observado na Figura 38 para temperatura de 950°C e na Figura 39 para a temperatura de 1000°C.



Figura 38 - Retração radial ao longo das peças para temperatura de 950°C.



Figura 39 - Retração radial ao longo das peças para temperatura de 1000°C.

Pode-se ver nas Figuras 38 e 39 que a retração é muito menor e mais uniforme que nas peças produzidas com o pó NP-123, e que também o desvio dos resultados é bem menor. Também, pode ser visto nas Figuras 38 e 39 que não é possível afirmar que uma determinada condição de sinterização irá produzir uma maior retração do que outra. Entretanto, pode-se comparar essas distorções com as obtidas com o pó NP-123 e verificar-se o quanto a modificação proposta melhorou esta propriedade. Para isso usouse as peças fabricadas a 950°C/30min, conforme pode ser observado na Figura 40.



Figura 40 - Retração radial ao longo das peças obtidas com a mistura de pós e com o pó NP-123, a 950°C/30min.

Pode-se observar na Figura 40 que a mistura de pós apresenta uma retração ao longo das peças menor e muito mais uniforme que à apresentada pelo pó NP-123.

Na figura 41 pode-se verificar o desvio de circularidade apresentado para a mistura de pós.



Figura 41 – Desvio de circularidade apresentado pelas peças fabricadas com a mistura de pós.

Os desvios de circularidade encontrados com a mistura são muito menores do que as encontradas para o pó NP-123, o que já havia sido anteriormente indicado pelos resultados obtidos na retração. Essas distorções se encontram em níveis aceitáveis para a montagem de bomba, sendo que isto foi comprovado na prática.

Visando verificar a diferença nos desvios de circularidade obtidos ao longo das peças fabricadas com a mistura de pós para os diferentes parâmetros de sinterização testados, traçou-se as então curvas das Figuras 42 e 43, para 950°C e 1000°C, respectivamente.



Figura 42 - Desvio de circularidade ao longo das peças para sinterizações a 950°C utilizando a mistura de pós.



Figura 43 - Desvio de circularidade ao longo das peças para sinterizações a 1000°C utilizando a mistura de pós.

Os desvios de circularidade são bastante semelhantes para os diferentes tempos. Entretanto, de acordo com as Figuras 42 e 43, não é possível afirmar que a distorção é maior ou menor para uma determinada condição de sinterização. Pode-se, contudo, seguir novamente a idéia usada no exemplo da Figura 40 para comparar a diminuição obtida na distorção com o uso da mistura de pós em relação ao uso do pó NP-123 (ver Figura 44).



Figura 44 - Desvio de circularidade ao longo das peças obtidas com o uso da mistura de pós e do pó NP-123 a 950°C/30 min.

Na Figura 44 pode-se notar claramente que houve um grande melhoria do elemento poroso em termos de diminuição do desvio de circularidade. Melhoria esta que compensa a diminuição na porosidade total citada anteriormente, uma vez que a diminuição do desvio de circularidade é indispensável para possibilitar a montagem da bomba capilar. Pode-se, ainda, realizar uma verificação das formas reais obtidas com os diferentes pós através das fotos mostradas na Figura 45.



Figura 45 - Fotos de dois elementos porosos produzidos com o pó NP-123 (a) e com a mistura de pós (b).

Na Figura 45 pode-se verificar em uma inspeção visual que ocorre uma melhoria no desvio de circularidade com o uso da mistura de pós em relação ao NP-123. Outro fator que deve ser levado em conta na comparação entre as duas peças, é que o elemento poroso fabricado com a mistura de pós possui um maior comprimento (L), o que cria maiores dificuldades em relação ao desvio de circularidade. Um dos fabricantes de estruturas porosas com geometria semelhante e para a mesma finalidade, a Mott Corporation, USA, fornece peças com distorções de até 4 %, enquanto que os elementos porosos produzidos com a mistura de pós apresentaram um desvio de circularidade de aproximadamente 2 %.

4.5 - Análise morfológica e topológica dos elementos porosos

A análise de imagens e a porosimetria de mercúrio foram realizadas visando complementar as informações sobre os elementos porosos obtidos com os diferentes tipos de pós utilizados. Através da análise de imagens foi possível obter a distribuição de tamanho de poros, a porosidade e o alcance de correlação. Todos os valores de porosidade apresentados através da análise de imagens, correspondem a valores

médios. As imagens obtidas através do MEV com aumento de 200x foram as que apresentaram melhores resultados, porque não foi verificado um aumento significativo na capacidade de detecção de poros quando o aumento foi de 200x para 500x, e esse aumento ocorreu com a elevação de 100x para 200x. E quanto menor o aumento empregado maior a área de abrangência da imagem. As imagens obtidas via microscopia ótica foram menos adequadas devido a maior dificuldade de binarização das mesmas.

Através da porosimetria de Hg pode-se determinar a porosidade total e o diâmetro crítico da estrutura (D_c), que é o diâmetro do poro através do qual a bomba capilar colapsaria. Quanto maior o D_c mais fácil se torna para o gás ultrapassar a estrutura porosa e provocar o colapso da bomba capilar.

4.5.1 – Análise de Imagens para o Pó Carbonila NP-123

Conforme explicado anteriormente a análise da distribuição do tamanho de poros e a determinação da porosidade total foram realizadas através da porosimetria de mercúrio e da análise de imagens, com o programa Imago.

Os resultados obtidos através da análises de imagens podem ser observados na Figura 46 para peças fabricadas a 950° C/30 min, na qual se pode observar que o diâmetro dos poros varia entre 1 e 41 µm e que D₅₀ é aproximadamente 6 µm. Também, é mostrada a distribuição cumulativa, permitindo verificar que pelo menos 95% dos poros tem tamanho menor que 27 µm. Esses resultados dão um indicativo da força de bombeamento capilar que a estrutura apresenta, de forma a permitir a comparação com as estruturas fabricadas com outros parâmetros de sinterização. A porosidade total determinada foi de 46,76%.

Na Figura 47 podem ser observados os resultados obtidos para peças fabricadas a 1000°C/15min. A porosidade total obtida foi de 44,76%. Segundo a Figura 47 o diâmetro de poros variou de 1 a 37 μ m, e o valor de D₅₀ é aproximadamente 7 μ m, estando 95% dos diâmetros dos poros abaixo de 25 μ m.







Figura 47 – Distribuição do tamanho de poros em peças fabricadas a 1000°C/15min com NP-123.

74

Os resultados obtidos na análise topológica podem para o NP-123 podem ser observados na Figura 48, para 950°C/30min. e na Figura 49, para 1000°C/15min. Para ambos os casos as curvas mostradas continuam descendentes após r =100, sendo portanto o alcance de correlação maior do que 100.



Figura 48 – Função correlação para peça fabricada com NP-123 a 950°C/30min.



Figura 49 – Função correlação para peça fabricada com NP-123 a 1000°C/15min.

A baixa ordenação dos poros indicada pelo alcance de correlação, nas Figuras 48 e 49 pode ser visualizada na Figura 50.



Figura 50 – Micrografia das peças fabricadas com NP-123 a 950°C/30min (a) e a 1000°C/15min (b), (MEV).

4.5.2 – Análise de Imagens para o Pó Atomizado

A análise de imagens em peças produzidas com o pó atomizado foi feita visando a realização da comparação com aquelas produzidas com o pó carbonila NP-123 e a mistura de ambos. Os resultados obtidos para peças fabricadas a 1000°C/30min podem ser observados na Figura 51. A porosidade total obtida foi de 48,69%. Segundo os resultados mostrados na Figura 51, 95% dos poros apresentam diâmetros menores que 31 μ m, e o D₅₀=13 μ m. Também, é mostrado que o diâmetro dos poros está na faixa de 1 a 38 μ m. Também pode-se verificar na Figura 51 que a distribuição do diâmetro dos poros se encontra deslocada para a direita em relação ao pó carbonila, apresentando assim D₅₀ maior.



Figura 51 – Distribuição do tamanho de poros em peças fabricadas a 1000°C/30min com pó atomizado.

77

Os resultados obtidos pela análise topológica podem ser observados na Figura 52, na qual é mostrado a função correlação (C) em relação a ditância "r" para o elemento poroso fabricado com pó atomizado a 1000°C/30min. O alcance de correlação indicado é de aproximadamente 70.



Figura 52 – Função correlação para peça fabricada com pó atomizado a 1000°C/30min.

Na Figura 53 pode-se observar a ordenação atingida com o pó atomizado, e indicada pelo alcance de correlação determinado anteriormente.



Figura 53 – Micrografia de uma peça fabricada com pó atomizado a 1000°C/30min (MEV).

4.5.3 – Análise de Imagens para a Mistura de Pós

Para a mistura de pós foi feita uma análise em peças fabricadas a 950°C/30min na qual obteve-se 49,3% de poros e em peças fabricadas a 950°C/45min na qual obteve-se 52,3% de poros. Na Figura 54 foi feita a análise nas peças fabricadas a 950°C/30min, nas quais o diâmetro dos poros variou de 1 a 52 μ m, o D₅₀ foi de aproximadamente 11 μ m e 95% dos poros tinham um diâmetro menor do que 34 μ m.

Para peças fabricadas a 950° C/45min obteve-se uma variação de diâmetro de poros de 1 a 56 µm, o D₅₀ encontrado foi de cerca de 14 µm e 95% dos poros se possuía diâmetro menor do que 44 µm. Para peças fabricadas com a mistura de pós os valores de D₅₀ aproximam-se dos obtidos com o pó atomizado, entretanto as distribuições de poros é mais aberta, Figuras 54 e 55.







Figura 55 – Distribuição do tamanho de poros em peças fabricadas a 950°C/30min com a mistura de pós.

Os resultados obtidos pela análise topológica, para elementos porosos fabricados com a mistura de pós, são mostrados nas Figura 56, para 950°/30min e na Figura 57, para 950°C/45min. Na Figura 56 pode-se observar que mesmo após r =100 a curva continuam decrescente, indicando que o alcance de correlação é maior do que 100. E que na Figura 57 o alcande de correlação é aproximadamente 100.



Figura 56 – Função correlação para peças fabricadas com a mistura de pós a 950°/30min.



Figura 57 – Função correlação para peças fabricadas com a mistura de pós a 950°/45min.

A ordenação dos poros indicada pelo alcance de correlação nas Figuras 56 e 57 pode ser observada na Figura 58.



Figura 58 – Micrografia das peças fabricadas com a mistura de pós a 950°C/30min (a) e a 950°C/45min (b), (MEV).

4.5.4 – Porosimetria de Intrusão de Mercúrio

Os resultados relativos ao diâmetro crítico dos elementos porosos (Dc) podem ser observados na Figura 59.



Figura 59 – Porosimetria de intrusão de mercúrio para peças fabricadas com os diferentes tipos de pós.

A porosidade obtida através da porosimetria foi de 41,82% para o pó atomizado, 49,34% para a mistura de pós e 60, 16% para o NP-123. Poros com diâmetro menor do que 1μm e maior do que 11μm não foram detectados.

A porosimetria de Hg fornece os valores aproximados de D_c , sendo estes 10 μ m para a mistura de pós e o pó NP-123 e 8 μ m para o pó atomizado, indicando que o pó

atomizado é o mais apropriado, por este parâmetro, para uso em bombas capilares. O D_c determinado pela porosimetria de Hg se deve não somente ao diâmetro dos poros, mas também ao arranjo de poros formado dentro da estrutura.

4.5.5 – Teste da Bomba Capilar em Bancada

Em função dos problemas citados anteriormente, optou-se pela montagem e teste de bombas capilares constituídas por elementos porosos produzidos com a mistura de pós. Em uma primeira etapa foram medidas pressões de bombeamento capilar de até 4000 Pa. De fato, tais valores não devem corresponder necessariamente ao diâmetro crítico do elemento poroso. A presença eventual de interstícios nas interfaces entre elemento poroso e conexões de teflon contribuem para que haja uma redução sensível da pressão de bombeamento capilar.

Os testes conduzidos com a bomba capilar montada em bancada experimental demonstraram capacidade de transporte de carga térmica de até 20 W, usando acetona como fluido de trabalho. Tomando-se por base à superfície de contato entre o tubo de alumínio e o elemento poroso (Figura 2), tais valores correspondem a taxas de transferência de calor da ordem de 1,2 W/m². Os resultados obtidos estão de acordo com os valores indicados na bibliografia (Ku, 1993).

As temperaturas apresentadas ao longo do circuito em um teste realizado com carga térmica de 20 W, por aproximadamente 2 horas, podem ser observadas na Figura 60. As temperaturas mostradas na Figura 60 correspondem aos termopares indicados na Figura 19. Pode-se verificar que as temperaturas estabilizam após 15 minutos de operação, indicando um funcionamento regular da bomba capilar. A temperatura de operação do circuito foi fixada em 33°C.



Figura 60 – Teste da bomba capilar em bancada experimental com a aplicação de 20 W.

Outros testes foram realizados para potências maiores. Um teste com carga térmica de 50 W pode ser visualizado na Figura 61. Neste caso, pode-se observar que a temperatura T₆ sobe rapidamente indicando a secagem de líquido, e consequentemente colapso da bomba capilar. O colapso ocorreu devido a carga térmica ter sido muito elevada, fazendo com que a bomba atingisse o seu limite capilar. Testes adicionais para a avaliação do comportamento térmico do CPL foram também realizados, proporcionando resultados semelhantes, entretanto estes não são apresentados por não constituírem objetivo deste trabalho.



Figura 61 – Teste da bomba capilar em bancada experimental com aplicação de 50 W.

5 – CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

5.1 – Conclusões

Fabricabilidade dos elementos porosos.

A densificação do pó por vibração e posterior sinterização possibilitou a fabricação de elementos porosos com os três tipos de pós utilizados. Somente o pó atomizado apresentou problemas relativos a retirada das peças da matriz, danificando a matriz e as peças.

Porosidade das peças (métodos geométrico e de Arquimedes).

A maior porosidade foi obtida com o uso do pó NP-255, cerca de 70%, e a menor com o uso do pó atomizado, cerca de 50%, enquanto as peças fabricadas com o NP-123 tem em torno de 60%, e a mistura de pós uma porosidade entre 50 e 60%. Os resultados obtidos por ambos os métodos são muito próximos, sendo indicados para uma primeira e rápida análise da porosidade.

Desvio de circularidade.

O desvio de circularidade das peças fabricadas com o NP-255 foi o maior obtido, sendo seu uso descartado por esse motivo, já nas etapas iniciais. O desvio determinado nas peças produzidas com NP-123 foi menor, mas, ainda, muito elevado para possibilitar a montagem da bomba capilar. Já, o desvio de circularidade oriundo da utilização de pó atomizado e da mistura de pós foi pequeno, possibilitando a montagem da bomba capilar.

Análise de imagens.

De acordo com a análise topológica, concluiu-se que os elementos porosos fabricados com o pó atomizado são mais indicados para o uso em bombas, porque possuem menor alcance de correlação do que os outros.

Porosimetria de intrusão de mercúrio.

Através do uso desta técnica, concluiu-se que os elementos porosos fabricados com o pó atomizado, por possuírem um menor diâmetro crítico do que os fabricados com o NP-123 e com a mistura de pós, são os mais indicados para o uso em bombas capilares.

Possibilidade de uso dos elementos porosos em bombas capilares.

A análise de imagens e a porosimetria de intrusão de mercúrio mostraram que as peças fabricadas com o pó atomizado propiciariam um melhor desempenho, relacionado com o limite de bombeamento capilar dos elementos porosos. Por outro lado, a dificuldade encontrada para a retirada dos elementos porosos de pó atomizado da matriz, após a sinterização, inviabiliza sua utilização. Já para o pó NP-123, o problema se concentra no elevado desvio de circularidade. Para solucionar ambos os problemas, a mistura de pós foi a alternativa encontrada. Entretanto, não foi obtido o aumento esperado para o limite de bombeamento capilar com o uso da mistura bimodal. Mesmo assim, os resultados obtidos nos levam a concluir que a mistura de pós é a melhor alternativa para a fabricação de elementos porosos tubulares para bombas capilares, por sinterização de pó vibrado.

5.2 – Perspectivas

A opção pela utilização de matrizes bipartidas pode viabilizar o uso do pó atomizado. Outros processos de fabricação, como, por exemplo, moldagem de pós por injeção, que possibilitem o uso do pó atomizado podem levar, também, à produção de elementos porosos com melhor desempenho. O estudo sobre a utilização de outros materiais, também, pode levar à produção de elementos porosos com melhor desempenho para bombas capilares.

Seguindo a tendência geral da literatura consultada, novos trabalhos estão sendo conduzidos para a fabricação de placas planas porosas como estruturas capilares. A opção por novas geometrias deve, de fato, facilitar a produção de elementos porosos de melhor qualidade, que apresentem desempenho satisfatório para uso em bombas capilares.

6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BAKER, C.L. ; BIENERT, W.B. and DUCAO, A.S. Loop Heat Pipe Flight Experiment. 28th International Conference on Environmental Systems. Danvers, Massachusetts, July 13-16, 1998.

BAZZO, E. ; COLLE, S. ; GROLL, M. e BROST, O. Bombas Capilares Aplicadas a Circuitos de Transferencia de Calor de Doble Fase. **Revista Informacion Tecnológica**, vol. 8, N° 4, p. 335 - 364, La Serena, Chile, 1997.

BAZZO, E. and MANTELLI, M.B.H. Study of Design Parameters of a Small Scale CPL. 28th International Conference on Environmental Systems, Paper N° 981690, Danvers, Massachusetts, July 13 – 16, 1998.

BELLINI, J.A. Transport d'Humidité en Matériau Poreux en Présence d'un Gradient de Température. Caractérisation Expérimentale d'un Béton Cellulaire. These pour obtenir le titre de Docteur, p. 35 - 40, l'Universite Joseph Fourier – Grenoble I, 1992.

CAHN, R.W. Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment **Processing of metals and alloys**, vol.15, VCH Publishers Inc., New york, 1991.

CHERMANT, J.L. ; JERNOT, J.P. ; MORDIKE, B.L. Sintering of Nickel Powders -Influence of Internal Porosity on the Stereological Parameters. **Zeitschrift fuer Metallkunde**, vol.75, pp.918-922, Dec.1984.

CHEUNG, K.U ; HOANG, T.T. ; KU, J. and KAYA, T. Thermal Performance and Operational Characteristics of Loop Heat Pipes. 28th International Conference on Environmental Systems. Danvers, Massachusetts, July 13-16, 1998.

DAVIES, G.J. and ZHEN,S. Metallic Foams: Their Production, Properties and Applications. Journal of Materials Science, n°18, p.1899-1911, 1983.

DUNBAR, N. and SUPPER, W. Spacecraft Capillary Pumped Loop Technology. 10th International Heat Pipe Conference, session A1, n° 2, Stuttgart, Germany, 21 – 25 September, 1997.

DUNN, P.D. and REAY, D.A. Heat pipes. Pergamon Elsevier Science Ltd., 4th Edition, London, 1994.

FAGHRI, A. Heat Pipe Science and Technology. Washington, Dc: Taylor & Francis, 1995.

FEDORCHENKO, I.M. Progress in work in the field of high-porosity materials from metal powders and fibers. **Plenum Publishing Corporation**, p.615-622, 1980.

FERNANDES, C.P. Caracterização Morfológica de Espaços Porosos: Reconstituição Multiescala e Simulação de Processos de Invasão de Fluidos Não-molhantes. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1994.

FREGGENS, R.A. Experimental Determination of Wick Properties for Heat Pipe Applications. 4th Intersoc. Energy Conference Engng. Conf., Washington D.C., p.888 - 897, September 22 - 26, 1969.

GENTILE, E.F.; RAMOS, J.O.; KANADA, K.; TAKANO, C. Permeabilidade de Bronzes Sinterizados para Filtros XXXIV Congresso Anual da ABM, N°1569, p. 501 -505, 1979.

GERMAN, R.M. Injection molding of metal and ceramics Princeton, New Jersey. Metal Powder Industries Federation, 1997.

GERMAN, R.M. Particle packing characteristics. Princeton, New Jersey. Metal Powder Industries Federation, 1989.

GERMAN, R.M. **Powder metallurgy science.** Princeton, New Jersey. Metal Powder Industries Federation, 1984.

IVENSEN, V.A. Densification of Metal Powders During Sintering **Plenum Publishing Corporation**, 227 West, 17th street, New York, EUA, 1973.

JATKAR, D. ; TRACEY, V.A. ; GOTHARD, D.O. ; FISCHER, J.J. **Sintering of Nickel** and Nickel Alloys Metals Handbook, Ninth Edition, Powder Metallurgy, vol.7, ASM International, p.395-398, 1987.

JOHNSON, P.K. Award Winning P/M Parts. International Journal of Powder Metallurgy, p.237-242, July, 1996.

KNERINGER, G. and STICKLER, R. Powder Metallurgy in Austria. International Journal of Powder Metallurgy, p.213-220, July, 1996.

KOSTKO, Z.N. An Investigation of Heat-pipe Wick Characteristics Heat Transfer - **Soviet Research**, vol.6, n°3, pp.132-138, 1974.

KROLICZEK, E. and BRENNAN, P. Heat Pipe Technology for Current Spacecraft and High Power Thermal Management. Fifteenth Intersociety Conference on Environmental Systems, San Francisco, California, July 15-17, number 851353, 1985.

KU, Jetung Overview of Capillary Pumped Loop Technology. The 29th National Heat Transfer Conference, Atlanta, Georgia, August 8-11, HTD-Vol.236, 1993.

MAIDANIK, YU.F. ; FERSHTATER, YU.G. ; PASTUKHOV, V.G. ; ZAGAR, O.V. ; GOLOVANOV, YU.M. ; GONCHAROV, K.A. Development and Investigation of Twophase Loops with High-pressure Capillary Pumps for Space Application. 8th International heat and pipe conference, Beijing, September 14 - 18, 1992.

MAIDANIK, YU.F.; FERSHTATER, YU.G.; GONCHAROV, K.A. Capillary Pump Loop for Systems of Thermal Regulation of Spacecraft. 4 th European Symposium on Space Environmental and Control Systems, Florence, October 21 - 24, 1991. MORGAN, V.T. 40 Years of Porous Metals Metal Powder Reports, pp.39-43, Janeiro, 1986.

MPIF Standard 42 Determination of Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy Products. Metal Powder Industries Federation. Issue 1980, revised 1986, 1997.

NEUMANN, R. and SICKEN, Arnhold V. New Manufacturing Process for High Porous Sintered Elements. Advances in powder metallurgy & particulate materials, P.373-383., vol.2, 1992.

NICHOLAUS, N. and RAY, R. Porous Stainless Steel - The Unique Filter Medium. Modern Developments in Powder Metallurgy, vol.5, p.187-199, 1970.

PETERSON, G.P. An Introduction to Heat Pipes. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1994.

POGORELOV, N. P. and KISEEV, V.M. Experimental Study of the Outgassing from Suspension Molding Capillary Structures. 10th International Heat Pipe Conference, session J, n° 4, Stuttgart, Germany, September 21 – 25, 1997.

REIMBRECHT, E.G.; FREDEL, M.C.; BAZZO, E.; PEREIRA, F.M. Manufacturing and Microstructural Characterization of Sintered Nickel Wicks for Capillary Pumps. Primeiro Simpósio Brasileiro de Estruturologia, NADCEM - UFMG, Belo Horizonte, 19 - 20 de outubro, 1998.

ROSENFELD, J. H.; ANDERSON, W.G. and NORTH, M. T. Improved High Heat Flux Loop Heat Pipes Using Bidisperse Evaporator Wicks. 10th International Heat Pipe Conference, session A1, n°5, Stuttgart, Germany, September 21 – 25, 1997.

SANTOS, M.J.; IRIGOYER, E.R. C. Metrologia dimensional - Teoria e prática Ed. da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995.
STENGER, F.J. Experimental feasibility study of water-filled capillary-pumped heat transfer Loops. NASA TM-X-1310, NASA Lewis Research Center, Cleveland, 1966.

SWINKELS, F.B.; ASHBY, M.F. Overview 11 - A Second Report on Sintering Diagrams. Acta Metallurgica, vol.29, p.259-281, 1981.

TENGZELIUS, J. and GRINDER, O. Powder Metallurgy in Sweden. International Journal of Powder Metallurgy, p.203-210, July, 1996.

THUMMELER, F. and OBERACKER, R. Introduction to Powder Metallurgy. London: The Institute of Materials Carlton House Terrace London, 1993.

TRACEY, V.A. Nickel Powders into Sintered Structures for the Alkaline Battery: Porosity Studies Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev., N° 25, p. 582-585, 1986.

TRACEY, V.A. An Analysis of the Development of Strength in Porous Nickel Structures Modern Developments in Powder Metallurgy, vol.15, p.289-306, 1985.

TRACEY, V.A. Pressing and Sintering of Nickel Powders. The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology, Vol.20, N° 4, p.281-285, 1984.

TRACEY, V.A. Sintering of Porous Nickel - Theoretical and Practical Considerations **Modern developments in powder metallurgy**, Vol.12, p.423-438, 1981.

TRACEY, V.A. Effect of Powder Characteristics on the Sintering of Nickel. **Powder Metallurgy International**, vol.8, n°3, p.126-128, 1976.

TRACEY, V.A. Effect of Sintering Conditions on Structure and Strength of Porous Nickel. **Powder Metallurgy**, n°2, p.45-47, 1979.

TRACEY, V.A. The Properties and Some Applications of Carbonyl-Nickel Powders. **Powder Metallurgy**, vol.9, n°17, p.54-71, 1966.

93

TRACEY, V.A.; WILLIAMS, N.J. The Production and Properties of Porous Nickel for Alkaline Battery and Fuel Cell Electrodes. Electrochemical technology, n°3, p.17-25, 1965.

UHLIG, H.H. Corrosion Handbook John Wiley & Sons. Inc., New York , EUA, 1948.

WATWE, A.S.; DeHOFF, R.T.F. Metric and Topological Characterization of the Advanced Stages of Loose Stack Sintering Metallurgical Transactions A, vol. 21^A, pp.2935 - 2941, 1990.

WEI, T.S. and GERMAN, R.M. The Dilatometry Study of Sintering Mechanisms of Nickel in Constant Rate of Heating. **Modern Developments in Powder Metallurgy**, vol. 15, p.307 - 326, 1994.

WHITE, G.D. Challenges for the 21st century. International Journal of Powder Metallurgy, p.46-54, August, 1997.

WHITE, G.D. P/M in North America. International Journal of Powder Metallurgy, p.221-228, July, 1996.

94