

BR 9533237
INIS-BR--3516

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILTRO METÁLICO MONEL (70%Ni-30%Cu)

IVONE DE CAMARGO LAVOS

Disertação apresentada como parte dos requisitos
para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na
Área de Reatores Nucleares de Potência e
Tecnologia do Combustível Nuclear.

Orientador: Prof. Dr. Francisco Ambrózio Filho

**São Paulo
1993**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**

**PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILTRO METÁLICO
MONEL (70%Ni-30%Cu)**



IVONE DE CAMARGO LAVOS

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para a obtenção do
grau de Mestre em Ciências na Área
de Reatores Nucleares de Potência e
Tecnologia do Combustível Nuclear**

Orientador:

Prof. Dr. Francisco Ambrózio Filho

SÃO PAULO, 1993

À minha irmã (Nícinha)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof^o. Dr. Francisco Ambrózio Filho por sua orientação competente, pela sua extrema paciência e por sua atitude como educador que foram indispensáveis na realização deste trabalho.

Ao Prof^o. Dr. Edson Gomes da EPUSP-Mecânica pela participação, apoio e colaboração durante este trabalho.

Ao Prof^o. Dr. José Deodoro Trani Capocchi da EPUSP-Metalurgia por suas críticas e sugestões que muito ajudaram no desenvolvimento deste.

Ao meu amigo Paulo Roberto B. Martins pela confecção dos desenhos.

Aos amigos Fulvio Siciliano Jr., Gilmar Batalha, Glauson A. de Campos, Márcia Ribeiro e Olandir V. Correa pelas valiosas colaborações prestadas no decorrer deste trabalho.

Aos colegas Antonio S. Gouvêa, Emília K. Nakamura, Maria Aparecida H. Trezza e Maria do Carmo C. Falcão pela indispensável ajuda no processamento dos programas.

Às bibliotecárias do IPEN e EPUSP-Metalurgia pela obtenção dos artigos utilizados neste trabalho e também pela revisão das referências bibliográficas.

Ao Depto. de Metalurgia do IPT pelo empréstimo do forno rotativo utilizado na sinterização deste trabalho.

À todos que direta ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

SUMARIO

DEDICATÓRIA	i
AGRADECIMENTOS	ii
SUMÁRIO	iii
LISTA DE FIGURAS	iv
LISTA DE TABELAS	ix
RESUMO	x
ABSTRACT	xi
I- INTRODUÇÃO	1
I.1- OBJETIVO	1
I.2- CONSIDERAÇÕES GERAIS	1
I.3- FILTRO	2
I.3.1- CONCEITUAÇÃO	2
I.3.2- FLUXO EM MEIO POROSO	5
a) MEIO POROSO	5
b) ESCOAMENTO DE UM FLUIDO ATRAVÉS DE UM MEIO POROSO-PERMEABILIDADE	7
I.4- METALURGIA DO PÓ	12
I.4.1- PRODUÇÃO DE PÓS METÁLICOS	14
I.4.2- CONFORMAÇÃO DO PÓ	17
I.4.3- SINTERIZAÇÃO	25
II- MATERIAIS E MÉTODOS	35
II.1- MATERIAIS UTILIZADOS	35
II.2- CARACTERIZAÇÃO DO PÓ	36
II.2.1- GRANULOMETRIA	36
II.2.2- ESCOABILIDADE	36
II.2.3- DENSIDADE APARENTE (SOLTA)	37
II.2.4- FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X	37
II.3- OBTENÇÃO DO FILTRO	38
II.4- CARACTERIZAÇÃO DE FILTRO - ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS	39
II.4.1- DENSIDADE GEOMÉTRICA DO SINTERIZADO	39

II.4.2- DENSIDADE HIDROSTÁTICA	40
II.4.3- CÁLCULOS DA POROSIDADE	41
II.4.4- PERMEABILIDADE	42
II.4.5- TESTE DE BOLHA- "BUBBLE TEST"	44
II.5- CARACTERIZAÇÃO DO FILTRO - METALOGRAFIA	45
II.5.1- PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	45
II.5.2- MICROSCOPIA ÓTICA E ELETRÔNICA DE VARREDURA	46
II.5.3- ÁREA DE SUPERFÍCIE DE POROSIDADE POR UNIDADE DE VOLUME	46
II.5.4- FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DA POROSIDADE PELO ANALISADOR DE IMAGEM	47
III- RESULTADOS	48
IV- DISCUSSÃO	57
IV.1- FABRICAÇÃO	57
IV.1.1- PÓ	57
IV.1.2- CONFORMAÇÃO	57
IV.1.3- SINTERIZAÇÃO	59
IV.2- PERMEABILIDADE E CAPACIDADE DE FILTRAGEM	61
V- CONCLUSÕES	71
VI- COMENTÁRIOS FINAIS	72
VII-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	73

LISTA DE FIGURAS

- FIGURA 1 - ALGUNS TIPOS DE FILTROS DE BRONZE**
- FIGURA 2 - DESENHO ESQUEMÁTICO DE UM PERMEÂMETRO**
- FIGURA 3 - FLUXOGRAMA DAS PARTES DE FABRICAÇÃO DE PÓS METÁLICOS. AS TOLERÂNCIAS SÃO PARTES UNIFORMES NÃO EXCEDENDO 50MM DE DIÂMETRO OU DE COMPRIMENTO**
- FIGURA 4 - MECANISMO DE ATOMIZAÇÃO PROPOSTO PARA REPRESENTAR A DESINTEGRAÇÃO DO FLUXO METÁLICO POR JATOS DE FLUIDOS A ALTA PRESSÃO**
- FIGURA 5 - ESQUEMA DE APARATO PARA ATOMIZAÇÃO E AS VARIÁVEIS QUE INFLUÊM NO PROCESSO.**
- FIGURA 6 - ESQUEMA DE UNIDADE DE ATOMIZAÇÃO**
- FIGURA 7 - ESTÁGIOS DA MOVIMENTAÇÃO DAS PARTÍCULAS NA CAVIDADE DE UMA MATRIZ DURANTE O PROCESSO DE COMPACTAÇÃO**
- FIGURA 8 - JOGO DE MATRIZ COM PUNÇÃO CONVENCIONAL NA COMPACTAÇÃO DE PÓS**
- FIGURA 9 - SEQUÊNCIA DO PROCESSO DE COMPACTAÇÃO, PRENSAGEM E EXPULSÃO**
- FIGURA 10 - DESENVOLVIMENTO DA LIGAÇÃO INTERPARTÍCULAS DURANTE OS ESTÁGIOS DA SINTERIZAÇÃO, PARTINDO COM UM PONTO EM CONTATO**

FIGURA 11 - TENSÕES NO MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO POR ESCOAMENTO PLÁSTICO E/OU VISCOSO

FIGURA 12 - TRAJETÓRIA DO TRANSPORTE DE MATERIAL DURANTE A FORMAÇÃO DE PESCOÇO ENTRE DUAS PARTÍCULAS NA SINTERIZAÇÃO

FIGURA 13a- MICROGRAFIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PÓ A

FIGURA 13b- MICROGRAFIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PÓ B

FIGURA 13c- MICROGRAFIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DO PÓ C

FIGURA 14 - FORNO CONTÍNUO À HIDROGÊNIO PARA SINTERIZAÇÃO

FIGURA 15 - DESENHO ESQUEMÁTICO DO APARELHO CONSTRUÍDO PARA DETERMINAÇÃO DE PERDAS DE CARGAS, ATRAVÉS DOS SINTERIZADOS, DE UM FLUXO DE AR, PARA DIVERSAS VAZÕES

FIGURA 16 - DESENHO ESQUEMÁTICO DO APARELHO CONSTRUÍDO PARA DETERMINAR O TAMANHO MÁXIMO DE PORO, ATRAVÉS DA INJEÇÃO DE AR NO MEIO POROSO O QUAL DEVERÁ ESTAR IMERSO NUM FLUIDO LÍQUIDO

FIGURA 17 - DADOS EXPERIMENTAIS DE MEDIDAS DE VAZÃO (Q) EM FUNÇÃO DA VARIAÇÃO DE PRESSÃO DO AR (ΔP), PARA DIFERENTES PÓS E PRESSÕES DE COMPACTAÇÃO

FIGURA 18a- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ A AUMENTO: 50X

FIGURA 18b- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ A AUMENTO: 50X

**FIGURA 18c- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ A
AUMENTO: 50X**

**FIGURA 18d- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ A
AUMENTO: 50X**

**FIGURA 19a- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ B
AUMENTO: 50X**

**FIGURA 19b- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ B
AUMENTO: 200X**

**FIGURA 19c- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ B
AUMENTO: 200X**

**FIGURA 19d- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ B
AUMENTO: 200X**

**FIGURA 20a- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ C
AUMENTO: 50X**

**FIGURA 20b- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ C
AUMENTO: 200X**

**FIGURA 20c- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ C
AUMENTO: 200X**

**FIGURA 20d- MICROGRAFIA ÓTICA DA LIGA DE MONEL DO PÓ C
AUMENTO: 200X**

FIGURA 21 - DIAGRAMA DE FASES DE NÍQUEL-COBRE

**FIGURA 22 - MICROGRAFIA DE MICROESTRUTURA DA LIGA DE
MONEL, COM ATAQUE
AUMENTO: 500X**

**FIGURA 23a- DENSIDADE A VERDE EM FUNÇÃO DA PRESSÃO DE
COMPACTAÇÃO**

FIGURA 23b- DENSIDADE DO SINTERIZADO EM FUNÇÃO DA PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO

FIGURA 24 - FRAÇÃO DA POROSIDADE TOTAL INTERCONECTADA (P_1) EM FUNÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA TOTAL DA POROSIDADE (ϵ)

FIGURA 25 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO EM FUNÇÃO DO LOG DO COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOSO (α)

FIGURA 26 - DENSIDADE DO SINTERIZADO EM FUNÇÃO DO LOG DO COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOSO (α)

FIGURA 27 - LOG DA FRAÇÃO DE INTERCONECTADOS (ϵ_1) EM FUNÇÃO DO LOG DO COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOSO (α)

FIGURA 28a- LOG DO COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOSO (α) MEDIDOS EM FUNÇÃO DO LOG DOS VALORES DO COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOSO (α) CALCULADO PELA EQUAÇÃO DE AJUSTE

FIGURA 28b- LOG DO COEFICIENTE INERCIAL (β) MEDIDOS EM FUNÇÃO DO LOG DOS VALORES DO COEFICIENTE INERCIAL (β) CALCULADO PELA EQUAÇÃO DE AJUSTE

LISTA DE TABELAS

- TABELA I - GRANULOMETRIA DOS PÓS DE MONEL
- TABELA II- CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE MONEL: DENSIDADE APARENTE E ESCOABILIDADE
- TABELA III- COMPOSIÇÃO DOS PÓS DE MONEL - ANÁLISE DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X
- TABELA IV - TIPOS DE PÓS COM SUAS RESPECTIVAS PRESSÕES DE COMPACTAÇÃO, DENSIDADE A VERDE (ρ_v) DENSIDADE DE SINTERIZAÇÃO (ρ_s) E DENSIDADE HIDROSTÁTICA (ρ_h)
- TABELA V - TIPOS DE PÓS COM SUAS RESPECTIVAS PRESSÕES DE COMPACTAÇÃO, FRAÇÃO VOLUMÉTRICA TOTAL DA POROSIDADE (ϵ) E FRAÇÃO VOLUMÉTRICA TOTAL DA POROSIDADE PELO ANALISADOR DE IMAGEM (ϵ_{Quant})
- TABELA VI - TIPOS DE PÓS COM SUAS RESPECTIVAS PRESSÕES DE COMPACTAÇÃO, FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DA POROSIDADE INTERCONECTADA (ϵ_i) E ÁREA DE SUPERFÍCIE DA POROSIDADE POR UNIDADE DE VOLUME (S_v)
- TABELA VII- TIPOS DE PÓS E SUAS RESPECTIVAS PRESSÕES DE COMPACTAÇÃO, COEFICIENTE DE PERMEABILIDADE VISCOZO (α), COEFICIENTE DE RESISTÊNCIA INERCIAL (β) E DIÂMETRO MÁXIMO DO PORO

RESUMO

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILTRO METÁLICO MONEL (70%Ni-30%Cu)

Ivone de Camargo Laves

Esta dissertação de mestrado apresenta o desenvolvimento de uma tecnologia própria para a fabricação de filtros de monel, em especial seu processo de fabricação e caracterização. A conformação do pó foi feita por vibração e com o uso de diferentes pressões (200, 300 e 400 MPa), a sinterização foi feita a 1050°C sob atmosfera redutora (H₂), por 1 hora. Os filtros foram caracterizados quanto a sua densidade, porosidade, capacidade de filtração e permeabilidade. Obteve-se uma correlação entre as variáveis de processamento (conformação e sinterização), incluindo a matéria prima (pó utilizado) e as características dos filtros.

ABSTRACT

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF METALLIC FILTERS
MONEL (70%Ni e 30%Cu)

IVONE DE CAMARGO LAVOS

This work investigates a process for the fabrication and characterization of monel (Ni-Cu) filters. The powder consolidation was made by vibration or by pressing at various pressures (200, 300 e 400 MPa). The sintering was carried out at 1100°C during 1 hour under H₂ atmosphere. The filter characterization was performed by measuring its density, porosity, filtering capacity and permeability. It was obtained a correlation between the processing variables (consolidation and sintering), including powder properties, and the filters' characteristics.

I - INTRODUÇÃO

I.1 - OBJETIVOS

Tem-se como objetivo neste trabalho a fabricação, caracterização de filtros porosos de Monel e discussão do processo de filtração.

Esta dissertação busca obter as relações entre os parâmetros de fabricação tais como granulometria do pó e variáveis de processamento (pressão de compactação e sinterização) e as propriedades do filtro: densidade, porosidade associada e permeabilidade.

I.2 - CONSIDERAÇÕES GERAIS

Pela técnica de metalurgia do pó obtém-se vários produtos numa ampla faixa de propriedades e materiais empregados.

A metalurgia do pó se justifica em três casos: produção economicamente vantajosa, produção independente de custo, que busca uma propriedade mais elevada e o terceiro caso especialmente interessante como nesta dissertação, é a única técnica possível.

Para certos produtos, a única possibilidade de fabricação é através da metalurgia do pó, como é o caso dos materiais porosos. Entre esses produtos estão incluídos os filtros feitos com pó de monel, constituídos de 70% Ni e 30% Cu.

As ligas de níquel e cobre com composição acima de 50% de níquel, como no caso do monel, apresentam maior resistência à corrosão que o níquel comercialmente puro sob condições redutoras e o cobre comercialmente

puro sob condições oxidantes, além de ter boa resistência mecânica, até 550°C⁽¹⁾.

O monel é adequado para usos em meios altamente corrosivos, principalmente contendo flúor e compostos de flúor. O mesmo apresenta comportamento anticorrosivo, superior ao dos aços inoxidáveis e de outras ligas de níquel⁽²⁾.

O filtro de monel é recomendável para a separação de partículas sólidas dispersas em fluidos corrosivos em temperatura elevada, comumente encontrável nos setores químicos, petrolíferos, têxtil, nuclear, papel e celulose. Uma de suas utilizações típicas na indústria nuclear é a filtragem do hexafluoreto de urânio à temperatura de 400°C antes do enriquecimento isotópico por ultracentrifugação⁽³⁾.

Como é difícil a obtenção no mercado brasileiro, de filtros de monel adequados devido a algumas dificuldades de importação, tornou-se necessário o desenvolvimento de uma tecnologia própria.

I.3 - FILTRO

I.3.1 - Conceituação

Filtro é um dispositivo poroso que tem como finalidade a retenção de partículas sólidas suspensas num meio fluido, que pode ser líquido ou gasoso⁽⁴⁾.

No estudo de filtro, faz-se necessário o conhecimento dos dois materiais envolvidos, isto é, meio poroso e fluido.

Este trabalho dará uma atenção especial aos filtros metálicos.

Os filtros metálicos sinterizados e manufaturados

têm tido uma demanda crescente para uso em meios agressivos. Considerando os aspectos técnicos, as características exigidas num filtro metálico são:

- resistências mecânica, ao calor e ao meio corrosivo;
- retenção de partículas sólidas acima de tamanho específico;
- permeabilidade (capacidade de passar um dado volume de fluido com viscosidade especificada através de um corpo com área e espessura unitária sob um dado gradiente de pressão);
- durabilidade.

As características acima citadas, principalmente a primeira e a última fazem com que o filtro metálico seja usado e não filtros de outros materiais tais como: vidro, cerâmica, carvão, areia, celulose e papel.

A resistência mecânica de um filtro metálico deve ser suficiente para manter a integridade do filtro durante a filtração, especialmente se ela ocorrer sob pressão ou vibração. A resistência mecânica a altas temperaturas e a corrosão também fazem parte das propriedades importantes na seleção dos filtros metálicos. O material de maior uso na fabricação de filtros porosos é o bronze, porque é o de custo mais baixo, os pós são de forma esférica e suporta temperatura em torno de 200 °C em atmosfera normal. As ligas como: cupro-níqueis e alpacas; aço inoxidável; Inconel; Monel; Hastelloy e Incoloy possuem um custo mais elevado, sendo aplicados em meios altamente agressivos (corrosão), em geral à temperaturas acima de

500°C.

A retenção de partículas sólidas pode ser determinada pela passagem de partículas de tamanho conhecido através do meio poroso⁽⁵⁾. Outro método, largamente usado, na avaliação da retenção de partículas é o "bubble test" para o tamanho de poro⁽⁶⁾.

A permeabilidade do filtro é diretamente proporcional ao tamanho de partícula retida, quanto menor o tamanho de partícula retida, menor é a permeabilidade do filtro. Por outro lado a espessura do filtro também afeta a permeabilidade, pois altas espessuras dificultam a passagem do fluido. Assim, procura-se diminuir a espessura do filtro para aumentar a permeabilidade, não esquecendo da integridade mecânica do mesmo.

Existe uma relação entre a espessura do filtro e a capacidade de filtração, quanto maior a espessura maior a capacidade de filtração. No entanto, a permeabilidade é diminuída. Do ponto de vista de filtração é melhor quanto menor a espessura. Neste caso será comprometida a capacidade de filtração e a resistência mecânica do filtro.

A durabilidade que também é um fator de seleção, é alta nos filtros metálicos pela possibilidade de sua reutilização na filtração. A desobstrução dos poros através da limpeza do filtro, (geralmente lavagem com orgânicos), possibilita a reutilização durante anos⁽⁷⁾.

Nestes materiais, o controle da porosidade é crítico, devendo se situar em torno de 25 a 35%, podendo, chegar a 50%, procurando-se obter uma dimensão de poros dentro de uma estreita faixa. Para conseguir-se uma estrutura mais uniforme, procura-se reduzir a distribuição do tamanho de partículas.

Vários são os tipos e formatos de filtros fabricados comercialmente. A figura 1 permite uma

visualização de alguns tipos de filtros de bronze⁽⁸⁾.

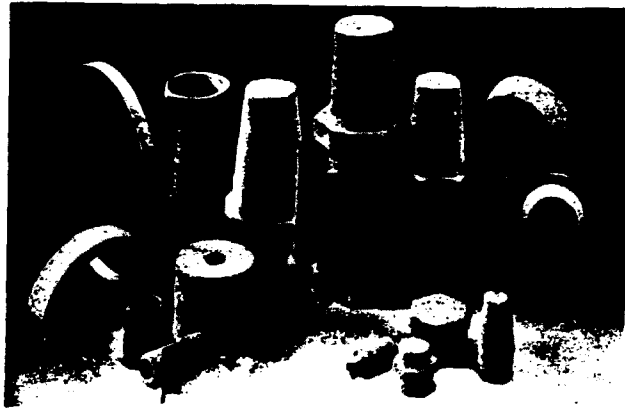


Figura 1 - Alguns tipos de filtros de bronze.

I.3.2 - Fluxo em meios porosos

a) Meio poroso

Os poros em um sistema poroso podem ser interconectados ou não interconectados, isto é, aberto e fechado respectivamente⁽⁹⁾. Os poros interconectados são os que permitem a passagem do fluido. O fluxo de um fluido é possível somente se parte dos espaços forem interconectados. Pode-se chamar de espaço de porosidade efetivo à porosidade interconectada. Assim, o meio poroso é caracterizado por diferentes parâmetros geométricos.

O primeiro parâmetro a ser considerado é a fração de vazios em relação ao volume total de porosidade (c) sendo expressa em fração de 1 (um) ou em porcentagem.

Vários são os métodos para medida de porosidade, sendo que o mais simples é o método da densidade que utiliza a densidade teórica do material e a densidade do sinterizado, que estão relacionadas com a porosidade

pela expressão⁽¹⁰⁾:

$$\epsilon = 1 - (\rho_s / \rho_t) \quad (1)$$

onde:

ϵ fração volumétrica total da porosidade

ρ_s densidade do sinterizado

ρ_t densidade teórica da liga

A densidade do sinterizado (ρ_s) pode ser calculada pela medida das dimensões externas e determinação da massa do material, ou então um método de variação volumétrica utilizando um fluido que não penetre nos poros, como o mercúrio.

Como em materiais porosos é de interesse a fração volumétrica da porosidade interconectada (ϵ_1), esta pode ser determinada através das seguintes equações:

$$\epsilon_1 = (\epsilon) (F_1) \quad (2)$$

$$F_1 = [(\rho_s - \rho_h) / (\rho_t - \rho_h)] (\rho_t / \rho_s) \quad (3)$$

onde:

ϵ_1 fração volumétrica de porosidade interconectada;

F_1 fração da porosidade total que é interconectada;

ρ_h densidade hidrostática do sinterizado.

Na determinação da densidade hidrostática usa-se para o cálculo do volume um líquido que penetre nos poros interconectados, por exemplo água.

Os poros interconectados contém uma superfície e o fluido, ao passar pelo meio poroso, deve entrar em contato com esta superfície. A área de superfície específica interna (S) define uma quantidade geométrica que caracteriza a porosidade do meio poroso.

Os poros interconectados são canais, cujas secções transversais podem ter diferentes formatos e tamanhos. Considerando a geometria mais simples (secção circular), há uma variação significativa da dimensão. A esta variação da dimensão da secção transversal da porosidade esta associada uma distribuição de tamanho de poros. Normalmente os métodos de determinação de distribuição de tamanho de poros considera poros circulares.

Finalmente pode-se considerar os canais de passagem de um meio poroso em relação à direção do fluxo do fluido. Os canais podem não estar dispostos paralelamente à direção do fluxo e o caminho percorrido pelo fluido é maior do que a espessura do meio poroso. A relação entre o caminho percorrido pelo fluido através do meio poroso e o caminho mais curto é denominado de tortuosidade, ou seja, a relação entre o comprimento medio dos canais e a espessura do meio poroso.

b) Escoamento de um fluido através de um meio poroso
Permeabilidade^(11,12,13)

Considere-se escoamento de um gás ou de uma mistura de gases como o ar, por exemplo, através de um filtro metálico poroso sinterizado, como mostra a Figura 2.

Para baixas diferenças de pressão $\Delta P = P_1 - P_2$ e baixos valores da vazão Q de gás, verifica-se que a vazão e a diferença de pressão correlacionam-se segundo a Lei de Darcy:

$$Q = (p/\mu) A (\Delta P/e) \quad (4)$$

onde:

Q vazão do gás na mistura gasosa;
p coeficiente de permeabilidade do fluxo viscoso;
A secção reta do filtro;
 ΔP diferença de pressão responsável pelo escoamento;
 μ viscosidade da mistura gasosa;
e espessura do filtro.

Dividindo-se a vazão **Q** pela seção reta **A** chega-se à expressão da velocidade superficial V_0 do fluido:

$$V_0 = Q/A \quad (5)$$

Outra maneira de se apresentar a Lei de Darcy é a seguinte:

$$\Delta P/e = \mu V_0/p \quad (6)$$

Pela equação 6, verifica-se que o escoamento da mistura gasosa através do meio poroso sofre uma perda de carga ($\Delta P/e$) devido às resistências viscosas oferecidas à passagem da mesma através do meio poroso.

Tal perda de carga será tanto maior quanto maior for a velocidade do escoamento para uma dada mistura gasosa. Aumentando-se a permeabilidade específica α tem-se uma diminuição da perda de carga $\Delta P/e$. p é também chamado de coeficiente de permeabilidade viscosa α :

$$\alpha = p \quad (7)$$

Assim a equação 6 pode ser escrita:

$$\Delta P/e = (\mu V_0)/\alpha \quad (8)$$

O filtro metálico poroso pode ser considerado como um leito empacotado de partículas sólidas através do qual escoam uma mistura gasosa. Assim, poder-se-a aplicar a equação de Ergun⁽¹⁴⁾ para caracterizar o escoamento mesmo quando as vazões forem suficientemente elevadas de tal forma que a lei de Darcy não se aplique.

A lei de Ergun leva em consideração além da perda de carga devido a resistência viscosa ao escoamento, a perda devida à energia inercial. Tem-se pois:

$$\Delta P = (Qe)/A [(\mu/\alpha) + (\rho Q/\beta A)] \quad (9)$$

onde:

$$\Delta P = P_1 - P_2 \quad ; \quad P_1 > P_2;$$

P_1 pressão de entrada;

P_2 pressão de saída;

ρ densidade da mistura gasosa;

e espessura da amostra porosa;

Q vazão do gás na mistura gasosa;

μ viscosidade do gás;

α coeficiente de permeabilidade do fluxo viscoso;

β coeficiente de resistência inercial;

A área do filtro.

A lei de Darcy se aplica para escoamentos laminares. Assim, definindo-se o número de Reynolds para o leito associado ao filtro por:

$$R_0 = (\rho V_0)/\mu(1-c)S_0 \quad (10)$$

onde:

ϵ fração de vazios ou porosidade total;
 S_0 superfície específica das partículas por unidade de volume das partículas.

A lei de Darcy vale até valores $R_0 \approx 2$. Para valores $R_0 \geq 2$ deve-se aplicar a equação geral descrita pela equação 9.

No caso de escoamento laminar vale a equação conhecida por equação de Blake-Kozeny para relacionar velocidade superficial com superfície específica e fração de vazios de porosidade⁽¹⁵⁾. Tem-se:

$$V_0 = (1/4, 2) (\Delta P / e\mu) (\epsilon^3 / S_v^2) \quad (11)$$

sendo:

$$S_v = S_0 (1 - \epsilon) \quad (12)$$

onde:

S_v área da superfície total por unidade de volume do leito (ou do corpo poroso).

Relacionando-se as equações 11 e 8 chega-se a:

$$\alpha = (1/4, 2) (\epsilon^3 / S_v^2) \quad (13)$$

Pela equação 13 verifica-se que o coeficiente de permeabilidade viscoso (α) depende do sólido, a saber da porosidade (ϵ) e da superfície específica (S_v). Outra expressão⁽¹⁶⁾ para α é dada pela equação 14:

$$\alpha = c\epsilon^3 / \tau S_v^2 \quad (14)$$

onde:

c constante que depende da forma dos poros (geralmente vale 0,8);

τ tortuosidade é a relação entre o comprimento do trajeto percorrido pelo fluido e a espessura da parede.

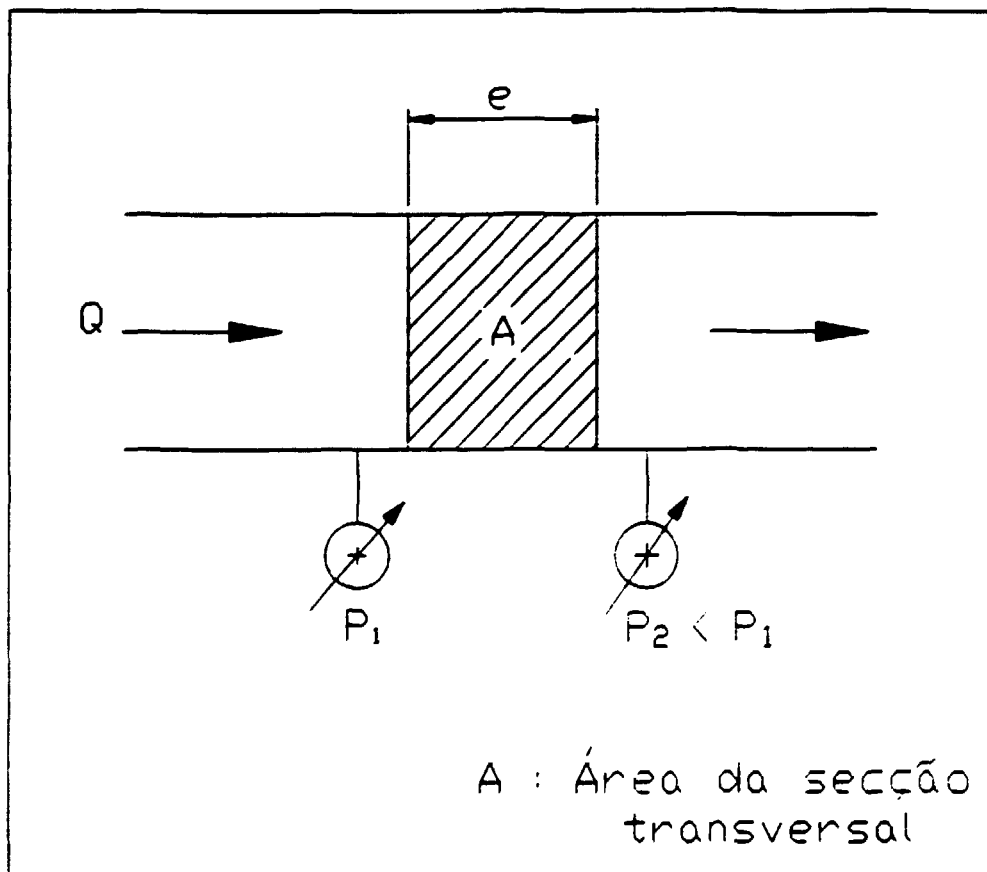


Figura 2 - Desenho esquemático de um permeâmetro.

I.4 - METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é uma técnica de processamento de pós metálicos ou não metálicos, transformando-os em materiais consolidados pela utilização de pressão e subseqüente aquecimento⁽¹⁷⁾.

Dessa forma a metalurgia do pó substitui em alguns casos os outros processos de produção, podendo-se obter peças com resistência mecânica elevada e de formato complexo na forma final desejada⁽¹⁸⁾.

Os primeiros estudos dos materiais porosos para a fabricação de mancais e filtros é um assunto pelo qual se dedicaram muitos pesquisadores, principalmente no final do século XIX⁽¹⁹⁾. Estes estudos continuam, atualmente sendo de grande importância no desenvolvimento e aperfeiçoamento de novas tecnologias dos mesmos.

Os filtros metálicos não deixam de ser um estágio importante no desenvolvimento dos produtos de pós metálicos. Claus⁽²⁰⁾ em 1923 patenteou um processo e uma máquina para moldagem de corpos porosos a partir de pós granulados. Uma das vantagens desse processo tecnológico patenteado por Claus foi a obtenção de produtos acabados com uma precisão dimensional elevada e a um baixo custo devido principalmente à economia de matérias-primas e energia.

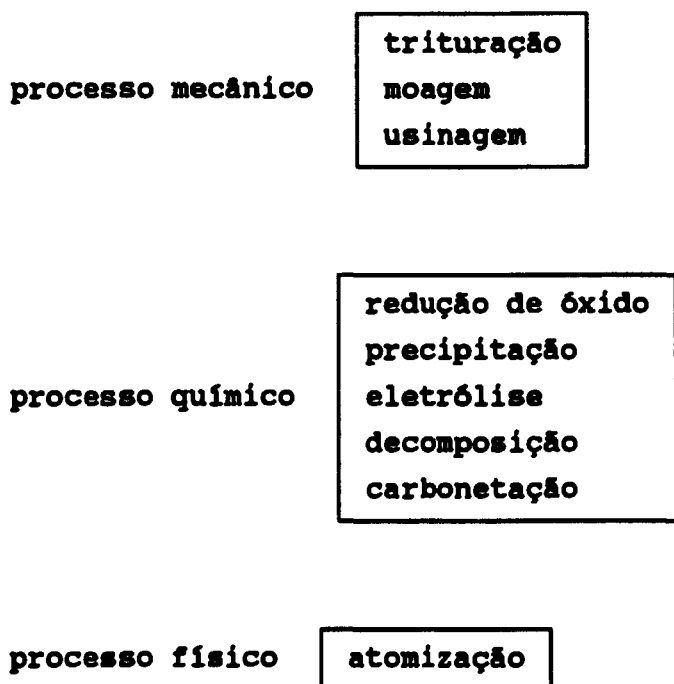
A técnica de filtros por metalurgia do pó compreende basicamente três estágios fundamentais⁽²¹⁾:

- a) produção do pó;
- b) conformação do pó;
- c) sinterização.

Uma apresentação mais completa relacionando os três estágios entre si é apresentado na figura 3⁽²²⁾.

I.4.1 - PRODUÇÃO DE PÓS METÁLICOS

Os principais processos de obtenção de pós estão esquematizados abaixo⁽²³⁾.



Cada um dos diferentes processos utilizados na fabricação de pós produz um material com propriedades físicas e químicas diferentes sendo que a escolha final dependerá da aplicação desejada.

O processo de atomização atualmente é o mais usado, permitindo a produção de várias ligas metálicas com ampla faixa de características. A atomização consiste em forçar a passagem do metal fundido através de um orifício, produzindo um filete líquido a ser pulverizado com um fluxo de água, ar ou gás inerte⁽²⁴⁾. Devido a alta pressão, o metal se desintegra em pequenas partículas⁽²⁵⁾, conforme representado na figura 4.

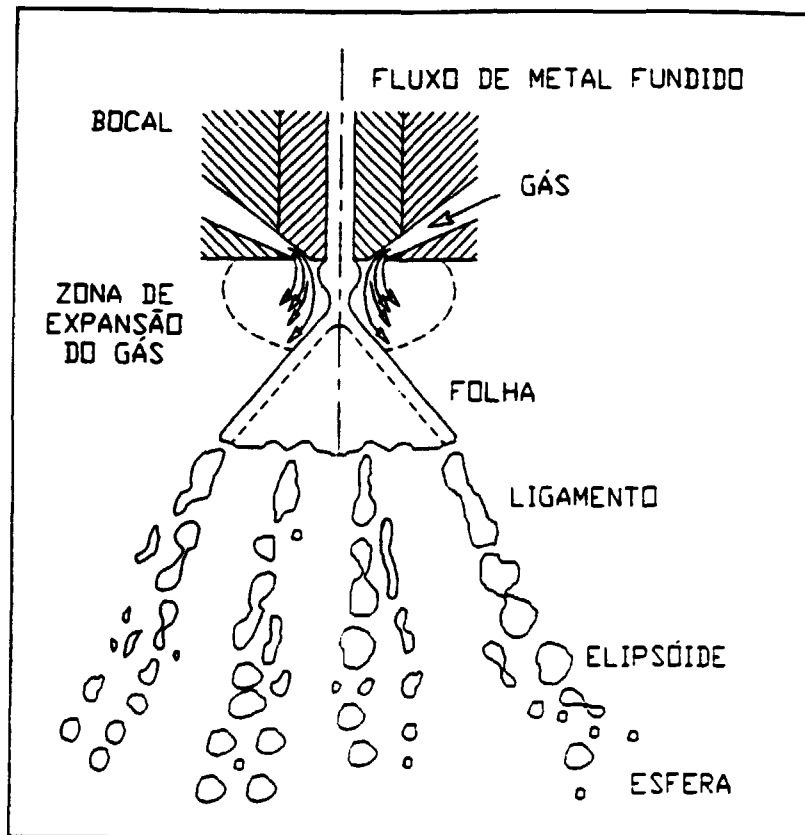


Figura 4 - Mecanismo de atomização proposto para representar a desintegração do fluxo metálico por jatos de fluidos a alta pressão⁽²⁵⁾.

As variáveis que atuam neste processo são apresentadas na figura 5.

Durante a interação do fluido pressurizado com o filete líquido do metal dar-se-á a desintegração do mesmo; trata-se de uma transferência de energia cinética do fluido para o filete no sentido de criar energia de superfície⁽²⁶⁾. A forma das partículas depende da viscosidade e da tensão superficial do metal líquido, sendo que partículas finas são obtidas quando este líquido possui baixa viscosidade e baixa tensão superficial. Pode-se obter partículas finas também com alta pressão, grandes volumes e alta velocidade do fluido atomizante.

A formação de partículas esféricas é favorecida pela baixa viscosidade e alta tensão superficial do

líquido sendo atomizado.

O pó obtido pela atomização a água apresenta um formato mais irregular, uma textura superficial mais grosseira e maior oxidação que a atomização a gás.

Um atomizador com as suas componentes⁽²⁷⁾ são apresentados na figura 6.

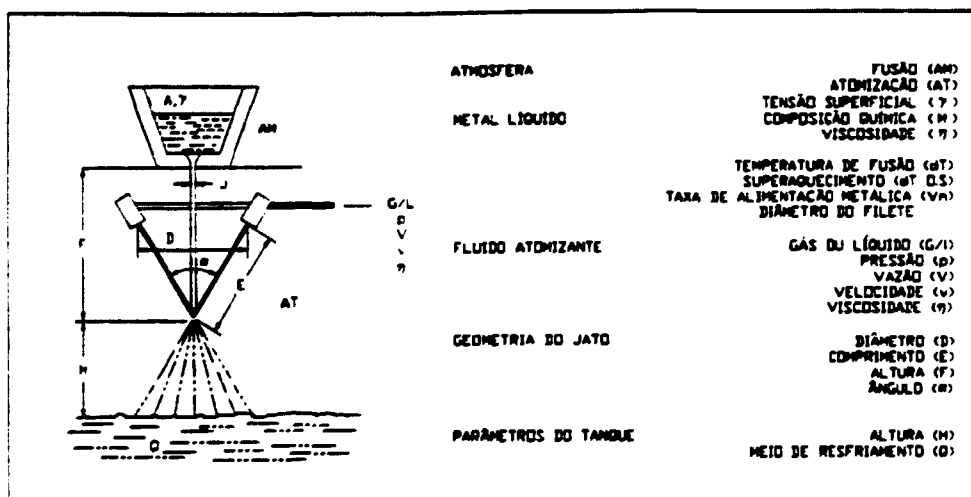


Figura 5 - Esquema de aparato para atomização e as variáveis que influem no processo⁽²⁶⁾.

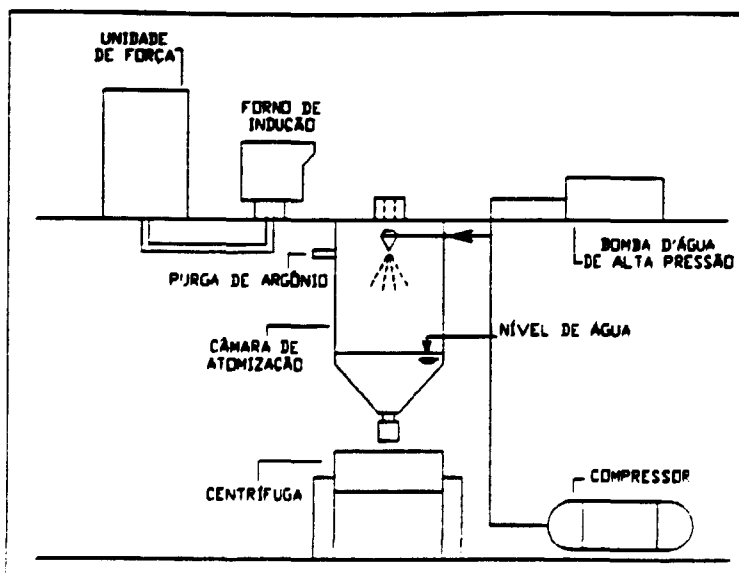


Figura 6 - Esquema de unidade de atomização⁽²⁷⁾.

I.4.2 - CONFORMAÇÃO DO PÓ

1- Conceituação

Pode-se considerar a etapa de conformação como a primeira das operações básicas da Metalurgia do Pó⁽²⁸⁾.

As principais funções desta operação são:

- a) conformação do pó no formato desejado;
- b) conferir dimensões previamente especificadas, levando-se em conta as possíveis variações nas etapas seguintes de sinterização ou operações posteriores;
- c) atingir o nível e o tipo de porosidade desejados;
- d) conferir resistência mecânica suficiente para permitir manuseio posterior;
- e) proporcionar o contato necessário entre as partículas para que a operação de sinterização seja efetuada de modo adequado.

Para que se possa atender as funções acima citadas podemos realiza-lós através de dois sistemas⁽²⁹⁾.

- a) com compactação;
- b) sem compactação.

Dentro destes sistemas, temos usualmente para filtro os seguintes métodos:

Com compactação:

- a) Compactação uniaxial (unidirecional ou em matriz)
- b) Compactação isostática a frio

Sem compactação:

- a) Conformação por gravidade (ou pó solto em moldes)
- b) Conformação por vibração
- c) Conformação por aglomeração com ligante por colagem de barbotina (slip casting).

2- Técnicas de conformação

2.1- Compactação uniaxial (unidirecional ou em matriz)

Essa técnica de consolidação é uma das mais empregadas, sendo considerada como método convencional.

Caracteriza-se por ser empregada desde baixas pressões (0.1 a 1.0 MPa) até altas pressões (dezenas de MPa), permitindo que a pressão seja aplicada em uma ou nas duas extremidades de massa de pó.

Os componentes básicos das prensas necessárias para a compactação em matriz são:

- uma fonte de energia ou pressão, geralmente mecanismos hidráulico, mecânico ou combinação destes mecanismos pneumáticos.

- uma matriz com resistência apropriada, com uma ou mais cavidades de dimensões e formato desejados.
- punções inferior e superior de resistência e forma apropriadas para transmitir pressão ao pó e realizar ejeção da peça após a compactação.
- machos para obtenção de furos no interior da peça compactada.
- controle e instrumentação apropriados para manipular a magnitude e velocidade da aplicação de pressão, a extensão de movimentos e velocidades por punções, machos e possivelmente a matriz, o preenchimento da matriz com pó e a ejeção da peça compactada.

2.1.1- Compressão de ação simples

A compressão de ação simples tem uma única ação dinâmica de compactação, isto é, o punção superior movimenta-se entrando na matriz executando a compressão da massa do pó contra o punção inferior estacionário, contra a superfície interna da matriz e externa do macho se estiver presente. A remoção é feita pela movimentação do punção inferior e pela ação da sapata de enchimento, ou pelo abaixamento da matriz e ação de sapata de enchimento.

No estágio inicial com a introdução de força mecânica, ocorre um rearranjo das partículas soltas para um denso empacotamento. Subsequentemente, os pontos de contatos se deformam com o aumento da força mecânica. Finalmente, as partículas sofrem ampla deformação plástica, como esquematizado na figura 7.

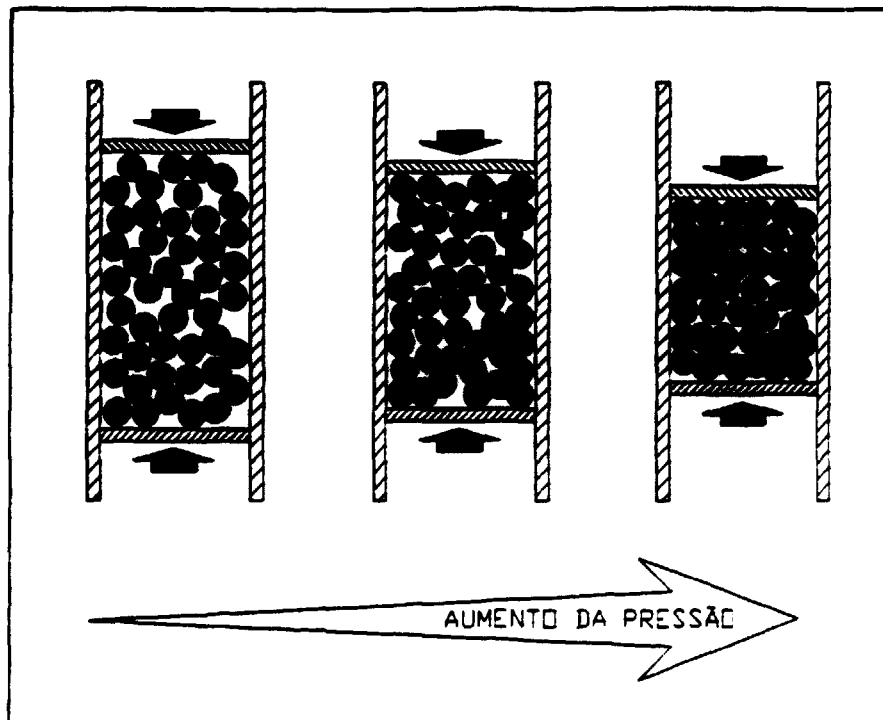


Figura 7 - Estágios da movimentação das partículas na cavidade de uma matriz durante o processo de compactação⁽³¹⁾.

No início de um ciclo de compactação, os pós apresentam densidade próxima da densidade aparente e vazios entre as partículas. Com a aplicação da força, o efeito inicial é a reorganização das partículas, coordenação e empacotamento; sendo que a reorganização da compactação é auxiliada pela superfície das partículas, tal como os óxidos.

Com o aumento da força há um maior empacotamento, decréscimo da porosidade, aumento linear no número de contatos das partículas⁽³⁰⁾, e esse aumento tendendo assintoticamente a um valor máximo. Assim, a força causa deformação localizada nos contatos, permitindo novas zonas de contatos que ganham uma aparência achatada. Durante a deformação ocorre um entrelaçamento entre as partículas dando uma resistência mecânica e, antes da sinterização, é denominada resistência a verde.

A força de atração entre as partículas no material a verde é fraca, por isso faz-se necessário a sinterização para dar uma resistência substancial ao material.

A prensagem tradicional é realizada em matrizes como o esquema da figura 8. Este é o método mais usado de conformar o pó na matriz mostrada na figura 7, por ser de ação simples, não há movimentos ascendentes do punção inferior.

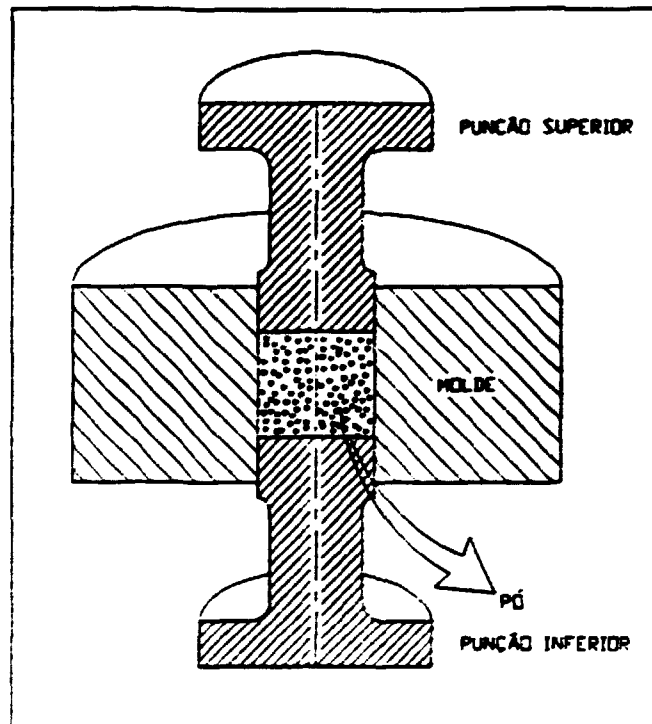


Figura 8 - Jogo de matriz com punção convencional na compactação de pó⁽³¹⁾.

Quando a compactação ocorre em processo contínuo há a alimentação do pó através de sapata que promove além de alta produtividade, uma maior homogeneidade de densidade ao longo da peça compactada. Em processo descontínuo, ou seja, na compactação uniaxial, o enchimento da cavidade deve ser realizado cuidadosamente, caso contrário a densidade não será

uniforme ao longo da compactação. Este processo geralmente é usado quando se trabalha em escala laboratorial.

Uma força externa se faz necessário para que os pós de qualquer formato, isto é, regular ou irregular, promovam um empacotamento com alta densidade. O esquema da compactação do pó é apresentado na figura 9 proporcionando uma visualização melhor na definição dos estágios da compactação⁽³¹⁾.

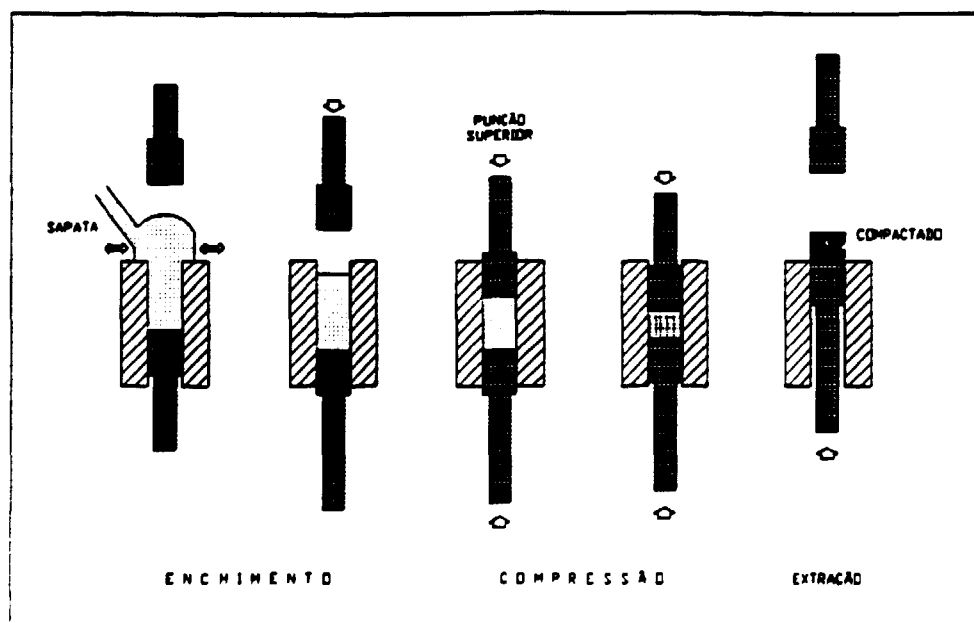


Figura 9 - Sequência do processo de compactação, prensagem e expulsão⁽³¹⁾.

2.2- Compactação Isostática

Este é o único método em que a força pode ser aplicada simultaneamente e igualmente. É um processo descontínuo e emprega geralmente pressões relativamente elevadas e não permite altas velocidades de produção.

O pó é colocado em um molde flexível de borracha com ou sem remoção do ar inicialmente no seu interior. A compactação se dá em um vaso de pressão, onde o molde lacrado é imerso em fluido que exercerá pressão hidrostática sobre o pó.

Devido a pressão ser aplicada em todas as direções sobre a massa de pó é possível obter-se densidade a verde muito uniforme e alto grau de uniformidade das propriedades mecânicas da peça acabada.

Os pós mais difíceis de serem compactados pelo processo unidirecional são facilmente compactados pelo isostático.

Formatos complexos e elevadas relações altura/diâmetro são obtidos com facilidade na compactação isostática.

Os fluidos empregados para transmitir pressão são a água ou o óleo a temperatura ambiente e gás a temperaturas elevadas.

2.3- Conformação por gravidade

Essa técnica utiliza aplicação de compactação sobre o pó, consistindo no simples preenchimento do molde ou matriz e sinterização subsequente do pó dentro da matriz. O molde deve ser de material não reativo com o pó durante a sinterização e resistente as temperaturas de sinterização.

São aplicados na fabricação destes moldes materiais tais como: cerâmica, grafite e aço inoxidável.

Alguns aspectos importantes devem ser levados em conta na aplicação da compactação por gravidade:

- a) dificuldade de remoção da peça do molde ou matriz;
- b) preenchimento adequado da matriz no caso de perfis

complexos;

- c) elevada contração durante a sinterização;
- d) necessidade de grande número de moldes para altas velocidades de produção;
- e) sensibilidade do pó a vibrações.

2.4- Conformação por vibração

Esta técnica visa eliminar o problema de uniformidade de enchimento observado frequentemente no sistema anterior por gravidade.

Os parâmetros de amplitude e frequência de vibrações são definidos para cada caso particular de tipo de pó e matriz.

Nestas técnicas, ou seja, compactação por gravidade ou por vibração, a densidade aparente do pó tem grande influência na densidade final do material, pois há pouca densificação na sinterização. Entretanto, a forma da partícula e a distribuição granulométrica determinam a distribuição final da porosidade da peça.

2.5- Conformação de colagem por barbotina

Esta técnica não utiliza aplicação de pressão sobre o pó. Consiste essencialmente no vazamento da barbotina em molde de gesso seco, o qual absorve o líquido da barbotina. A barbotina é formada basicamente pelo sistema particulado (pó), líquido (veículo) e aditivos (defloculante e ligantes).

As características do pó, isto é, forma e

distribuição de partícula, e as condições de preparação da barbotina, ou seja, veículo, defloculante, ligante, velocidade e tempo de agitação, viscosidade e potencial de hidrogênio (Ph), exercem influência no produto a verde (conformado) e sinterizado.

A densidade aparente, a forma e a granulometria do pó têm forte influência nas propriedades finais da peça nas técnicas de compactações através da gravidade, da vibração e da colagem por barbotina.

I.4.3 - SINTERIZAÇÃO

1- Conceituação

A sinterização é um processo que tem por finalidade aglomerar partículas soltas ou compactadas, através de um transporte de matéria por ativação térmica, o qual tem como resultado um fortalecimento dos contatos entre partículas, alteração da geometria dos poros e uniformização microestrutural.

Esta variação geralmente se realiza a temperatura abaixo do ponto de fusão do material considerado⁽³²⁾. Este processo ocorre eminentemente em estado sólido, todavia a presença de uma fase líquida pode acelerar o processo.

A sinterização é um fenômeno cuja força motora é a diminuição da energia livre do sistema através da diminuição da superfície específica e da energia livre acumulada nas partículas sob a forma de defeitos na rede cristalina durante a compactação ou no processo de obtenção dessas partículas. A reação espontânea de sinterização se encerra quando o sistema tende ao monocristal em equilíbrio com seus defeitos cristalinos. Este encerramento teórico não é atingido em temperatura

e tempo viáveis.

Na prática os tempos e temperaturas de sinterização são escolhidos visando obter-se um corpo com porosidade, tamanho de grão, resistência mecânica, rigidez ou qualquer outra propriedade definida.

O termo sinterização em fase sólida refere-se ao processo pelo qual ocorre um agregado de partículas cristalinas, soltas ou compactadas. Este agregado de partículas é submetido a um rearranjo de matéria termicamente induzido, na ausência de fase líquida. A figura 10 apresenta esquematicamente as características dos estágios durante a sinterização. As mudanças durante a sinterização, embora contínuas, podem ser divididas analiticamente em três estágios⁽³³⁾.

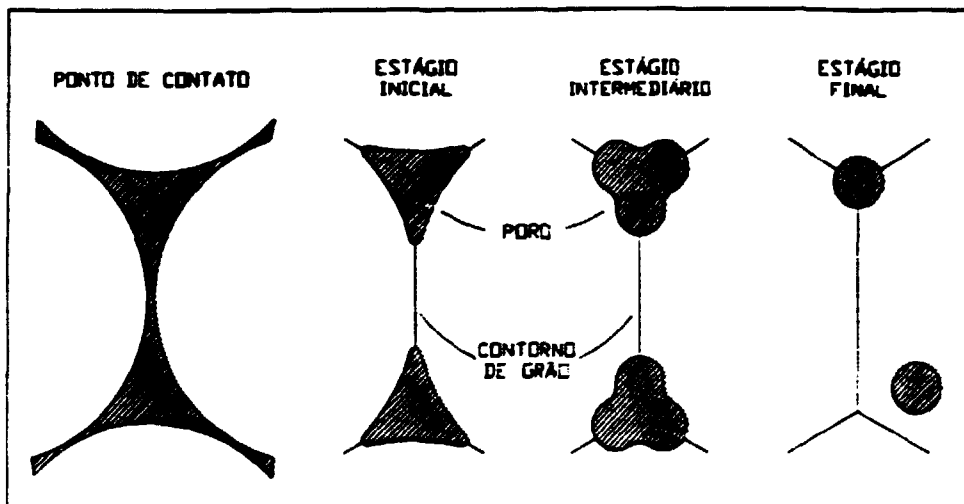


Figura 10 - Desenvolvimento da ligação interpartículas durante os estágios da sinterização, partindo com um ponto em contacto⁽³³⁾.

2- Mecanismos de Sinterização em Fase Sólida⁽³⁴⁾

Os possíveis mecanismos de sinterização em fase sólida são:

- a) difusão superficial
- b) difusão do reticulado
- c) transporte de vapor
- d) difusão de contorno de grão
- f) escoamento plástico ou viscoso

A seguir faz-se um detalhamento de alguns destes mecanismos.

- Mecanismo de sinterização por escoamento plástico e/ou viscoso

A possibilidade da ocorrência da sinterização através de escoamento plástico ou viscoso surge da equação de Laplace e da baixa tensão de escoamento do material à temperatura de sinterização.

A equação de Laplace já modificada é dada pela equação onde diz que uma superfície com raio de curvatura tem uma tensão que tende a eliminar esta curvatura.

$$\sigma = \gamma(1/r_1 + 1/r_2) \quad (15)$$

onde:

σ tensão superficial do material

r_1 raio de curvatura menor da superfície

r_2 raio de curvatura maior da superfície

Da equação conclui-se que numa superfície côncava o raio de curvatura é negativo e ela está sob tração.

Para uma superfície convexa o raio de curvatura é positivo e ela estará sob compressão.

Para o caso de duas partículas que estão em contatos durante a sinterização, tem-se uma tensão de compressão na parte convexa e uma tensão de tração na parte côncava, isto é, no ponto de contato entre partículas, conforme ilustrado na figura 11.

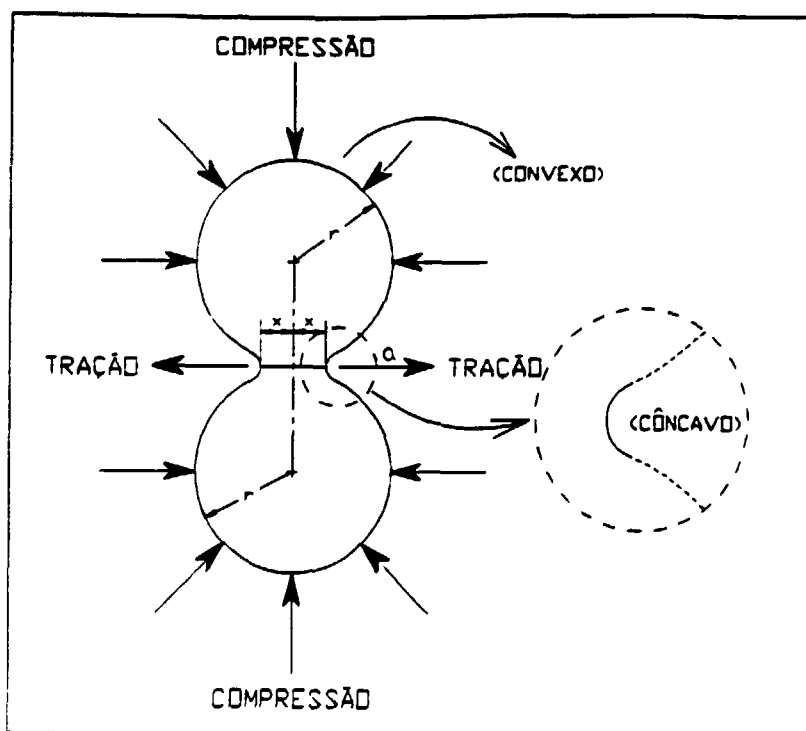


Figura 11 - Tensões no mecanismo de sinterização por escoamento plástico e/ou viscoso.

Em materiais amorfos orgânicos e inorgânicos a tensão surgida através deste mecanismo seria suficiente para produzir num escoamento viscoso, todavia nos materiais cristalinos este mecanismo contribuiria muito pouco para a sinterização.

- Mecanismo de sinterização por evaporação e condensação

A presença de uma curvatura, também tem como consequência segundo a equação de Kelvin Thomson uma variação da pressão de vapor entre o ponto de contato e o resto das superfícies das partículas sob sinterização.

Na equação de Kelvin Thomson a pressão de vaporização de uma superfície curva é diferente da pressão de vapor de equilíbrio de uma superfície plana:

$$P_{vc} = P_{vo} \{1 + [2\gamma V_o / (KTa)]\} \quad (16)$$

onde:

P_{vc} pressão de vapor da superfície curva
 P_{vo} pressão de vapor da superfície plana
 V_o volume do átomo
 a raio de curvatura
 K constante de Boltzman
 T temperatura absoluta
 γ tensão superficial

Na superfície convexa há uma maior pressão de vapor ou seja $\Delta P > 0$, enquanto que numa superfície côncava a pressão de vapor será menor que a de equilíbrio.

Deste modo, é possível ocorrer transporte de material através da evaporação de átomos das regiões convexas e condensação destes nas regiões côncavas, ou seja, nos pontos de contatos. Este mecanismo é mais efetivo nos materiais com pressão de vapor mais elevada.
- Mecanismo de sinterização por difusão

Nos mecanismos anteriores não se fez nenhuma

referência de massa, mas apenas ao volume do átomo. Entretanto, segundo P.Ja.Pines, a equação de Kelvin Thomson pode ser aplicada a materiais sólidos e átomos de massa nula (vazios). Assim, a variação de concentração de vazios em uma superfície curva é dada pela equação:

$$\Delta C = (2\gamma V_0)/(aKTC_0) \quad (17)$$

Como o V_0 é negativo (volume de vazio) temos uma maior concentração de vazios numa região côncava e uma menor nas convexas, em relação a uma concentração de vazios em equilíbrio numa superfície plana.

Deste modo ocorrerá um fluxo direcionado de vazios das regiões côncavas para as convexas o que implica um fluxo de átomos no sentido contrário (difusão). Esse mecanismo, difusão, é o mecanismo de transporte mais importante na sinterização de materiais cristalinos, como os metais e os cerâmicos.

A difusão superficial e a difusão nos contornos de grão tem uma importância maior no estágio inicial da sinterização uma vez que a superfície específica quanto a quantidade de contornos de grão diminuem durante a sinterização.

Ashby⁽³⁵⁾, propôs diagramas de sinterização em que o mecanismo dominante da sinterização de um material em diferentes estágios de sinterização versus parâmetros, tais como temperatura, tempo e tamanho de pescoço. Ele considera neste trabalho, seis os mecanismos de operação na sinterização. Os diagramas podem ser construídos de maneira que identifiquem a uma dada temperatura o tamanho de partícula, o tamanho de pescoço e ainda apresentam uma taxa de sinterização quando todos esses mecanismos agem juntos.

3.1- Estágio inicial da sinterização

Este estágio caracteriza-se por iniciar a formação de crescimento do pescoço; crescimento este conduzido pelos pontos de contato entre as partículas e que depende dos mecanismos de transporte de massa.

O tamanho de partícula é importante sob o ponto de vista de rapidez de sinterização. Em geral, partículas finas sofrem uma sinterização mais rápida⁽³⁶⁾.

Outros fatores influenciam na sinterização: a temperatura e o tempo. A temperatura influi exponencialmente em todos os casos na sinterização. Em consequência disso o tamanho de partículas e o tempo exercem efeitos menores quando comparados à temperatura. Para que haja maior controle na sinterização é conveniente que a temperatura seja constante, ou pelo menos grande parte, e a variável seja o tempo para ajustar os resultados que se deseja obter.

A variação geométrica dos pós durante o estágio inicial da sinterização foi considerado como dependente de cinco mecanismos de transporte de matéria⁽³⁷⁾, não considerando o escoamento plástico. Esses mecanismos atuam simultaneamente em crescimento de pescoço, retração, redução da área superficial, agregados de pós na forma solta e na forma compactada. Os efeitos da taxa de aquecimento no compactado a verde baseados na sinterização do cobre mostrou que a taxa de aquecimento lenta pode proporcionar maior retração que em alta taxa de aquecimento, com o mesmo tempo de sinterização total dos pós de cobre. Além disso, foi verificado que quanto maior a quantidade de compactação, menor é a retração.

Os modelos de sinterização estão sendo propostos desde 1940, tendo sofrido aprimoramento, principalmente para levar em conta as variações morfológicas dos pós. Inicialmente, tomou-se a morfologia esférica e foi

proposta a equação:

$$(X/A)^n = Bt/A^m \quad (19)$$

onde:

- X raio do pescoço;
- A raio da partícula;
- B constante;
- t tempo;
- n e m constantes dependentes dos mecanismos da sinterização.

Esta equação fornece o crescimento do pescoço em função do tempo. Os valores de n e m fornecem os mecanismos que estão atuando na sinterização. A figura 12 apresenta esquematicamente os mecanismos de sinterização.

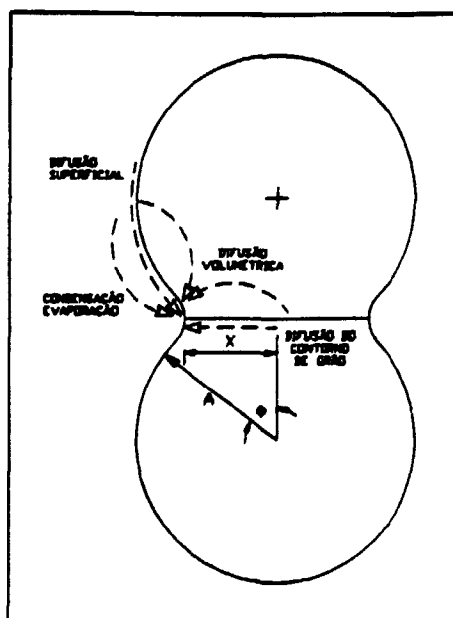


Figura 12 - Trajetória do transporte de material durante a formação de pescoço entre duas partículas na sinterização⁽³⁷⁾.

3.2.- Estágios intermediário e final de sinterização

Após o estágio inicial onde se dá a formação e o crescimento dos pescoços, tem-se um sistema formado por material maciço e poros. Os poros (fase vazia) diminuem gradativamente com o tempo de sinterização, mas a sua eliminação total necessita de um tempo muito grande de sinterização o que não ocorre na prática, principalmente em tempos de sinterização industriais.

Os poros são na realidade um grande reservatório de vazios, sob efeito da pressão difundem para dentro da matriz metálica e são aniquilados nos sumidouros, como superfície externa, discordância e contorno de grão; sendo que os contornos de grão são os sumidouros mais efetivos.

No estágio intermediário, no qual os poros ainda são maiores e ao mesmo tempo ainda tem bastante contornos de grão, o encolhimento, isto é, diminuição da porosidade, apresenta uma velocidade maior do que no estágio final onde as distâncias entre os poros e os sumidouros de vazios (contornos de grão) já são maiores devido ao crescimento de grão e diminuição dos poros. Assim sendo, o processo diminui gradativamente de velocidade, pois os defeitos cristalinos diminuem.

O estágio intermediário é o mais importante na determinação das propriedades do sinterizado. Caracteriza-se pela alta densificação e crescimento de grãos. A densificação é alcançada pela difusão volumétrica e do contorno de grão. No início do estágio intermediário a estrutura do poro é aberta e interconectada e o crescimento de pescoço é contínuo durante todo esse estágio, resultando em alta densificação.

A posição relativa entre contornos de grãos e porosidade controla a taxa de sinterização. Nos

instantes iniciais desse estágio intermediário contornos de grãos detém os poros; o transporte de massa é facilitado pela união de contorno de grãos e poros através da difusão pelos contornos. Em muitos casos, a microestrutura apresenta poros separados dos contornos de grãos, devido a menor mobilidade dos poros em relação aos contornos de grãos. O isolamento de poros no interior dos grãos resulta em uma diminuição considerável na taxa da densificação.

No estágio final os poros são fechados (não interconectados) e separados dos contornos de grãos. A taxa de densificação devido a isto é muito baixa e dificilmente consegue-se densificação total.

II - MATERIAIS E MÉTODOS

II.1 - Materiais Utilizados

Neste trabalho foram estudadas ligas de monel, constituídas de 70% Ni e 30% Cu, comercialmente liga monel 400 UNS NO 4400⁽³⁸⁾, na forma de pó.

Três pós foram obtidos por atomização no Laboratório de Metalurgia do Pó e Materiais Magnéticos da Divisão de Metalurgia do IPT. Eles estão designados por A, B e C.

Os pós A e B foram atomizados a água e o pó C a ar. As Figuras 13a, 13b e 13c apresentam a microscopia eletrônica de varredura (MEV) destes pós.

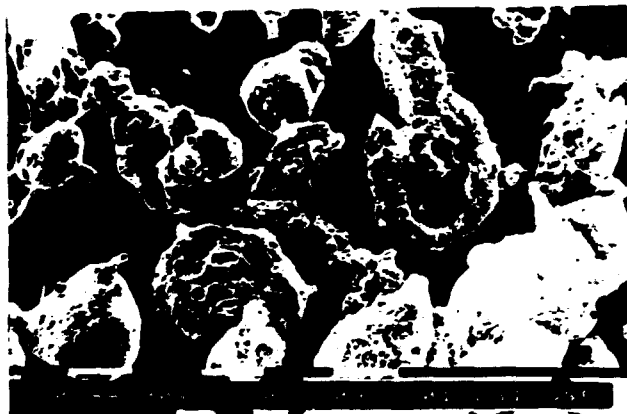


Figura 13a - Micrografia eletrônica de varredura do pó A

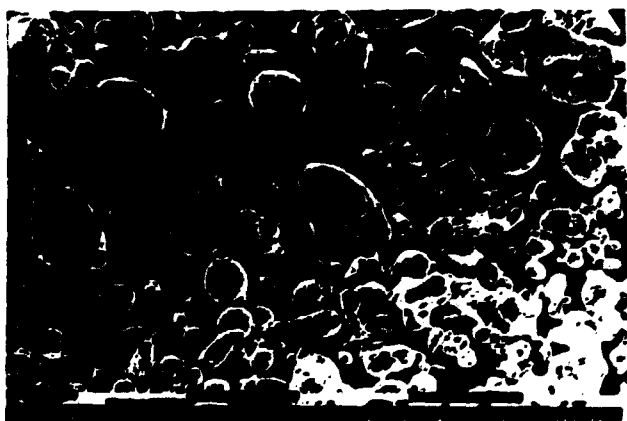


Figura 13b - Micrografia eletrônica de varredura do pó B



Figura 13c - Micrografia eletrônica de varredura do pó C

II.2 - Caracterização do Pó

II.2.1 - Granulometria

Os pós foram separados por peneiramento com a finalidade de se obter faixas granulométricas estreitas, apresentadas na Tabela II.

	Tipo de Pó		
	A	B	C
Granulometria (μm)	-250 +105	-105 +74	-105 +62

Tabela I - Granulometria dos pós de Monel

II.2.2 - Escoabilidade

A análise de escoabilidade foi realizada nos três tipos de pós. 50 gramas de pó, pesado com precisão de 0,1 g; aquecido durante 1,0 (uma) hora em estufa a uma temperatura de 102°C, foi resfriado até a temperatura ambiente em um dessecador. Após a secagem, o pó foi colocado no funil de HALL, mantendo seu orifício fechado

até o momento de se acionar o cronômetro e desligado no instante em que o pó termine de escoar⁽³⁹⁾. Os tempos de escoabilidade estão registrados na Tabela II.

II.2.3 - Densidade aparente (solta)

O pó foi colocado no funil de Hall, de orifício 2,5 mm de diâmetro, com um volume mínimo de 35 cm³.

Deixou-se o pó escoar livremente através do funil sobre o copo até o preenchimento completo do mesmo. Girou-se o funil na posição de 90°, de maneira que o pó não caiu mais sobre o copo. Nivelou-se o pó sobre o copo com uma espátula e pesou-se em gramas⁽⁴⁰⁾. Os valores estão apresentados na Tabela II.

$$\rho_a = \text{massa/volume} \quad (20)$$

O volume do copo é conhecido, igual a 25,0 cm³.

	Tipo de Pó		
	A	B	C
Densidade aparente (g/cm ³)	3,80	3,94	3,73
Escoabilidade (seg/50g)	20,44	não escoou	15,90

Tabela II - Caracterização dos pós de Monel

II.2.4 - Fluorescência de Raios-X

Esta análise foi realizada nos três tipos de pós e nos dá em porcentagem (%) a constituição química de cada pó, pela técnica de análise química instrumental (Fluorescência de Raio-X).

O resultado está apresentado na Tabela III.

Elemento químico	Tipo de Pó		
	A (%)	B (%)	C (%)
Ti	0,21	0,14	0,16
Mo	0,05	0,01	0,04
Mn	0,09	0,08	0,12
Cr	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Co	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Fe	0,28	0,98	0,32
Si	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Al	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Cu	29,50	30,00	31,40
Ni	69,83	68,75	67,92

Tabela III - Composição dos pós de Monel - análise de Fluorescência de Raios-X

II.3 - Obtenção do Filtro

Adicionou-se aos pós aglomerante (etileno glicol) na proporção de 1% em massa.

Fez-se a conformação dos pós por gravidade em cadinho de grafita, e com pressão de compactação de 200, 300 e 400 MPa (2, 3 e 4 ton/cm²). Usou-se prensa uniaxial. Determinou-se as densidades geométricas a verde.

Sinterizou-se em atmosfera redutora de hidrogênio (H₂) a temperatura de 1050°C, durante 1 hora em forno contínuo, com taxa de aquecimento de 5°C/s, em forno apresentado na Figura 14.

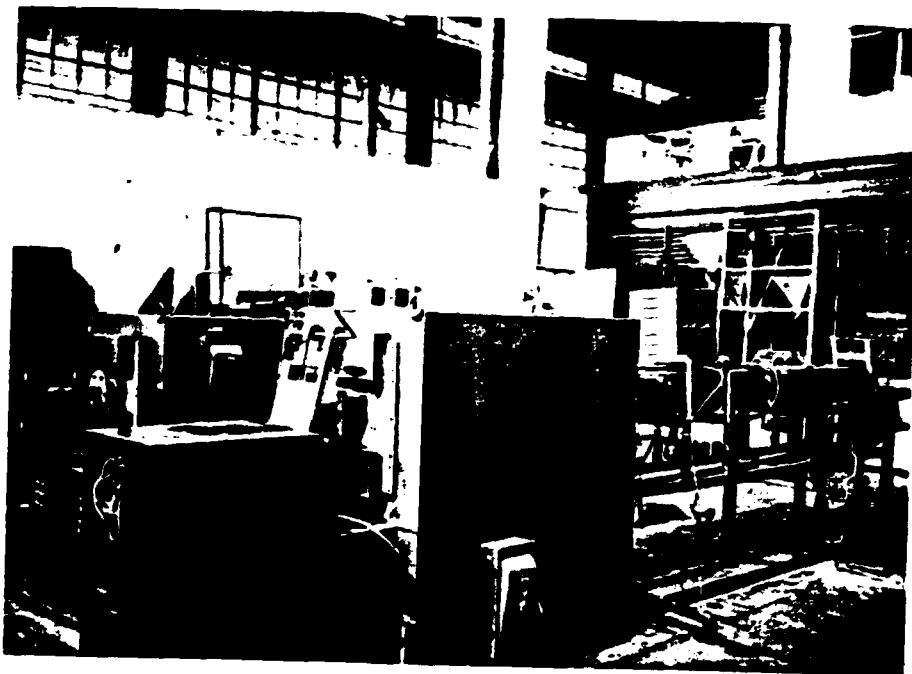


Figura 14 - Forno contínuo à hidrogênio para sinterização.

As dimensões dos filtros são de 40,0 mm de diâmetro e cerca de 4,0 mm de espessura; a variação dimensional durante a sinterização foi mínima (ver discussão).

II.4 - Caracterização de Filtro - Ensaio não destrutivo

II.4.1 - Densidade geométrica do sinterizado (ρ_s)

Após a sinterização foram determinadas as densidades geométricas do sinterizado (ρ_s)⁽⁴¹⁾.

Cada corpo de prova foi pesado em balança analítica e as medidas geométricas foram obtidas com o uso de paquímetro e micrômetro. O resultado final foi obtido

através da média aritmética de três amostras de cada tipo de pó na mesma conformação.

$$\rho_s = m/V \quad (21)$$

onde:

m massa da amostra sinterizada (g)

V volume da amostra sinterizada (cm³)

II.4.2 - Densidade hidrostática (ρ_h)⁽⁴²⁾

Cada amostra foi pesada a seco após secagem em estufa. As amostras foram colocadas em um becker com água, coberto com um vidro relógio e levados a uma chapa elétrica durante duas horas em ebulição. Na temperatura ambiente, anotou-se a temperatura da água no recipiente e iniciou-se a pesagem, agora com a amostra em um suporte imerso em água à mesma temperatura da água resfriada do becker.

Usou-se água como fluido de medição, devido ao interesse em não contaminar a amostra para permitir um aproveitamento posterior desta. Acredita-se que uma baixa viscosidade não implica numa alteração significativa dos resultados. Os resultados finais foram obtidos através da média aritmética de três amostras de cada tipo de pó na mesma conformação.

$$\rho_h = [(m_s - m_i)/m_s] \cdot \rho_{H_2O} \quad (22)$$

onde:

$$\rho_{H_2O} = 0.997 \text{ g/cm}^3 \text{ à } 24 \text{ }^\circ\text{C}$$

m_s pesagem a seco

m_i pesagem imerso

II.4.3 - Cálculos da porosidade

II.4.3.1 - Fração volumétrica total da porosidade (ϵ)⁽⁴³⁾

A fração volumétrica total da porosidade (ϵ) foi determinada segundo a equação abaixo:

$$\epsilon = 1 - (\rho_s / \rho_t) \quad (1)$$

onde:

ρ_t densidade teórica (g/cm^3), sendo que para o monel o valor foi obtido através da Regra das Misturas⁽⁴⁴⁾:

$$\rho_{t(\text{monel})} = (\rho_{t(\text{Cu})})(\rho_{t(\text{Ni})}) / (\% \text{Cu} \rho_{t(\text{Ni})} + \% \text{Ni} \rho_{t(\text{Cu})}) \quad (23)$$

Substituindo os valores⁽⁴⁵⁾

$$\rho_{t(\text{monel})} = (8.92)(8.90) / [(0.30)(8.90) + (0.70)(8.92)]$$

logo:

$$\rho_{t(\text{monel})} = 8.906 \text{ g/cm}^3$$

II.4.3.2 - Fração volumétrica de porosidade interconectada (ϵ_i)⁽⁴⁶⁾

A fração volumétrica de porosidade interconectada foi determinada, através de:

$$\epsilon_i = (\epsilon)(F_i) \quad (2)$$

$$F_i = [(\rho_h - \rho_s) / (\rho_t - \rho_s)] (\rho_t / \rho_h) \quad (3)$$

onde:

F_1 fração da porosidade total que é interconectada.

II.4.4 - Permeabilidade⁽⁴⁷⁾

Está associada à passagem de um fluido com uma viscosidade conhecida, através de uma área e espessura unitárias de uma camada porosa.

A permeabilidade de um material metálico poroso foi determinada segundo a norma ISO 4022. A queda de pressão e a vazão são medidas quando o fluido teste de viscosidade e densidade conhecidas é passado através da amostra. O desenho esquemático está ilustrado na Figura 15.

As permeabilidade das várias amostras foram determinadas com fluxo de ar comprimido. Ao se usar o ar, cuja densidade é uma função da pressão, é comum usar a lei de Ergun⁽¹⁴⁾

$$\Delta P = (Qe)/A [(\mu/\alpha) + (\rho Q)/(\beta A)] \quad (9)$$

onde:

$$\Delta P = P_1 - P_2;$$

Q vazão do gás [m^3/s];

P_1 pressão de entrada [N/m^2];

P_2 pressão de saída [N/m^2];

e espessura do filtro [m];

ρ densidade do gás [kg/m^3];

μ viscosidade do gás [$kg/m.s$];

- α coeficiente de permeabilidade do fluxo viscoso [m^2];
- β coeficiente de resistência inercial [m];
- A área de secção transversal do filtro [m]

O resultado final foi obtido através da média aritmética de três amostras de cada tipo de pó na mesma conformação.

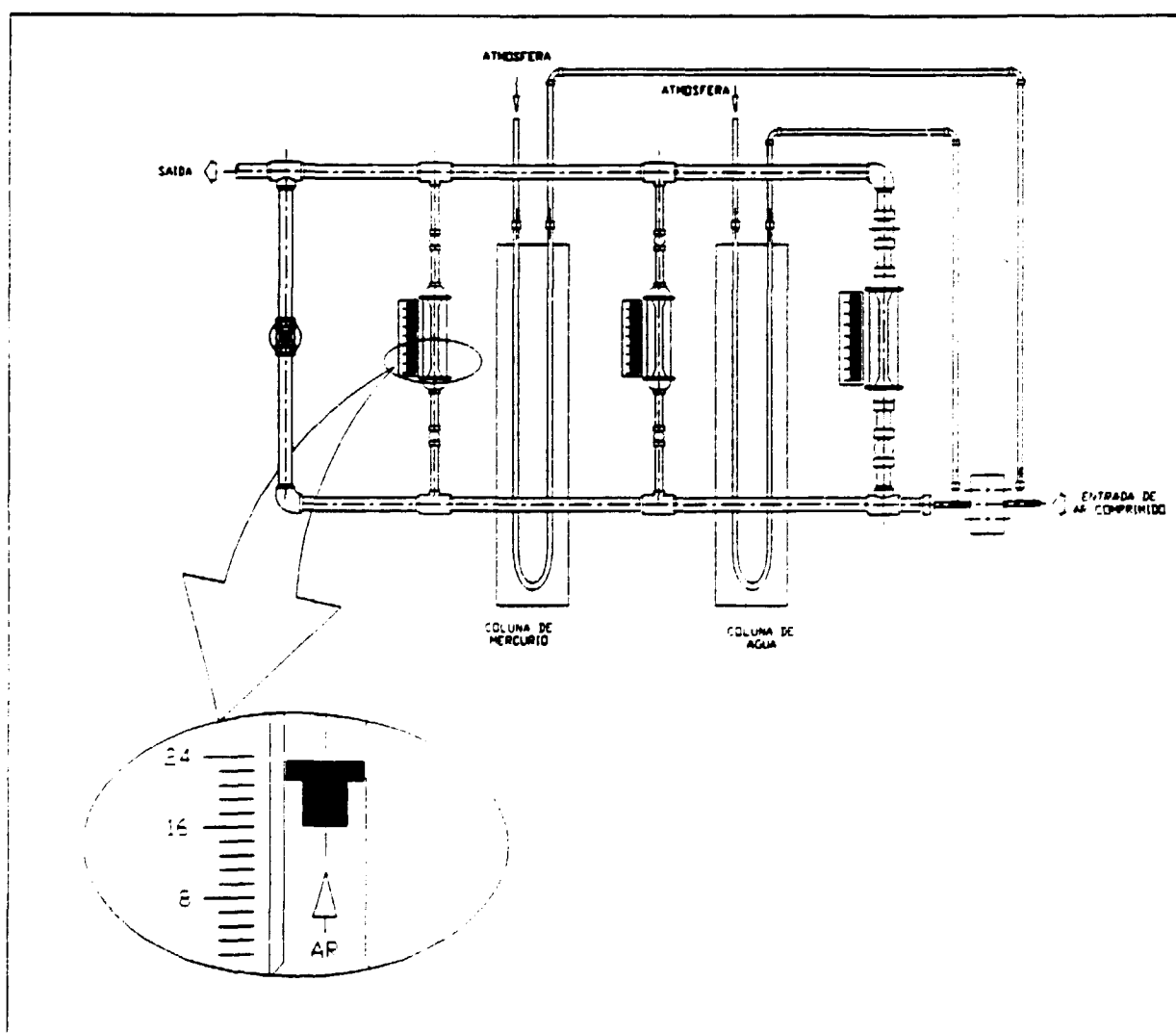


Figura 15 - Desenho esquemático do aparelho construído para determinação de perdas de cargas, através dos sinterizados, de um fluxo de ar, para diversas vazões.

II.4.5 - Teste de bolha- ISO 4003 - Bubble test^(3,48)

Um dos métodos muito usados na obtenção de dados quanto a retenção de partículas é pela determinação do tamanho máximo do poro.

A amostra a ser testada é impregnada com um líquido e colocada sob uma coluna de líquido (água). Ar comprimido é introduzido na parte inferior da amostra, aumentando gradualmente a pressão. A pressão na qual se forma a primeira bolha na superfície da amostra é a medida do tamanho máximo de poro de acordo com a equação:

$$d = (4\gamma) / P \quad (24)$$

onde:

d diâmetro máximo do poro [m];

γ tensão superficial do líquido em teste = 0.0734 N/m à 25 °C;

P diferença de pressão perpendicular a amostra [Pascal].

$$P = P_g - P_1 \quad (25)$$

onde:

P_g pressão do fluido;

P_1 $9,81(\rho h)$;

ρ densidade do líquido = 996.95 Kg/m³ à 25 °C;

h distância entre a superfície da amostra e o nível do líquido.

O teste de bolha dá valores do tamanho máximo de poro; o desenho esquemático do aparelho utilizado está ilustrado na Figura 16. O resultado final foi obtido

através da média aritmética de três amostras de cada tipo de pó na mesma conformação.

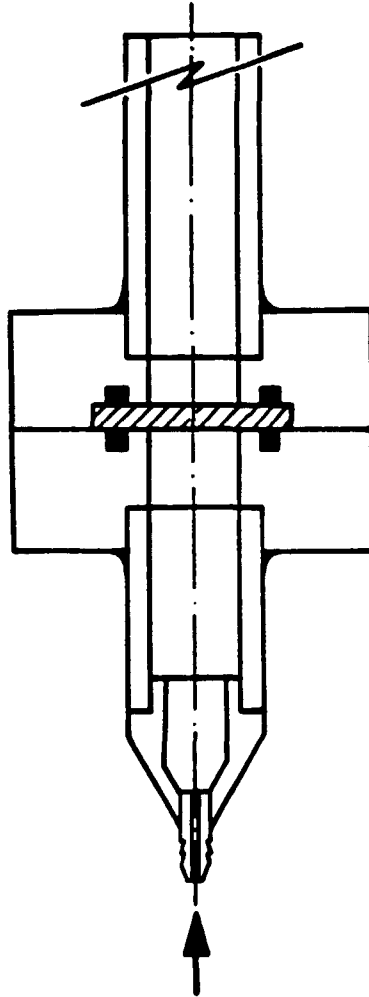


Figura 16 - Desenho esquemático do aparelho construído para determinar o tamanho máximo do poro, através da injeção de ar no meio poroso o qual deverá estar imerso num fluido líquido.

II. 5. Caracterização de Filtros - Metalografia

II.5.1. Preparação metalografica

As amostras foram cortadas numa cortadora ISOMET, modelo Buehler com disco de diamante, tendo como fluido de corte, álcool.

A preparação metalográfica das amostras metalográficas seguiu a metodologia convencional destinada a materiais porosos, isto é, impregnação a vácuo com resina a frio para o preenchimento da porosidade. Em seguida as amostras foram lixadas em papéis abrasivos de SiC (120, 180, 320, 400 e 600 μ m), tomando-se o cuidado para preservar uma única direção em cada lixa; e posterior polimento mecânico em pasta de diâmanete (6, 3 e 1 μ m).

Para a revelação da microestrutura, utilizou-se um reagente de ataque metalográfico com a seguinte composição⁽⁴⁹⁾, nital 50% :

Ácido nítrico (P.A.)	5 ml
Água destilada	5 ml
e	
Tempo de ataque	3 a 5 minutos

II.5.2 - Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura

As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura antes e após ataques químicos.

Para a observação microscópica, utilizou-se um microscópio óptico marca LEITZ, modelo Metalloplan e um microscópio eletrônico de varredura marca JEOL modelo JXA - 6400 e 30 KW. Com o auxílio desses microscópios, observou-se a morfologia dos pós e a microestrutura do filtro.

II. 5.3 - Área de Superfície de Porosidade por unidade de Volume (S_v)^(50,51)

A quantificação da microestrutura foi realizada através de um equipamento com analisador de imagem marca CARLS ZEISS, modelo Quantimet Q 520. As medidas de

metalografia quantitativas foram feitas em superfícies polidas metalograficamente e a partir delas foram obtidas relações que caracterizam tridimensionalmente a microestrutura. S_v é uma das medidas de metalografia quantitativa, definida como a área da superfície (S) de parâmetros da microestrutura contida num volume (V). No caso da porosidade a sua determinação foi obtida indiretamente, isto é, a partir das medidas dos pontos de intersecção de porosidade por unidade de comprimento com a linha teste (P_L) obtidas diretamente no Quantimet. Chega-se a S_v pela equação:

$$S_v = (2P_L) \quad (26)$$

II. 5.4 - Fração Volumétrica da Porosidade(ϵ_0)

A fração volumétrica total da porosidade também foi obtida através do analisador de imagens CARLS ZEISS, modelo Quantimet Q 520, medidas em uma única amostra com 50 campos.

III - RESULTADOS

Nas Tabelas IV, V, VI e VII estão os resultados experimentais desse trabalho.

Na Tabela IV são apresentados os resultados de densidades geométricas a verde (ρ_v), densidades geométricas do sinterizado (ρ_s) e densidades hidrostáticas do sinterizado (ρ_h).

Pó	Variação de Pressão [MPa]	ρ_v [g/cm ³]	ρ_s [g/cm ³]	ρ_h [g/cm ³]
A	zero	4.15 ± 0.03	4.4 ± 0.1	8.3 ± 0.1
	200	6.04 ± 0.03	6.04 ± 0.03	8.52 ± 0.02
	300	6.56 ± 0.02	6.43 ± 0.02	8.49 ± 0.02
	400	6.57 ± 0.07	6.59 ± 0.07	8.33 ± 0.05
B	zero	4.3 ± 0.2	4.4 ± 0.3	8.6 ± 0.2
	200	6.17 ± 0.03	6.24 ± 0.03	8.70 ± 0.03
	300	6.63 ± 0.04	6.60 ± 0.04	8.67 ± 0.04
	400	6.74 ± 0.03	6.82 ± 0.03	8.60 ± 0.03
C	zero	4.2 ± 0.1	4.5 ± 0.1	8.6 ± 0.1
	200	6.63 ± 0.01	6.3 ± 0.1	8.42 ± 0.02
	300	6.66 ± 0.01	6.74 ± 0.01	8.43 ± 0.01
	400	6.82 ± 0.05	6.85 ± 0.03	8.46 ± 0.04

Tabela IV- Tipos de pós com suas respectivas pressões de compactação, densidade a verde, densidade de sinterização e densidade hidrostática.

Na Tabela V são apresentadas as frações volumétricas totais de porosidade determinadas a partir das densidades geométricas dos sinterizados pela equação 1 e pelo analisador de imagem.

Pó	Variação de Pressão [MPa]	ϵ	ϵ "Quantimet"
A	zero	0.51 ± 0.01	0.58 ± 0.06
	200	0.30 ± 0.01	0.34 ± 0.03
	300	0.27 ± 0.02	0.24 ± 0.03
	400	0.26 ± 0.01	0.25 ± 0.01
B	zero	0.50 ± 0.03	0.52 ± 0.03
	200	0.28 ± 0.01	0.25 ± 0.02
	300	0.26 ± 0.01	0.23 ± 0.02
	400	0.23 ± 0.01	0.20 ± 0.02
C	zero	0.49 ± 0.02	0.53 ± 0.02
	200	0.28 ± 0.01	0.26 ± 0.04
	300	0.24 ± 0.02	0.23 ± 0.01
	400	0.23 ± 0.02	0.22 ± 0.01

Tabela V - Tipos de pós com suas respectivas pressões de compactação, fração volumétrica total da porosidade e fração volumétrica total da porosidade pelo analisador de imagem.

A fração volumétrica total da porosidade (ϵ) obtida através da equação: $\epsilon = 1 - (\rho_s/\rho_t)$ é aproximadamente igual a obtida pelo analisador de imagem conforme Tabela V, reforçando a veracidade dos dados obtidos geometricamente.

Na Tabela VI são apresentadas as frações volumétricas das porosidades interconectadas do sinterizado (ϵ_i), determinados pelas equações 2 e 3 e a área de superfície de porosidade por unidade de volume, determinada por metalografia quantitativa (S_v).

Pó	Varição de Pressão [MPa]	ϵ_1	S_v [$10^4 m^{-1}$]
A	zero	0.48 ± 0.02	16.93 ± 0.13
	200	0.26 ± 0.01	13.50 ± 0.02
	300	0.23 ± 0.02	9.96 ± 0.02
	400	0.22 ± 0.01	8.70 ± 0.05
B	zero	0.47 ± 0.01	33.95 ± 0.12
	200	0.25 ± 0.01	22.60 ± 0.03
	300	0.23 ± 0.01	22.03 ± 0.04
	400	0.19 ± 0.01	21.22 ± 0.03
C	zero	0.47 ± 0.02	38.14 ± 0.12
	200	0.24 ± 0.03	32.44 ± 0.02
	300	0.20 ± 0.01	30.93 ± 0.04
	400	0.18 ± 0.02	28.89 ± 0.04

Tabela VI - Tipos de pós com suas respectivas pressões de compactação, fração volumétrica da porosidade interconectada e área de superfície da porosidade por unidade de volume.

Na Tabela VII são apresentadas os valores dos coeficientes de permeabilidade (α e β) determinadas pelas equação 9 e do tamanho máximo de poro (D_{max}) através do teste de bolha utilizando as equações 24 e 25.

A figura 17 apresenta os dados experimentais de medidas de vazão (Q) em função da variação de pressão do ar (ΔP), para diferentes pós e pressões de compactação.

Os valores das constantes utilizadas na equação 9 são: densidade do ar (ρ) = 1.29 kg/m^3 , viscosidade do ar (μ) = $1.71 \times 10^{-5} \text{ kg/ms}$ a 0°C .

Utilizou-se água para determinação do D_{max} , cujo valor da tensão superficial é 0.0734 N/m .

Pó	Variação de Pressão [MPa]	α [10^{-13}m^2]	β [10^{-8}m]	D_{max} [μm]
A	zero	102 \pm 0.7	318 \pm 0.7	*180
	200	37.2 \pm 0.5	22.3 \pm 0.4	57.5 \pm 0.3
	300	28.1 \pm 0.3	16.8 \pm 0.5	47.5 \pm 0.4
	400	9.99 \pm 0.8	9.8 \pm 0.6	31.01 \pm 0.3
B	zero	20.0 \pm 0.1	63.5 \pm 0.2	27.5 \pm 0.5
	200	4.2 \pm 0.2	13.8 \pm 0.2	26.0 \pm 0.2
	300	3.5 \pm 0.3	12.4 \pm 0.5	21.85 \pm 0.08
	400	1.93 \pm 0.01	6.22 \pm 0.01	13.94 \pm 0.03
C	zero	18.6 \pm 0.1	56.4 \pm 0.2	25.0 \pm 0.3
	200	2.57 \pm 0.03	9.17 \pm 0.03	23.3 \pm 0.2
	300	1.59 \pm 0.02	5.2 \pm 0.3	18.9 \pm 0.2
	400	1.06 \pm 0.03	3.36 \pm 0.03	12.40 \pm 0.04

Tabela VII - Tipos de pós com suas respectivas pressões de compactação, coeficiente de permeabilidade viscoso, coeficiente de resistência inercial e diâmetro máximo do poro.

As figuras 18, 19 e 20 apresentam as microestruturas dos filtros obtidos nos pós A, B e C em diferentes pressões de compactação.

A figura 21 apresenta o diagrama de fases da liga (monel) Níquel-Cobre.

A figura 22 apresenta a microestrutura da liga de monel com ataque.

* - o pó A com ausência de conformação não foi possível ter um resultado confiável devido ao seu alto valor de diâmetro máximo de poro, por este motivo esse resultado foi aproximado.

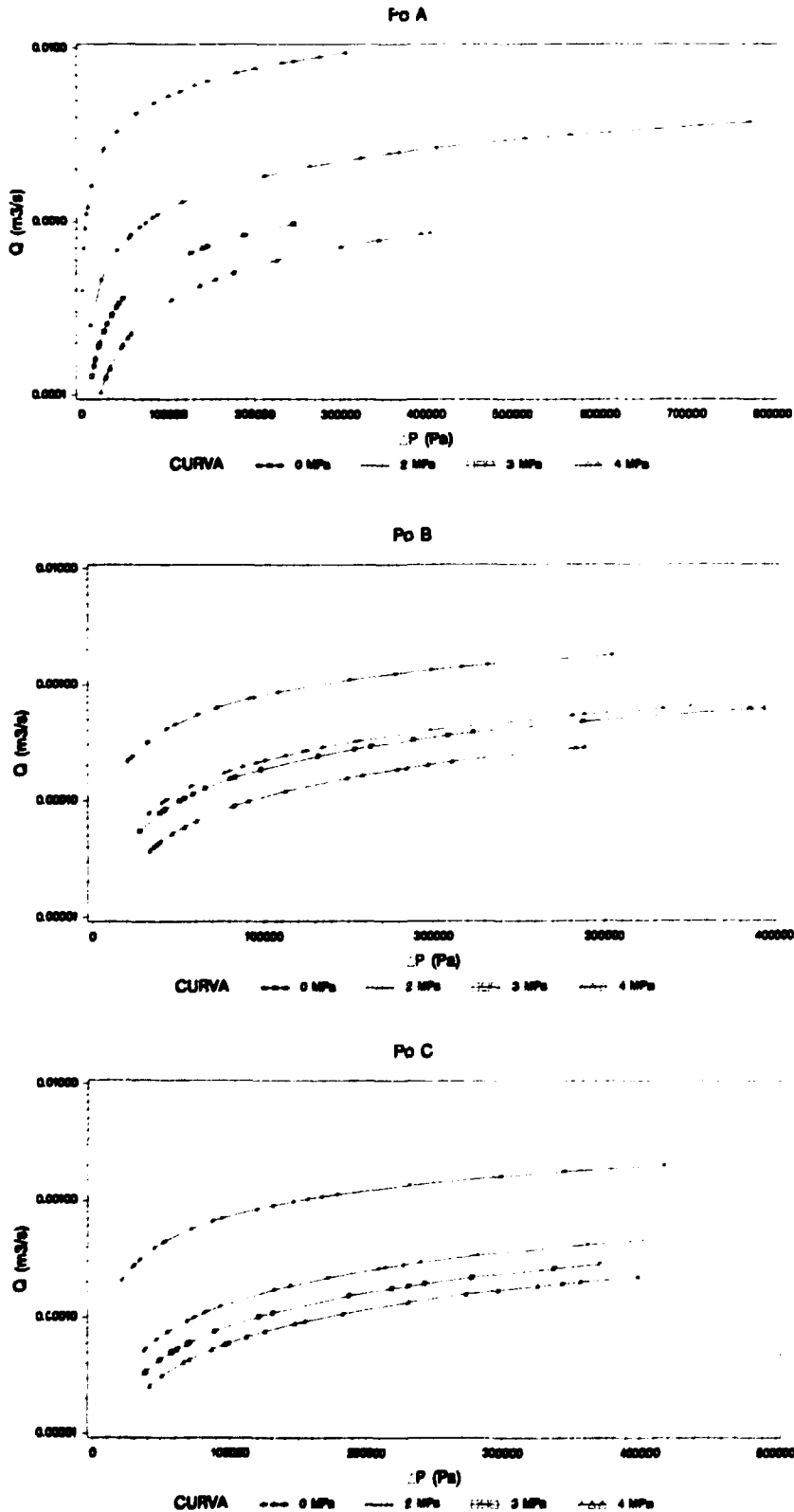
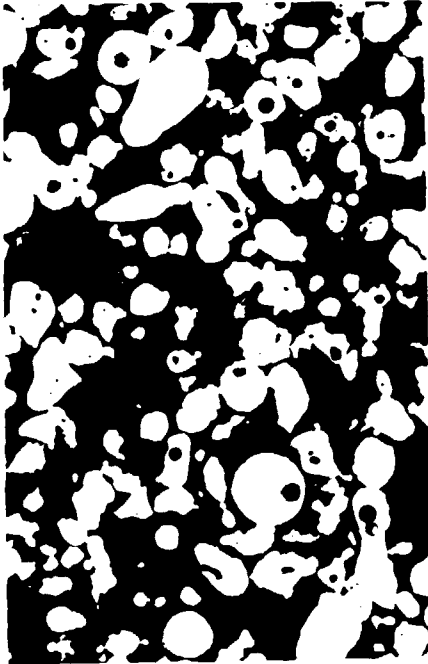
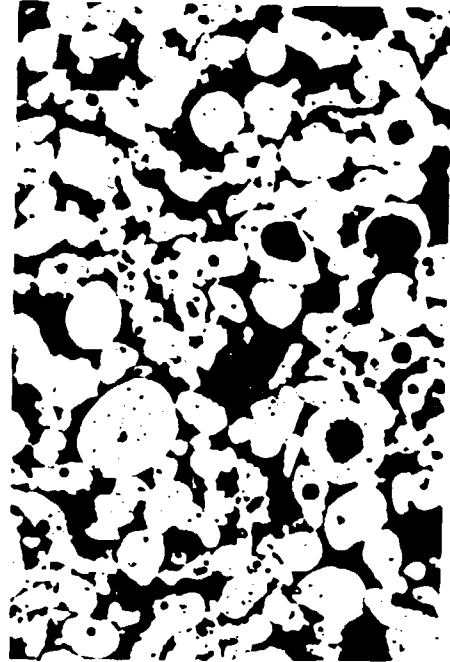


Figura 17 - Dados experimentais de medidas de vazão (Q) em função da variação de pressão do ar (ΔP), para diferentes pós e pressões de compactação.



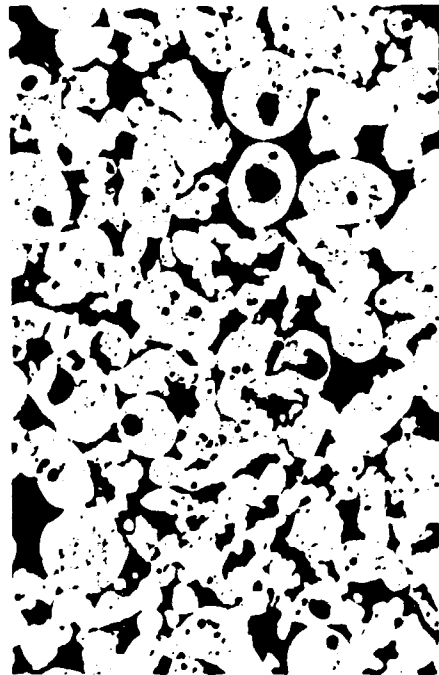
a) sem compactação
Aumento: 50X



b) 200 MPa
Aumento: 50X

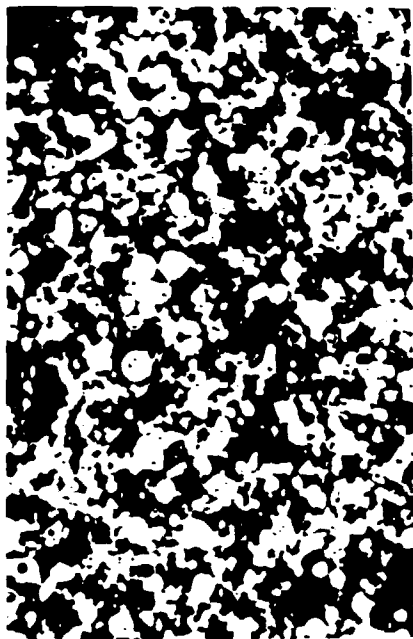


c) 300 MPa
Aumento: 50X

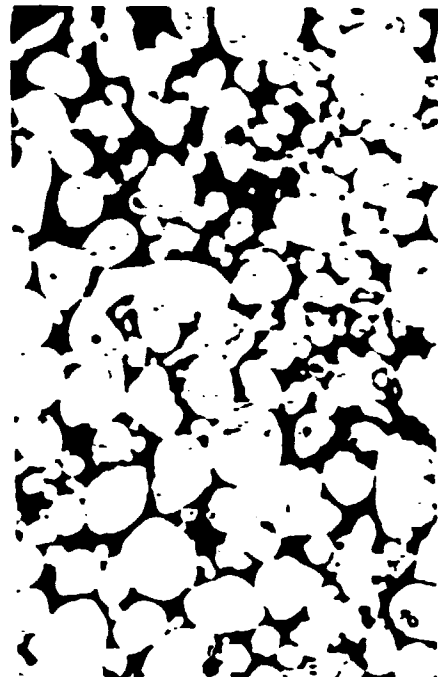


d) 400 MPa
Aumento: 50X

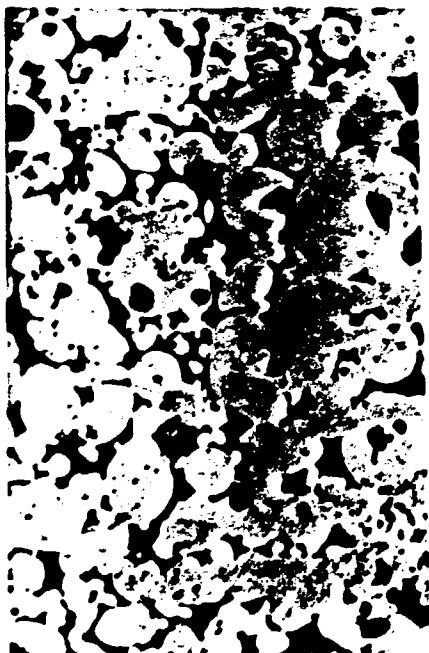
Figura 18 - Micrografia ótica da liga de monel do pó A com diferentes pressões de compactação.



a) sem compactação
Aumento: 50X



b) 200 MPa
Aumento: 200X

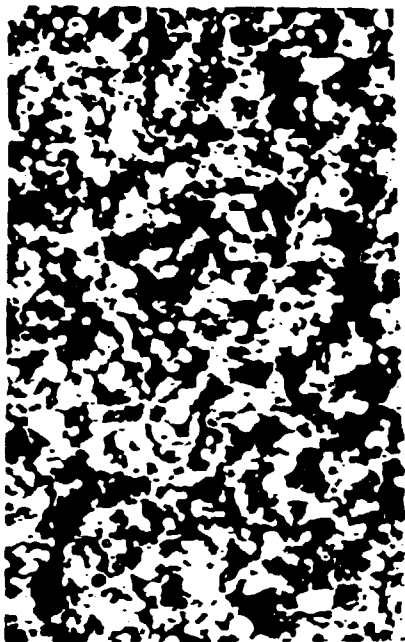


c) 300 MPa
Aumento: 200X

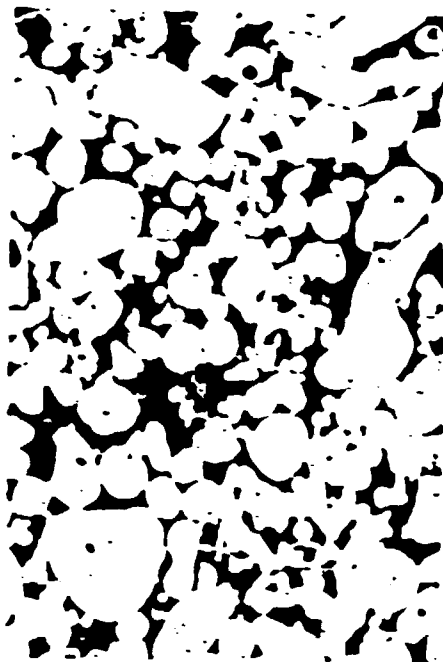


d) 400 MPa
Aumento: 200X

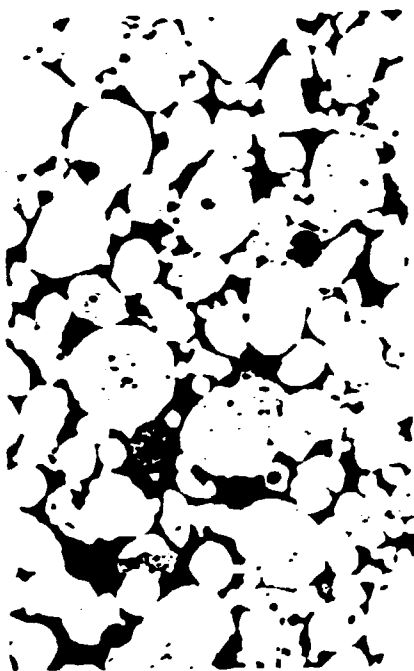
Figura 19 - Micrografia ótica da liga de monel do pó B com diferentes pressões de compactação.



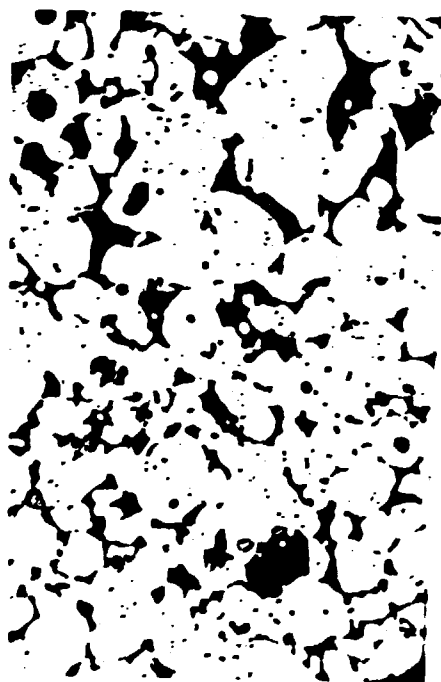
a) sem compactação
Aumento: 50X



b) 200 MPa
Aumento: 200X



c) 300 MPa
Aumento: 200X



d) 400 MPa
Aumento: 200X

Figura 20 - Micrografia ótica da liga de monel do pó C com diferentes pressões de compactação.

A liga de monel é uma liga monofásica⁽⁵¹⁾ com estrutura CFC conforme mostrado no diagrama de fases da Figura 21.

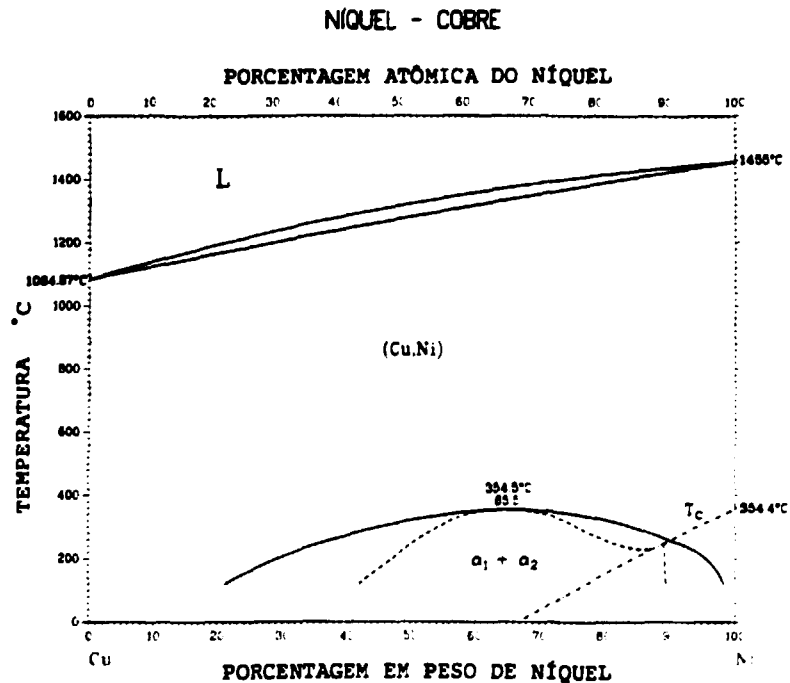


Figura 21 - Diagrama de fases de Níquel-Cobre⁽⁵¹⁾.

A Figura 22 apresenta a microestrutura da liga de monel onde pode ser visto maclas de recozimento. Estas maclas ocorrem frequentemente em metais ou ligas de estrutura CFC e baixa energia de defeitos de empilhamento⁽⁵²⁾.

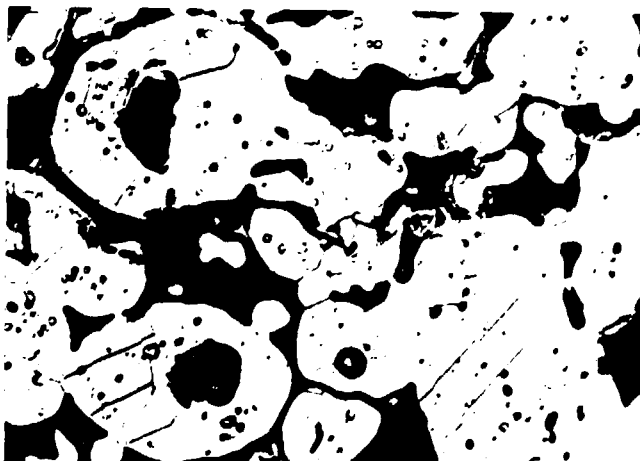


Figura 22 - Micrografia da microestrutura da liga de monel, com ataque⁽⁵²⁾.

Aumento: 500X

IV - DISCUSSÃO

IV.1 - FABRICAÇÃO

IV.1.1 - PÓ

Os pós do tipo A e B deveriam apresentar uma forma irregular, pois estes foram obtidos pelo processo de atomização a água. Apenas o pó tipo A apresenta esta característica, pois os pós tipo B e tipo C apresentam a forma mais arredondada, conforme Figuras 13a, 13b e 13c. Os pós B e C apesar de terem sido obtidos pelo processo de atomização com fluidos diferentes, apresentam o mesmo formato de partícula, arredondada. Este fato mostra que apesar do fluido exercer forte influência no formato de partículas, outros fatores também contribuem para a determinação da forma⁽²⁵⁾.

IV.1.2 - CONFORMAÇÃO

O pó atomizado a ar forneceu uma melhor resistência a verde que os atomizados a água, provavelmente devido a menor camada de óxido envolta nestas partículas. O critério de avaliação da resistência a verde neste trabalho se fez através da facilidade de manuseio da amostra, sem danificá-la.

Para todos os pós, foi necessário o uso de aglomerantes para obtenção de uma boa manuseabilidade a verde ao se utilizar baixas pressões de compactação.

Mesmo com o uso de aglomerantes não foi possível o manuseio do compactado com 100 MPa.

A influência da compressão na obtenção de filtros se mostrou principalmente sob a relação compressão-densidade. Com baixa pressão, a deformação plástica é relativamente pouco importante e o movimento

das partículas domina o processo de densificação.

A Tabela IV onde constam as faixas granulométricas e as densidades a verde e a de sinterização, mostra que a densidade depende do tamanho de partículas e da pressão de compactação. O aumento da pressão de compactação densifica o material, sendo grande a diferença entre os valores obtidos com pressão e sem pressão de compactação.

À partir dos dados obtidos, foram levantadas as curvas de compressibilidade dos três tipos de pó, visando obter os esforços necessários para controle de sua porosidade, conforme Figura 23a.

As porosidades, para as mesmas condições, são aproximadamente iguais para os pós B e C que tem distribuições granulométricas próximas, sendo ligeiramente maior para o pó A, que é mais grosseiro.

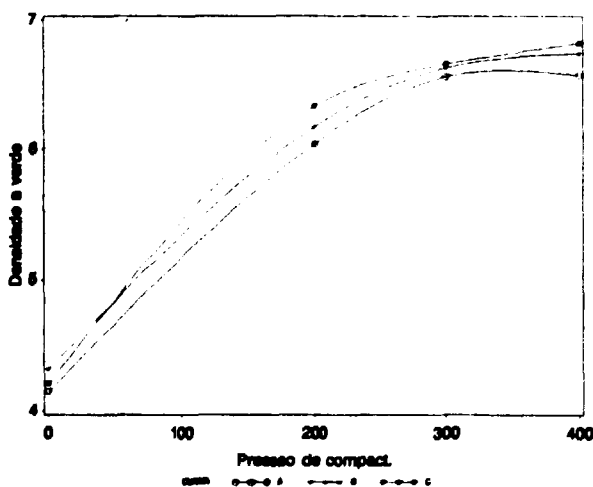


Figura - 23.a

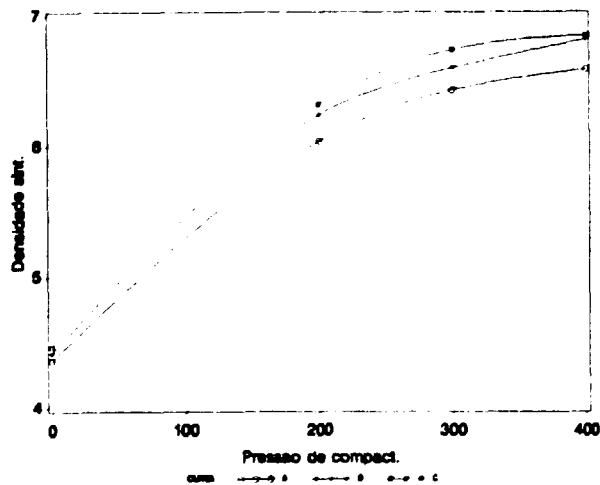


Figura - 23.b

Figura 23a - Densidade a verde em função da pressão de compactação.

Figura 23b - Densidade do sinterizado em função da pressão de compactação.

Pelas micrografias das Figuras 17, 18 e 19 de a a d

constata-se que nas amostras sem pressão de compactação a porosidade é maior que nas amostras com pressão de compactação. Assim, verifica-se que nas pressões utilizadas há uma densificação contínua no material com o aumento da pressão de compactação.

IV.1.3 - Sinterização

As densidades dos sinterizados conforme Tabela V, são baixas comparadas com a densidade teórica ($8,906 \text{ g/cm}^3$), sendo que essa condição se faz necessária em materiais porosos. A atmosfera de sinterização deve ser controlada. Normalmente ela é redutora usando atmosfera de H_2 , NH_3 dissociada ou vácuo. No caso de pós com alto nível de oxidação superficial faz-se necessário o uso de uma atmosfera redutora para poder eliminar a camada de óxido envolta nas partículas. Neste trabalho usou-se H_2 na eliminação da camada de óxido. A eliminação do óxido pode inclusive ativar a sinterização pela criação de superfícies limpas recém reduzidas.

Verificou-se que os filtros conservam a geometria e a dimensão após a sinterização, isto é, não há uma retração considerável e nem dilatação do material. Na Tabela V e nas Figuras 23a e 23b também é possível constatar esta observação.

As áreas de pescoço cresceram de tal forma que ainda se reconhece as partículas individualmente, resultando um esqueleto poroso. Podemos considerar o sinterizado neste estágio (inicial), como sendo formado por duas fases contínuas; o material e a rede interligada de poros. No crescimento de pescoço há transporte de massa no material sinterizado, o que não implica em decréscimo da quantidade de porosidade. O fato de não haver variação dimensional mostra que apenas os mecanismos de difusão superficial e evaporação condensação devem ter atuado, com maior probabilidade

para o primeiro deles.

O estágio inicial de sinterização foi alcançado; o que é de grande importância em materiais porosos. Este estágio ocorreu devido a união dos pós e a formação de pescoço no aquecimento provocando a difusão de átomos e a criação do contorno de grão entre as partículas adjacentes. A formação de pescoço deu um alto grau de coesão e integridade ao material, evidenciado no aumento da resistência mecânica após uma pequena exposição do material à uma temperatura elevada. No entanto, o pó A sem pressão de compactação apresentou menor resistência mecânica, devido a menor quantidade de pescoços (Figura 17A).

A porosidade dos filtros se mostrou diretamente proporcional a granulometria e inversamente à pressão de compactação, conforme apresentado na Tabela V. Nas micrografias das Figuras 17, 18 e 19 de A a D é possível observar formação de pescoço que se mostra diretamente proporcional a pressão aplicada e inversamente a granulometria do pó. A amostra, com ausência de pressão e maior granulometria apresenta menor número de pescoços formados, isto é, maior porosidade e conseqüentemente maior fração de vazios.

As frações de (F_1) , são diferentes para as três faixas granulometrias estudadas e nas mesmas condições de pressão de compactação. No entanto, as frações volumétricas das porosidades interconectadas (c_1) são aproximadamente iguais e independentes do tamanho de partículas. A fração da porosidade total que é interconectada (F_1) , foi previamente definida na equação:

$$F_1 = (\rho_s - \rho_h) / [(\rho_t - \rho_h)(\rho_t / \rho_s)] \quad (3)$$

Valores de F_1 são traçados versus a fração volumétrica total da porosidade (c) conforme figura 24. A sinterização sem compactação fornece valores maiores

de F_1 , como era de se esperar. A compactação aumenta a porosidade fechada, mas mantém ainda um alto nível de porosidade aberta, desejável para os filtros.

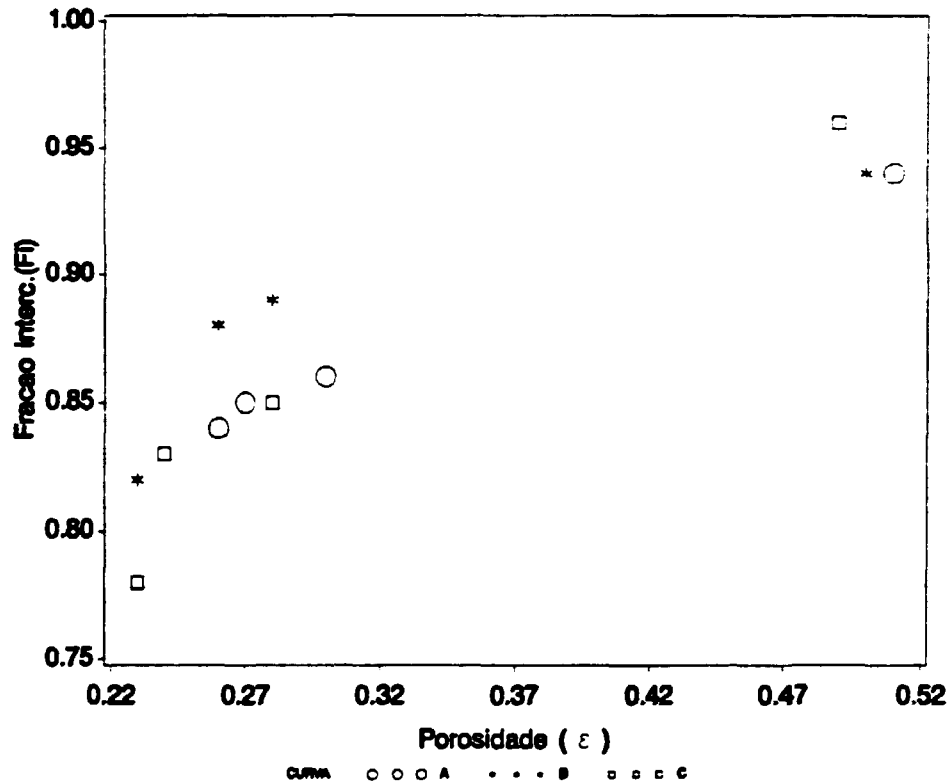


Figura 24 - Fração da porosidade total interconectada (F_1) em função da fração volumétrica total da porosidade (ϵ).

IV.2 - Permeabilidade e Capacidade de Filtragem

Observou-se que a permeabilidade está relacionada com o tamanho de partículas, isto é, quanto maior a faixa granulométrica do pó maior foi a permeabilidade (Tabela VII). A permeabilidade também tem uma relação com a pressão de conformação, sendo tanto maior quanto menor a pressão de compactação. A figura 25 apresenta as curvas de coeficiente de permeabilidade viscosa em função da pressão de compactação, onde pode ser

observado os dois fatos apresentados anteriormente. Assim, o pó A apresenta os maiores coeficientes de permeabilidade e o pó B e pó C apresentam valores menores e próximos, apesar do pó C possuir valores inferiores. Dois fatores podem contribuir para este fato: um menor tamanho médio de partículas na faixa utilizada e menor fração de porosidade total que é interconectada para o pó C.

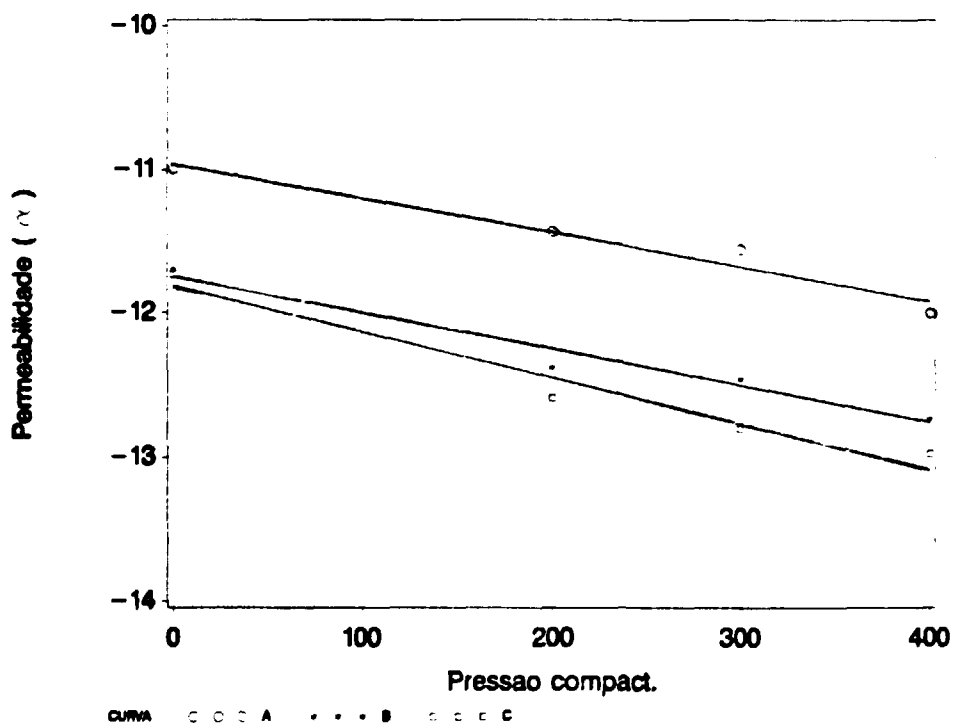


Figura 25 - Pressão de compactação em função do log do coeficiente de permeabilidade viscosa (α).

Com os dados obtidos conforme Tabelas VII e IV levantou-se as curvas de permeabilidade viscosa em função da densidade dos sinterizados. Na Figura 26 estão representados os valores onde é possível verificar que o aumento da densidade dos corpos de prova sinterizados acarreta uma diminuição do coeficiente de permeabilidade⁽⁵⁴⁾. Isto é esperado pois as estruturas

menos porosas têm menor volume de poros, e também o seu diâmetro útil para a passagem do ar é menor, provocando maior perda de carga⁽⁵⁴⁾.

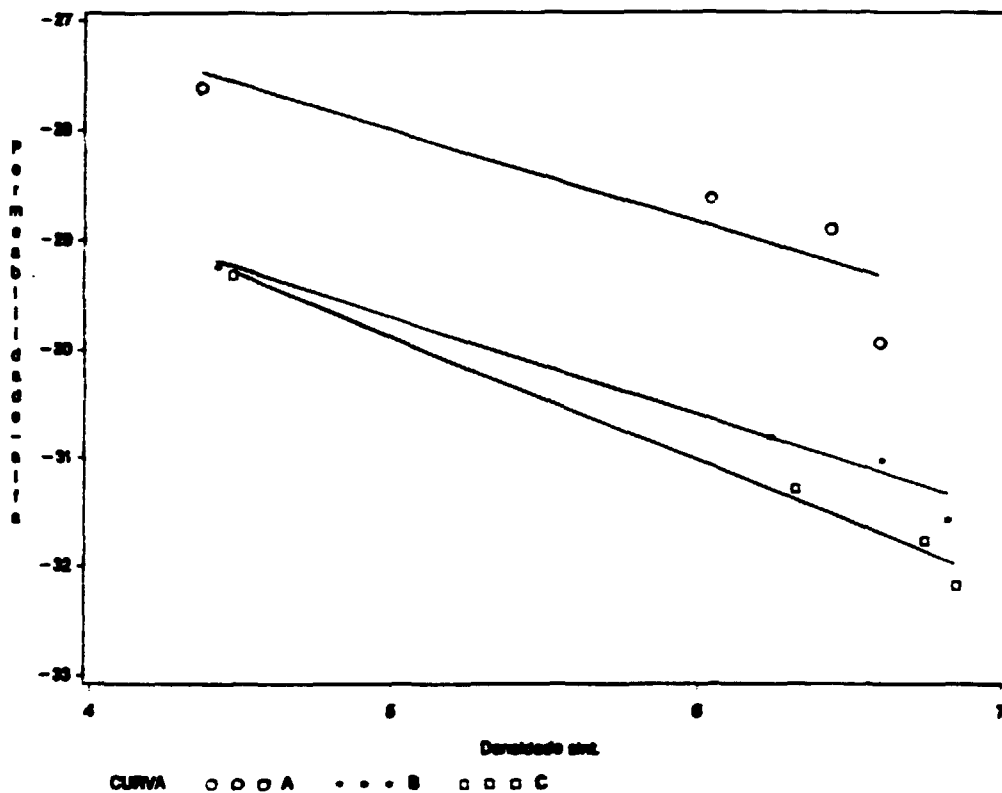


Figura 26 - Log do coeficiente de permeabilidade viscosa (α) em função da densidade de sinterização.

Existe também uma relação entre a fração volumétrica de porosidade interconectada (ϵ_1) e o coeficiente de permeabilidade (α), conforme Figura 27. Fazendo-se um ajuste de curva para os pontos da figura chegou-se as relações:

$$\alpha = 6.22 \times 10^{-11} (\epsilon_1)^{2.34} \quad (\text{PÓ A}) \quad (27)$$

$$\alpha = 1.38 \times 10^{-11} (\epsilon_1)^{2.54} \quad (\text{PÓ B}) \quad (28)$$

$$\alpha = 1.73 \times 10^{-11} (\epsilon_1)^{2.94} \quad (\text{PÓ C}) \quad (29)$$

O coeficiente de correlação para o pó A é de 0.79. Esse baixo esse valor provavelmente se deva ao resultado da amostra que apresenta maior permeabilidade, menor número de pescoços e maior fração de vazios. Os coeficientes de correlação para os pós B e C foram iguais a 0.99. Estes ajustes para os pós B e C foram ótimos; acredita-se que isso se deva aos pós com menor permeabilidade e maior número de pescoços existentes nas amostras.

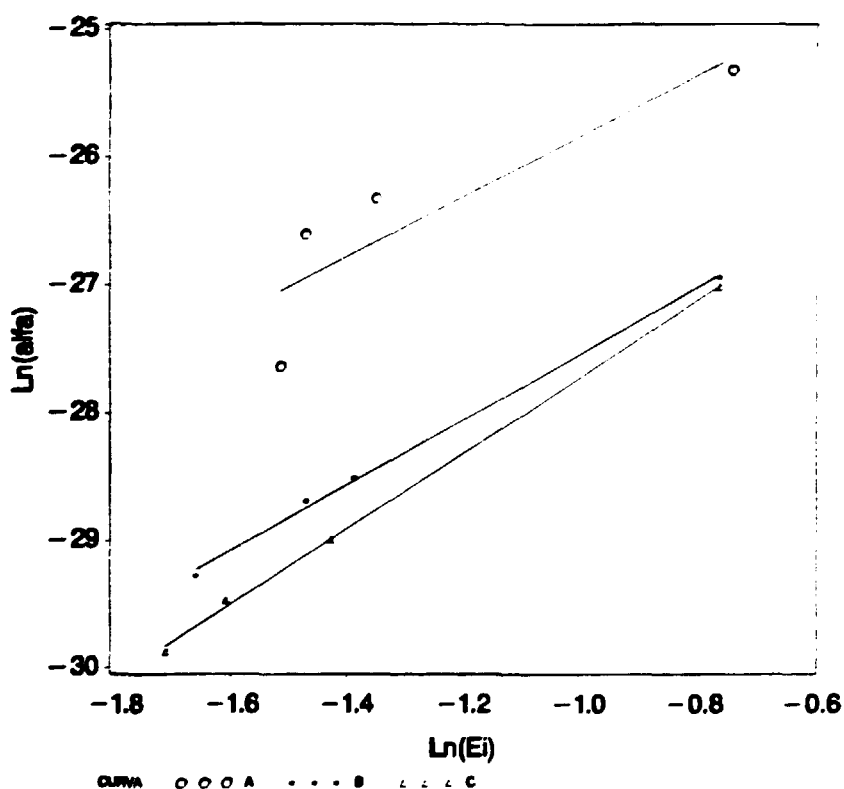


Figura 27 - Log da fração de interconectados (ϵ_1) em função do log do coeficiente de permeabilidade viscosa (α).

Para verificar a probabilidade de paralelismo entre as retas, utilizou-se o teste F (Fisher-Snedecor) entre a soma de quadrado dos resíduos dos modelos completo e

reduzido obtido pelo procedimento PROC GLM do SAS⁽⁵⁵⁾.

Modelo Completo

Modelo Reduzido

$$\alpha_A = a_A \epsilon_A^b$$

$$\alpha_A = a_A \epsilon_A^b$$

$$\alpha_B = a_B \epsilon_B^b$$

$$\alpha_B = a_B \epsilon_B^b$$

aplicando logaritmo fica:

$$\ln \alpha_A = \ln a_A + b_A \ln \epsilon_A$$

$$\ln \alpha_A = \ln a_A + b \ln \epsilon_A$$

$$\ln \alpha_B = \ln a_B + b_B \ln \epsilon_B$$

$$\ln \alpha_B = \ln a_B + b \ln \epsilon_B$$

$$H_0 \{ b_A = b_B$$

O valor de $F_{\text{experimental}}$ é obtido pela relação:

$$F_{\text{exp}} = [(SQR_r - SQR_c) / (GL_r - GL_c)] / (QMR_c) \quad (30)$$

onde:

SQR_r = soma de quadrados dos resíduos do modelo reduzido

SQR_c = soma de quadrados dos resíduos do modelo completo

GL_r = graus de liberdade do modelo reduzido

GL_c = graus de liberdade do modelo completo

QMR_c = quadrado médio dos resíduos para o modelo completo

Se o valor de $F_{\text{exp}} < F_{\text{tabelado}}$ num nível de significância conveniente "p", a hipótese H_0 não é rejeitada, isto é, não se rejeita a hipótese de igualdade dos coeficientes angulares.

Feita a comparação acima das curvas, duas a duas, verificou-se que a hipótese de igualdade dos coeficientes angulares das três retas não é rejeitada,

conforme os dados abaixo:

$$\text{Pós A e B} \quad F_{\text{exp}}(1,4) = 0.03$$

$$\text{Pós A e C} \quad F_{\text{exp}}(1,4) = 0.57$$

$$\text{Pós B e C} \quad F_{\text{exp}}(1,4) = 0.14$$

sendo o valor de $F_{\text{tabelado}}(1,4)$ para o nível de significância de 5% igual a 7.71, tem-se para todos os testes $F_{\text{exp}} < F_{0.05}(1,4)$. Portanto, considera-se que as três retas podem ser paralelas.

Considerando as três curvas paralelas, outro parâmetro deve estar influenciando para que elas não coincidam. Este parâmetro pode ser a diferença de granulometria. Assim se introduzirmos como parâmetro nesta dependência o tamanho médio da partícula (d), pode resultar uma única equação de dependência, de maneira similar ao encontrado na literatura⁽⁵⁶⁾. O parâmetro que realmente deve influenciar na permeabilidade é a porosidade interconectada ϵ_1 . Como na literatura os modelos de dependência relaciona α com tamanho médio de partículas (d) e porosidade total (ϵ), usamos estes parâmetros para efeito de comparação⁽⁵⁶⁾.

Usando dados de amostras de filtros de aço inoxidável 316L Smith e Marth obtiveram a seguinte relação empírica entre α , d e ϵ :

$$\alpha = 4,8 \times 10^{-13} (d^{1,3}) (\epsilon^{4,8}) \quad (31)$$

com 0.995 de coeficiente de correlação.

Utilizando o mesmo procedimento German⁽⁵⁶⁾ chegou ao seguinte ajuste para os seus dados experimentais:

$$\alpha = 4,6 \times 10^{-11} (d^{0,73}) (\epsilon^{6,8}) \quad (32)$$

com 0,993 de coeficiente de correlação.

Usando os dados das Tabelas V e VII, o coeficiente de permeabilidade viscoso (α) foi ajustado numa função linear da porosidade (ϵ) e do tamanho médio da partícula (d) média entre tamanhos máximo e mínimo nas faixas utilizadas, onde o ajuste obtido foi de:

$$\alpha = 1,5 \times 10^{-16} (d^{2,59}) (\epsilon^{3,13}) \quad (33)$$

onde $\alpha=[m^2]$; $d=[\mu m]$ e $\epsilon=[\text{adimensional}]$

com 0,96 de coeficiente de correlação neste trabalho.

Na figura 28 a, são colocados os valores de log de permeabilidade viscosa (α) medidos, que estão expressos na Tabela VII, em função dos valores de log de permeabilidade viscosa (α), calculados pela equação de ajuste. Nesta mesma figura também estão colocados os resultados obtidos por German⁽⁵⁶⁾. As expressões matemáticas dos modelos se mostraram adequadas na reprodução dos dados observados, pois todos os resultados estão próximos da reta que forma um ângulo de 45°.

Da mesma maneira foi feito um ajuste para o coeficiente de resistência inercial (β), em função da porosidade (ϵ) e do tamanho médio da partícula (d) nas faixas utilizadas, obtendo-se o seguinte ajuste:

$$\beta = 1.01 \times 10^{-3} (d) (\epsilon^{3,69}) \quad (34)$$

com fator de correlação de 0.94.

German⁽⁵⁶⁾ chegou ao seguinte ajuste linear para os seus dados experimentais:

$$\beta = 3.9 \times 10^{-6} (d^{0,92}) (\epsilon^{6,4}) \quad (35)$$

com fator de correlação de 0.997.

Na Figura 28 b, são colocados os valores de log do coeficiente inercial (β) medidos conforme a Tabela VII versus os valores de log do coeficiente inercial (β) calculados pela equação de ajuste. Nesta mesma Figura também estão apresentados os resultados de German⁽⁵⁷⁾. Também neste caso há uma boa concordância entre os dados experimentais e os calculados.

Essas análises matemáticas são fórmulas empíricas, mas mostram que a porosidade e o tamanho de partículas exercem uma forte influência nos coeficientes de permeabilidade viscoso e de resistência inercial.

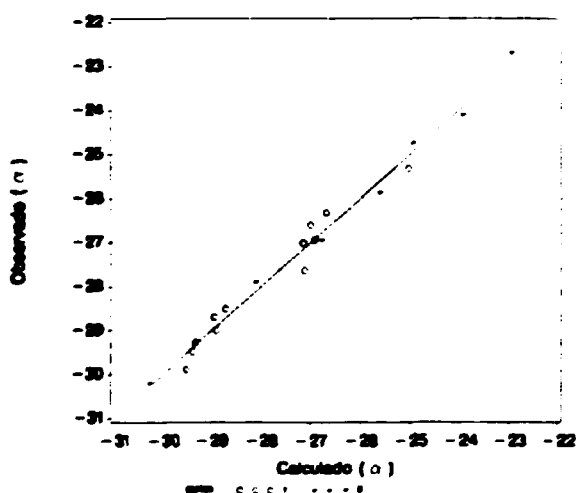


Figura - 28.a

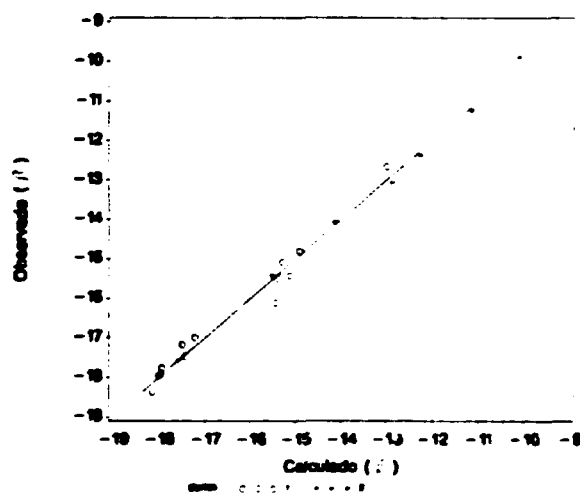


Figura - 28.b

Figura 28a - Log do coeficiente de permeabilidade viscoso (α) medido em função do log dos valores do coeficiente de permeabilidade calculado pela equação de ajuste.

Figura 28b - Log do coeficiente inercial (β) medido em função do log dos valores do coeficiente inercial (β) calculado pela equação de ajuste.

Os coeficientes de permeabilidade também foram analisados em relação a porosidade (ϵ) e área de superfície por unidade de volume (S_v), conforme mostrado no capítulo I.3.

Neste trabalho seguiu o procedimento acima citado e chegou-se a seguinte equação de dependência entre α , ϵ e S_v ⁽⁵⁷⁾

$$\alpha = 2.06(\epsilon^3/S_v^2) \quad (36)$$

onde o fator de correlação (r^2) de 0,98.

A Tabela VII apresenta os valores obtidos do (D_{max}). O tamanho máximo de poro por ser uma medida relacionada ao desempenho da filtração, espera-se uma diferença significativa em relação ao tamanho de partículas. Deve-se ressaltar que trabalhos demonstram experimentalmente que o diâmetro médio do poro determinado pela porosimetria de mercúrio são próximos ao obtido pela técnica do forçamento através de uma bolha ⁽⁵⁸⁾. Neste trabalho não pode ser verificado esta afirmação devido o monel ser uma liga que possui aproximadamente 30% Cu e com o Hg forma-se amalgama; tornando-se impossível esta constatação.

Nas mesmas condições de pressão e compactação, verifica-se que o D_{max} é cerca de 2.5 maior para o filtro com tamanho de partícula maior em relação ao tamanho de partículas menor exceto para o pó A sem pressão de compactação. Essa relação mostra a forte influência do tamanho de partículas sobre a capacidade de retenção do filtro.

Estes resultados mostram que o parâmetro D_{max} pode ser usado para avaliação da capacidade de retenção de partículas pelo filtro, pois apresenta uma dependência em relação a pressão de compactação e tamanho de partículas. Na realidade outros trabalhos mostram que o tamanho máximo do poro determinado pelo método

normalizado é de 3 a 5 vezes maior do que os valores reais de retenção⁽⁵⁹⁾.

Neste trabalho foram determinadas as características tecnológicas do filtro: sua capacidade de retenção de partículas fornecido por D_{max} e sua permeabilidade fornecido pelos coeficientes de permeabilidade α e β . Neste aspecto, os resultados mostram que pode-se obter filtros com características similares utilizando-se diferentes tamanhos de partículas e pressões de compactação. Como exemplo têm-se o caso do pó A com 400 MPa e do pó B sem pressão de compactação que apresentam valores próximos de α e D_{max} em diferentes tamanho de partículas.

V - CONCLUSÕES

Os fatores de processamento que influenciam as propriedades dos filtros são: tamanho de partículas e método de conformação. A sinterização apenas confere maior resistência mecânica ao filtro, sem alteração significativa das características do filtro.

As propriedades de filtração são dadas pela sua porosidade interconectada. Os valores obtidos neste trabalho foram superiores a 0.8 para a porosidade interconectada em relação a porosidade total, sendo no entanto, bastante afetada pela pressão de compactação. Altas pressões de compactação não são recomendadas para filtros, pois diminuem a porosidade interconectada.

A permeabilidade e a capacidade de filtração são dependentes da pressão de compactação e do tamanho de partícula utilizados. Tanto a permeabilidade (coeficientes α e β) como o tamanho máximo de poro (D_{max}) são maiores para maiores tamanhos de partículas e menores pressões de compactação. Os resultados obtidos não mostraram influência da forma da partícula sobre as propriedades de filtração.

Do ponto de vista da tecnologia de fabricação, pode-se obter características definidas dos filtros pela seleção do tamanho de partícula e da pressão de compactação.

Neste trabalho obteve-se filtros com propriedades variando nas seguintes faixas:

porosidade total (ϵ) 0.23 a 0.51;
porosidade interconectada (ϵ_1) 0.18 a 0.48;
coeficiente de permeabilidade viscoso (α)
 1.06×10^{-13} a 1.02×10^{-11} m²;
coeficiente de resistência inercial (β) 3.36×10^{-8} a
 3.18×10^{-6} m;
tamanho máximo de poro (D_{max}) 12.40 a 57.50 μ m.

VI - COMENTÁRIOS FINAIS

Os filtros de Monel podem ser utilizados em meios altamente agressivos e temperaturas elevadas. A aplicação específica que originou este trabalho é na filtração de gás hexafluoreto de urânio a temperatura de 220 °C e retenção de partículas de tamanho na faixa de 5 a 10 μm .

Os resultados obtidos neste trabalho possibilitam a recomendação dos pós B ou C para obtenção destes filtros para hexafluoreto de urânio, ou seja, os que tem menor tamanho de partículas, pois forneceram diâmetro máximo de poros (D_{max}) menores. Estes resultados indicam que é mais fácil obter filtros que retém partículas com tamanho real na faixa de 5 a 10 μm , ao se utilizar um destes pós e determinadas condições de processamento.

Para tornar mais completa a caracterização dos filtros sugere-se a realização de:

- ensaio absoluto de filtração pela filtração de fluido contendo partículas de tamanho conhecido, para determinação do tamanho real de partículas retidas;
- ensaios mecânicos para determinação de sua resistência mecânica e correlação entre porosidade e propriedades mecânicas.

BIBLIOGRAFIA

- 1- GADBUT, J.; WENSCHHOF, D.E.; HERCHENRVEDER, R.B. Propertie of nickel alloys - wrought nickel alloys In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.3, p.131-40.
- 2- GRAVER, D.L. Corrosion resistance of nickels and Nickels Alloys. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.3, p.171-78.
- 3- NICHOLAUS, N. & RAY, R. Porous Stainless Steel-The Unique Filter Meduim. In: MODERN developments in powder metallurgy. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1971. v.5, p.187-199.
- 4- ROSS, T.K.; FRESHWATER, D.C. Chemical Engineering Data Book. London, Leonard Hill, 1962. p. 577-86.
- 5- HOFFMAN, G; KAPOOR, D. Properties of Stainless Stee P/M Filters. Int. J. Powder Metall. & Powder Tech. 12(4):281- 96, 1976.
- 6- LENEL, F.V. Powder Metallurgy Principles and applications. 9 ed. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1980. p.359-81.
- 7- KAMINSKII, Ya.A. The motion of gases and liquids in porous sintered materials. Sov. Powder Metall. Met. Ceram., 8 (8):549-54, 1965.
- 8- NA. METAL POWDERS. Filter of Sintered Bronze: catalogue. Hamburg, 1986. p.137.

- 9 - ALBANO-MULLER, L. Filter Elements of Highly Porous Sintered Metals. Powder Metall Int., 14 (2): 73-9, 1982.
- 10- SCHEIDEGGER, E.A. Porous media. In: SCHEIDEGGER, E.A. The physics of flow through porous media. 3.ed. Toronto, Univ. of Toronto Press, 1973. p.5-29.
- 11- GEIGER, G.H. & POIRIER, G.H. Transport Phenomeno in Metallurgy. Reading, Massachusetts, Addison-Wesley 1972. p.91-100.
- 12- GERMAN, R.M. Gas flow physics in porous metals. Int. J. Powder Metall. Powder Technol., 15:23-30, 1979.
- 13- MORGAN, V.T. Filter elements. In: THE IRON AND STEEL INSTITUTE. Powder metallurgy symposium. London, 1956. p.81-89.
- 14- ERGUN, S. Fluid Flow The Packed Cole Chemical. Eng.Prog. 48(2): 89-94, 1952.
- 15- CARMAN, P. C. Fluid Flow Through Granular Beds. Trans. Inst. Chem. Eng., 15:150-166, 1937.
- 16- GERMAN, R.M. Powder Characterization. In: GERMAN, R.M. Powder metallurgy science. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1984. p.233.
- 17- CHIAVERINI, V. Contribuição para o Estudo das Propriedades do Ferro Sinterizado e suas Ligas. São Paulo, 1964. (Tese para Concurso de Livre Docência, Escola Politécnica, Univ. de São Paulo).

- 18- ZAPATA, C.W. Estado Atual da Metalurgia do Pó. Metalurgia -ABM, 43:(361) 880-90, 1987.
- 19- ROLL, K.H. History of Powder Metallurgy. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.14-20.
- 20- Estados Unidos. "U.S. Patent 1. 607.389, 1926." apud ROLL, K.H. History of Powder Metallurgy. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.14-20.
- 21- CHIAVERINI, V. Metalurgia do Pó Técnica e Produtos. 2 ed. São Paulo, Associação Brasileira de Metais, 1988. p.9.
- 22- AMSTEAD, B.H.; OSTWALD, P.F.; BEGEMAN, M.L. Manufacturing Processes. 8 ed. New York, John Wiley, 1987. p.208.
- 23- JONES, W.D. Fundamental Principles of Powder Metallurgy. London, Edward Arnold, 1960. p.1-241.
- 24- KLAR, E. & FESKO, J.W. Atomization. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v. 7, p.25-51.
- 25- GERMAN, R.M. Powder Fabrication. In: GERMAN, R.M. Powder metallurgy science. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1984. p.59-98.
- 26- LENEL, F.V. Powder Metallurgy Principles and Applications. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1980. p.567.

- 27- SALGADO, L. & AMBRÓZIO, F. F. Charaterization of Ni-Cu alloy powders produced by the atomization process. Mater. Sci. Eng., A Struct. Mater.: Prop. Microstruct. Process., 133:692-7, 1991.
- 28- LENEL, F.V. Mechanical Fundamentals of Consolidation In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.296 - 400.
- 29- HIRSCHHORN, J.S. Powder Compaction. In: HIRSCHHORN, J.S. Introduction to Powder Metallurgy. New York, American Powder Metallurgy Institute, 1969. p.96-152.
- 30- FISCHMEISTER, H.F.; ARZT, E.; OLSSON, L.R., Particle Deformation and Sliding During Compaction of Spherical Powders A Study by Quantitative Metallography, Powder Met., 1978, v.21, p.179-87 apud. GERMAN, R.M. Powder metallurgy science. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1984. p.179-87.
- 31- GERMAN, R.M. Compaction. In: GERMAN, R.M. Powder metallurgy science. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1984. p.113-144.
- 32- PRODUCTION sintering practices for P/M materials. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, Ohio, 1984. v.7, p.360.
- 33- GERMAN, R.M. Sintering. In: GERMAN, R.M. Powder metallurgy science. Princeton, NY, Metal Powder Industries Federation, 1984. p.145-200.
- 34- HIRSCHHORN, J.S. Sintering. In: HIRSCHHORN, J.S. Introduction to Powder Metallurgy. NY, American Powder Metallurgy Institute, 1969. p.155-268.

- 35- ASHBY, M.F. A first report on sintering diagrams, Acta Metall., 22:275-89, 1974.
- 36- ASM COMMITTEE ON PHYSICAL FUNDAMENTALS OF CONSOLIDATION. Physical fundamentals of consolidation. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.308-17.
- 37- HWANG, K.S.; GERMAN, R.M.; LENEL, F.V. Analysis of Initial Stage Sintering Through Computer Simulation. Powder Metall. Int., 23(2):86-91, 1991 86-91, 1991.
- 38- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Nickel-Copper Alloy (UNS NO4400) Plate, Sheet, and Strip May. 08, 1982. (ASTM B127-80a). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section 2: Nonferrous metal products. v.02.04, p.54-66.
- 39- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Flow Rate of Metal Powders. March 25, 1983. (ASTM B213-77). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section 2: Nonferrous metal products. v.02.05, p.61-2.
- 40- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Apparent Density of Free Flowing Metal Powders. Feb. 26, 1982. (ASTM B212-82). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section 2: Nonferrous metal products. v.02.05, p.59-60.
- 41- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction. Aug. 31, 1979. (ASTM B331-79). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section 2: Nonferrous metal products. v.02.05, p.172-4. ŷ

- 42- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Density and Interconnected Porosity of Sintered Powder Metal Strutural parts and Oil-Impregnated Bearings. Dec. 27, 1973. (ASTM B328-73). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section2: Nonferrous metal products. v.02.05, p.162-3.
- 43- SMITH, D.W. & SMUGERESKY, J.E. Prediction of gas permeation from microstructures of controlled-density sintered media. Mod. Dev. Powder Metall., 15:335-50, 1984.
- 44- CASTELLAN, G.W. Physical Chemistry. 2 ed. Reading Massachusetts, Addison-Wesley, 1971. p.866.
- 45- WEAST, R.C. CRM Handbook of Chemistry and Phisics. 58. ed. Cleveland, OH, CRC Press, 1977.
- 46- SMITH, D.W.; BROWN, E.A.; SMUGERESKY, J.E.; MCCABE, T.J. Characterization of controlled density P/M structures for filtration applications. Prog. Powder Metall., 41:653-67, 1985.
- 47- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Permeable Sintered Metal Materials - Determination of Fluid Permeability. Oct.1, 1987. (ISO-4022-2.ed. p.1529-40).
- 48- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Permeable Sintered Metal Materials - Determination of bubble test pore size. Feb., 1979. (ISO-4003, p.3, section 3.5).
- 49- PETZOW, G. Metallographic Etching. Metals Park, American Society for Metal, Ohio, 1976. p.76.
- 50- PADILHA, A.F. & AMBRÓZIO, F^o.F. Técnicas de Análise Microestrutural. São Paulo, Hemus, 1985. p.15-44.

- 51- WILLIAM, L.M. Nickel and Nickel - Copper Alloys. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.435-38.
- 52- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Binary Alloy Phase Diagrams. 2° ed. Ohio, 1990. v.2, p.1444.
- 53- GENTILE, E.F.; RAMOS JR., J. O.; KANADA, K.; TANAKO, C. Permeabilidade de bronze Sinterizado para Filtros. Metalurgia - ABM, 36(273):501-5, 1980.
- 54- DAVIS, S.N. Porosity and Permeability of Natural Materials. In: DE WIEST, R.J.M., ed. Flow Through Porous Media. New York, NY, Academic Press, 1969, 54-86
- 55- SAS INSTITUTE. SAS/SATAT user's guide release 6.03 edition. Cary, 1988.
- 56- GERMAN, R.M. Porosity and particle size effects on the gas flow characteristics of porous. Powder Technol., 30:81-6, 1981.
- 57- SMUGERESKY, J.E. & SMITH Prediction of Gas Permeation from Microstructures of Controlled - Density Sintered Media. Mod. Dev. Powder metall., 15:335-50, 1984.
- 58- SOLONIN, S.M; SLEPTSOVA, N.P.; HERNYSHEV, L.I. Determination of pore size of filter materiaes from nonspherical powders. Sov. Powder Metall. Met. Ceram., 10(1):30-4, 1971.
- 59- SNYDER, J.J. P/M Porous Parts. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. 9 ed. Metals Park, OH, 1984. v.7, p.696-97.



X20150

Cidade Universitária - "ARMANDO DE SALES OLIVEIRA"
Travessa R nº 400 - Caixa Postal 11049 - Pinheiros
Telefone (PABX) 211-8011 - End. Telegráfico IPENUCLEAR
Telex (11)83882 - IPEN - SP
São Paulo - Brasil