

## PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILTRO METÁLICO-MONEL (70%Ni -30%Cu)<sup>(1)</sup>

IVONE DE CAMARGO LAVOS<sup>(2)</sup>  
FRANCISCO AMBRÓZIO FILHO<sup>(3)</sup>

### RESUMO

Este trabalho 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 (H<sub>2</sub>), 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.

(1) Trabalho apresentado ao Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais - ABM, 09 a 14 de outubro de 1994, São Paulo.

(2) Engenheira Química, Mestre e Doutoranda - IPEN/CNEN - SP.

(3) Membro da ABM, Engenheiro Metalurgista, M.E., Doutor em Engenharia Metalúrgica, Pesquisador IPEN/CNEN, Professor do Curso de Pós Graduação da EPUSP e Professor da FEI.



## INTRODUÇÃO

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<sup>(1)</sup>.

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 <sup>(2)</sup>.

O filtro de monel é recomendável para a separação de partículas sólidas dispersas em fluidos corrosivos em temperatura elevada, comumente encontráveis 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<sup>(3)</sup>.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram estudadas ligas de monel, constituídas de 70% Ni e 30% Cu, comercialmente liga monel 400 UNS NO 4400<sup>(4)</sup>, na forma de pó.

Três pós, designados A, B e C, foram obtidos por atomização. Os pós A e B foram atomizados a água e o pó C a ar.

## CARACTERIZAÇÃO DO PÓ

A caracterização do pó encontra-se na Tabela I, abaixo:

	Tipo de Pó		
	A	B	C
Granulometria ( $\mu\text{m}$ )	-250 +105	-105 +74	-105 +62
Densidade aparente ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	3.80	3.94	3.73
Escoabilidade (s/50g)	20.44	(não escoou)	15.90

Tabela I - Caracterização dos pós de Monel

## 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/cm<sup>2</sup> ). Usou-se prensa uniaxial. Determinou-se as densidades geométricas a verde ( $\rho_v$ ).

Sinterizou-se em atmosfera redutora de hidrogénio (H<sub>2</sub>) a temperatura de 1050 °C, durante 1 hora em forno contínuo, com taxa de aquecimento de 5 °C/s.



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.

## CARACTERIZAÇÃO DO FILTRO

Após a sinterização foram determinadas as densidades geométricas do sinterizado ( $\rho_s$ )<sup>(5)</sup>. Na densidade hidrostática ( $\rho_h$ )<sup>(6)</sup>, usou-se água como fluido de medição, devido ao interesse em não contaminar a mostra para permitir um aproveitamento posterior desta.

A fração volumétrica total da porosidade ( $\varepsilon$ ) foi determinada segundo a equação:

$$\varepsilon = 1 - (\rho_s/\rho_t)^{(7)} \quad (1); \quad \rho_t = \text{densidade teórica}$$

A fração volumétrica de porosidade interconectada ( $F_i$ ) foi determinada, através de :

$$F_i = [ (\rho_h - \rho_s) / (\rho_t - \rho_s) ] (\rho_t / \rho_h)^{(7)} \quad (2)$$

A permeabilidade de um material metálico poroso foi determinada segundo a norma ISO 4022<sup>(8)</sup>. 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 1. Os coeficientes de permeabilidade ( $\alpha$ ) 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<sup>(9)</sup>.

Um dos métodos muito usados na obtenção de dados quanto a retenção de partículas é pela determinação do tamanho máximo do poro ( $D_{\text{máx}}$ ); ISO4003<sup>(3,10)</sup>.

Todos os resultados finais foram obtidos através da média aritmética de três amostras de cada tipo de pó na mesma conformação.

A preparação metalográfica das amostras seguiu a metodologia convencional destinada a materiais porosos. As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura antes e após ataques químicos. Para a revelação da microestrutura, utilizou-se um reagente de ataque metalográfico, nital 50%<sup>(11)</sup>.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela II estão apresentados os resultados experimentais obtidos neste trabalho



Pó	Varição Pressão[MPa]	$\rho_v$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\rho_s$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\rho_h$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\varepsilon$	$\varepsilon_i$	$\alpha$ [10 <sup>-13</sup> m <sup>2</sup> ]	D <sub>max</sub> [ $\mu$ m]
A	zero	4.15 ± 0.03	4.4 ± 0.1	8.3 ± 0.1	0.51 ± 0.01	0.48 ± 0.02	102 ± 0.7	*180
	200	6.04 ± 0.03	6.04 ± 0.03	8.52 ± 0.02	0.30 ± 0.01	0.26 ± 0.01	37.2 ± 0.5	57.5 ± 0.3
	300	6.56 ± 0.02	6.43 ± 0.02	8.49 ± 0.02	0.27 ± 0.02	0.23 ± 0.02	28.1 ± 0.3	47.5 ± 0.4
	400	6.57 ± 0.07	6.59 ± 0.07	8.33 ± 0.05	0.26 ± 0.01	0.22 ± 0.01	10.0 ± 0.8	31.0 ± 0.3
B	zero	4.3 ± 0.2	4.4 ± 0.3	8.6 ± 0.2	0.50 ± 0.03	0.47 ± 0.01	20.0 ± 0.1	27.5 ± 0.5
	200	6.17 ± 0.03	6.24 ± 0.03	8.70 ± 0.03	0.28 ± 0.01	0.25 ± 0.01	4.2 ± 0.2	26.0 ± 0.2
	300	6.63 ± 0.04	6.60 ± 0.04	8.67 ± 0.04	0.26 ± 0.01	0.23 ± 0.01	3.5 ± 0.3	21.85 ± 0.08
	400	6.74 ± 0.03	6.82 ± 0.03	8.60 ± 0.03	0.23 ± 0.01	0.19 ± 0.01	1.93 ± 0.01	13.94 ± 0.03
C	zero	4.2 ± 0.1	4.5 ± 0.1	8.6 ± 0.1	0.49 ± 0.02	0.47 ± 0.02	18.6 ± 0.1	25.0 ± 0.3
	200	6.63 ± 0.01	6.3 ± 0.1	8.42 ± 0.02	0.28 ± 0.01	0.24 ± 0.03	2.57 ± 0.03	23.3 ± 0.2
	300	6.66 ± 0.01	6.74 ± 0.01	8.43 ± 0.01	0.24 ± 0.02	0.20 ± 0.01	1.59 ± 0.02	18.9 ± 0.2
	400	6.82 ± 0.05	6.85 ± 0.03	8.46 ± 0.04	0.23 ± 0.02	0.18 ± 0.02	1.06 ± 0.03	12.40 ± 0.04

Tabela II - Tipos de pós com suas respectivas pressões de compactação, densidade a verde ( $\rho_v$ ), densidade de sinterização ( $\rho_s$ ), densidade hidrostática ( $\rho_h$ ), fração volumétrica total da porosidade ( $\varepsilon$ ), fração volumétrica da porosidade interconectada ( $\varepsilon_i$ ), coeficiente de permeabilidade viscoso ( $\alpha$ ) e diâmetro máximo do poro (D<sub>max</sub>).

\* - 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 esse motivo esse resultado foi aproximado.



A Figura 2 apresenta a microestrutura da liga de monel onde pode ser visto maclas de recozimento. Estas maclas ocorrem freqüentemente em metais ou ligas de estrutura CFC e baixa energia de defeitos de empilhamento<sup>(12)</sup>.

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.

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.

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.

As frações de ( $F_i$ ), são diferentes para as três faixas granulométricas estudadas e nas mesmas condições de pressão de compactação. No entanto, as frações volumétricas das porosidades interconectadas ( $\epsilon_i$ ) são aproximadamente iguais e independentes do tamanho de partículas. Valores de  $F_i$  são traçados versus a fração volumétrica total da porosidade ( $\epsilon$ ) conforme Figura 3. A sinterização sem compactação fornece valores maiores de  $F_i$ , como era de se esperar. A compactação aumenta a porosidade fechada, mas mantém ainda um alto nível de porosidade aberta, desejável para os filtros.

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. A permeabilidade também tem uma relação com a pressão de conformação. A Figura 4 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.

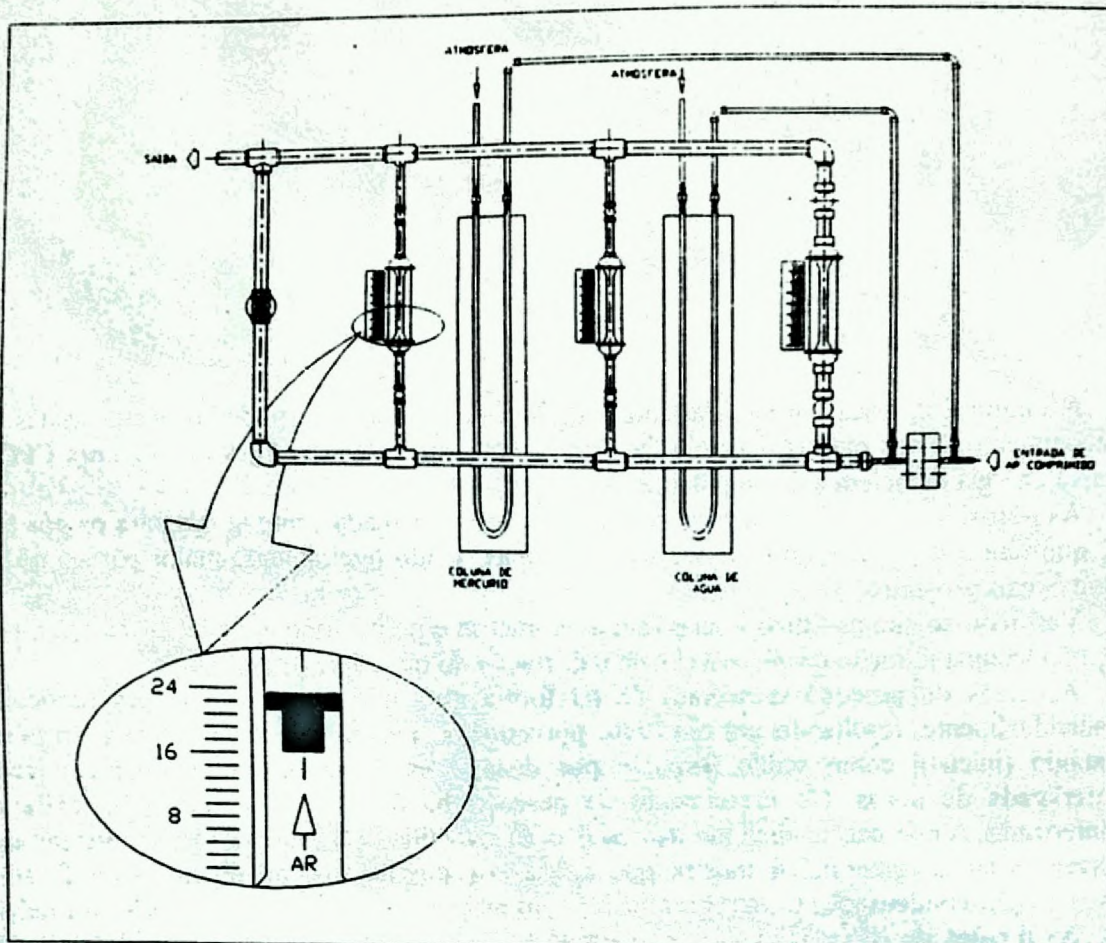
Existe também uma relação entre a fração volumétrica de porosidade interconectada ( $\epsilon_i$ ) e o coeficiente de permeabilidade ( $\alpha$ ), conforme Figura 5. Fazendo-se um ajuste de curva para os pontos da figura chegou-se as relações:

$$\alpha = 6.22 \times 10^{-11} (\epsilon_i)^{2.34} \quad (\text{Pó A}) \quad (3)$$

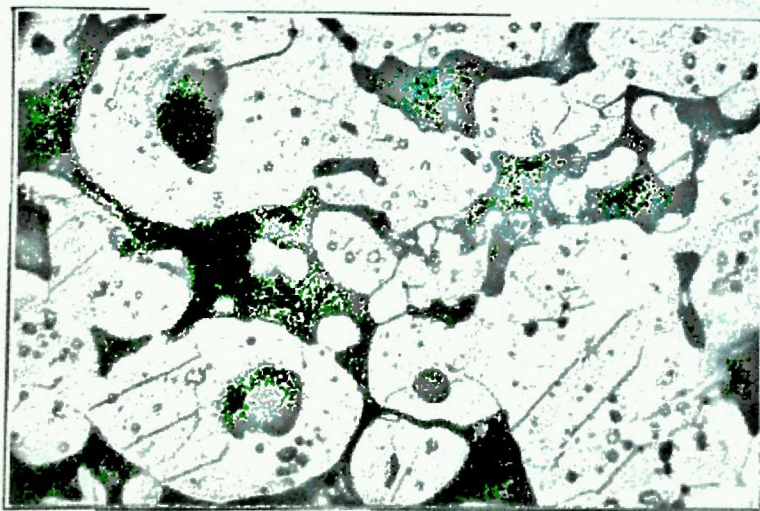
$$\alpha = 1.38 \times 10^{-11} (\epsilon_i)^{2.54} \quad (\text{Pó B}) \quad (4)$$

$$\alpha = 1.73 \times 10^{-11} (\epsilon_i)^{2.94} \quad (\text{Pó C}) \quad (5)$$





**Figura 1 - Desenho esquemático de um permeâmetro**



**Figura 2 - Micrografia da microestrutura da liga de monel, com ataque<sup>(12)</sup>  
Aumento 500X**



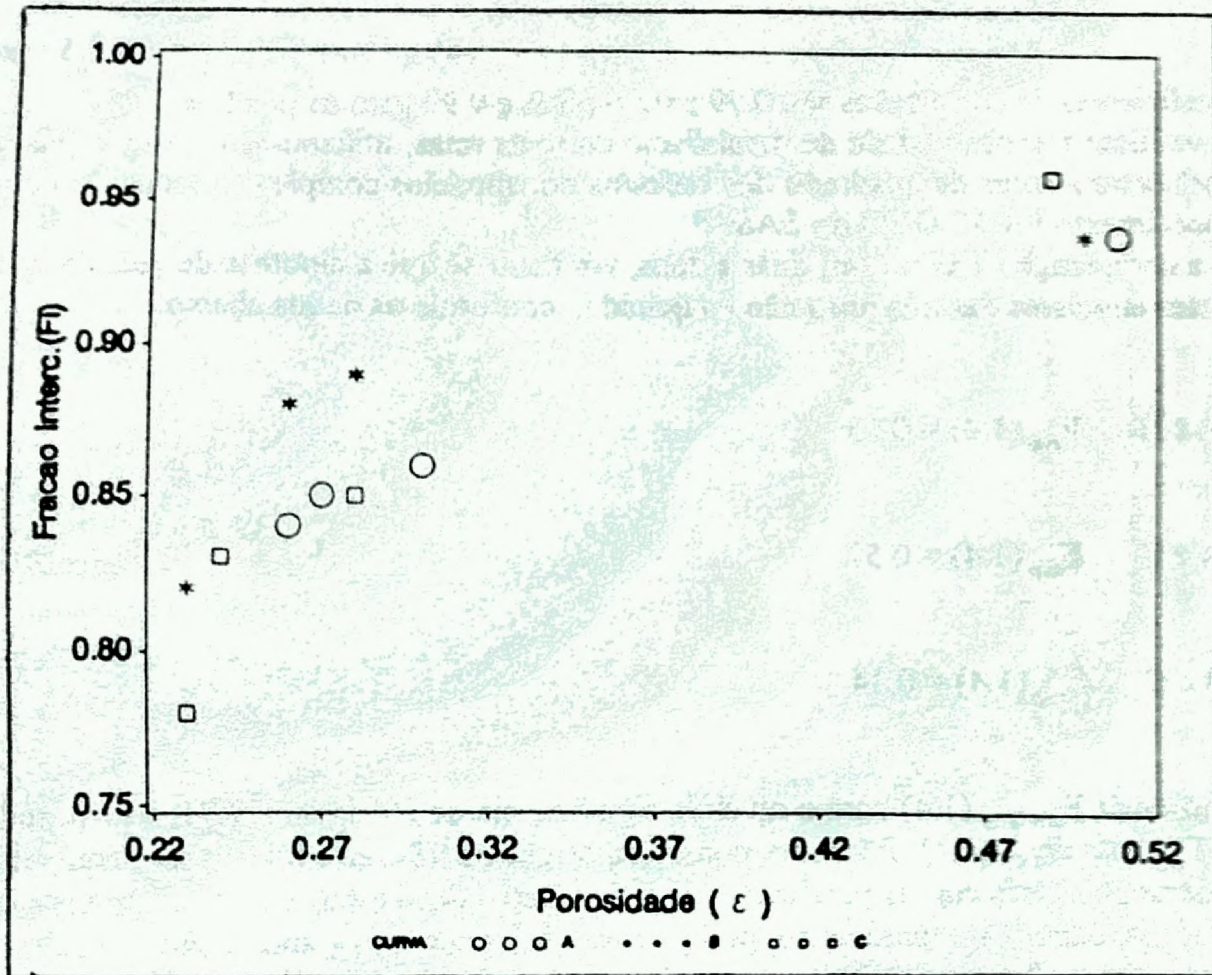


Figura 3 - Fração da porosidade total interconectada (F<sub>1</sub>) em função da fração volumétrica total da porosidade (ε)

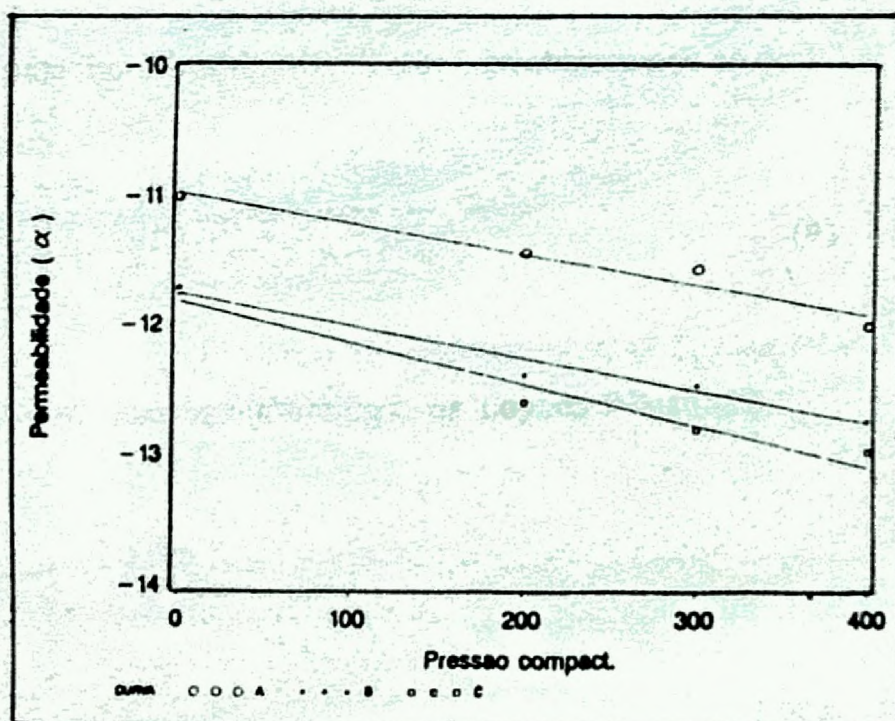


Figura - 4 Pressão de compactação em função do log do coeficiente de permeabilidade viscosa (α)



Os coeficientes de correlações são 0.79 para o pó A e 0.99 para os pós B e C.

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<sup>(13)</sup>.

Feita a comparação 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 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<sup>(14)</sup>. O parâmetro que realmente deve influenciar na permeabilidade é a porosidade interconectada ( $\epsilon_i$ ). Como na literatura os modelos de dependência relacionam  $\alpha$  com o tamanho médio de partículas ( $d$ ) e porosidade total ( $\epsilon$ ), usamos estes parâmetros para efeito de comparação<sup>(14)</sup>.

Usando dados de amostras de filtros de aço inoxidável 316L Smith e Marth obtiveram a seguinte relação empírica entre  $\alpha$ ,  $d$  e  $\epsilon$ :

$$\alpha = 4.8 \times 10^{-13} (d^{1.3}) (\epsilon^{4.8}). \quad (6)$$

com 0.995 de coeficiente de correlação.

Utilizando o mesmo procedimento German<sup>(14)</sup> chegou ao seguinte ajuste para os seus dados experimentais:

$$\alpha = 4.6 \times 10^{-11} (d^{0.73}) (\epsilon^{6.8}) \quad (7)$$

com 0.993 de coeficiente de correlação.

Usando os dados da Tabela II, o coeficiente de permeabilidade viscoso ( $\alpha$ ) foi ajustado numa função linear da porosidade ( $\epsilon$ ) e do tamanho médio da partícula ( $d$ ) média entre tamanhos máximo e mínimo nas faixas utilizadas, onde o ajuste obtido foi de :



$$\alpha = 1.5 \times 10^{-16} (d^{2.59}) (\varepsilon^{3.13}) \quad (8)$$

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

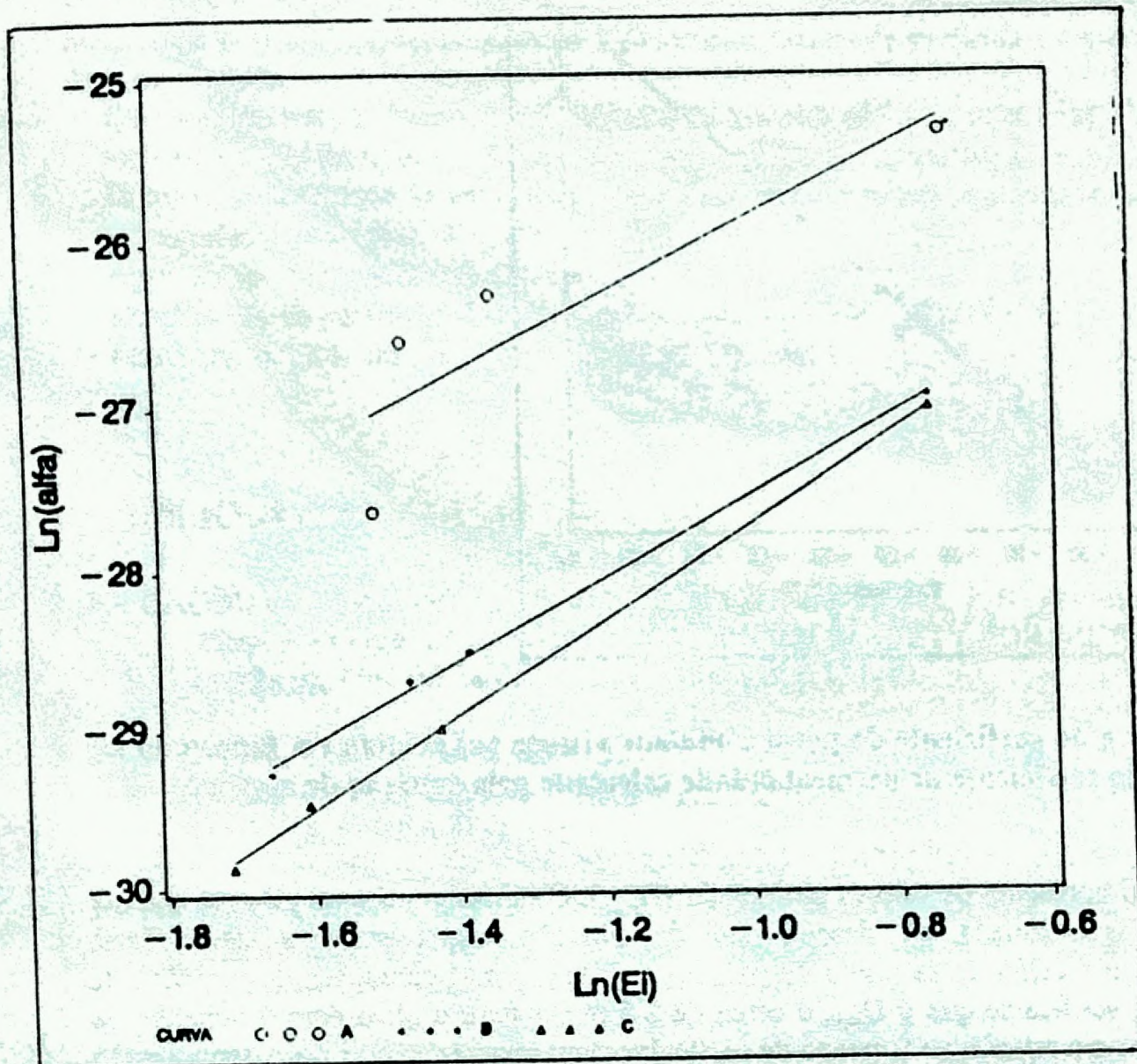


Figura 5 - Log da fração de interconectados ( $\varepsilon_i$ ) em função do log do coeficiente de permeabilidade viscosa ( $\alpha$ )

com 0.96 de coeficiente de correlação neste trabalho.

Na Figura 6, são colocados os valores de log de permeabilidade viscosa ( $\alpha$ ) medidos, que estão expressos na Tabela II, em função dos valores de log de permeabilidade viscosa ( $\alpha$ ), calculados pela equação de ajuste. Nesta mesma figura também estão colocados os resultados obtidos por German<sup>(14)</sup>. 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°.



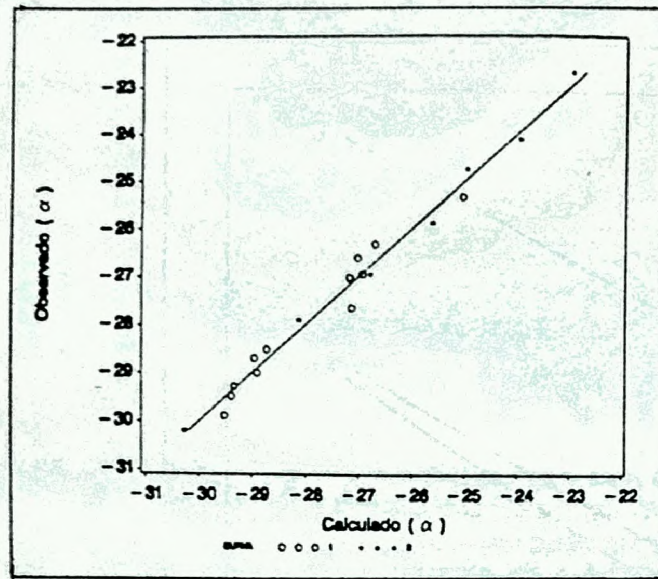


Figura 6 - Log do coeficiente de permeabilidade viscosa ( $\alpha$ ) medido em função do log dos valores do coeficiente de permeabilidade calculado pela equação de ajuste

A Tabela II apresenta os valores obtidos do ( $D_{m\acute{a}x}$ ). O tamanho mximo de poro por ser uma medida relacionada ao desempenho da filtrao, espera-se uma dependncia significativa em relao ao tamanho de partculas. Nas mesmas condies de presso de compactao, verifica-se que o  $D_{m\acute{a}x}$   cerca de 2.5 maior para o filtro com o tamanho de partcula maior em relao ao tamanho de partculas menor exceto para o p A sem presso de conformao. Esta relao mostra a forte influncia do tamanho de partculas sobre a capacidade de reteno do filtro.

Estes resultados mostram que o parmetro  $D_{m\acute{a}x}$  pode ser usado para avaliao da capacidade de reteno de partculas pelo filtro, pois apresenta uma dependncia em relao a presso de conformao e tamanho de partculas. Na realidade outros trabalhos mostram que o tamanho mximo do poro determinado pelo mtodo normalizado  de 3 a 5 vezes maior do que os valores reais de reteno<sup>(15)</sup>.

## CONCLUSES

Os fatores de processamento que influenciam as propriedades dos filtros so: tamanho da partcula e o mtodo de conformao. A sinterizao apenas confere maior resistncia mecnica ao filtro, sem alterao significativa das caractersticas do filtro.

As propriedades de filtrao so dadas pela sua porosidade interconectada. Os valores obtidos neste trabalho foram superiores a 0.8 para a porosidade interconectada em relao 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 viscosa ( $\alpha$ ) como o tamanho máximo de poro ( $D_{max}$ ) são maiores para maiores tamanhos de partícula e menores pressões de compactação.

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 ( $\epsilon$ ) 0.23 a 0.51;
- porosidade interconectada ( $\epsilon_i$ ) 0.18 a 0.48;
- coeficiente de permeabilidade viscoso ( $\alpha$ )  $1.06 \times 10^{-13}$  a  $1.02 \times 10^{-11} \text{ m}^2$ ;
- tamanho máximo do poro ( $D_{max}$ ) 12.40 a 57.50  $\mu\text{m}$ .

## 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 - 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.
- 5 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Compressibility of Metal Powders in Uniaxial 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.
- 6 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Density and Interconnected Porosity of Sintered Powder Metal Strutural parts and Oil-Impregnated Bearing. Dec. 27, 1973. (ASTM B328-73). In: 1983 ANNUAL book of ASTM standards, section 2: Nonferrous metal products. v. 02.05, p.162-3.



- 7 - 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.
- 8 - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Permeable Sintered Metal Materials - Determination of Fluid Permeability. Oct. 1, 1987. (ISO-4022-2.ed. p.1529-40).
- 9 - ERGUN, S. Fluid Flow The Packed Cole Chemical. Eng. Prog. 48(2): 89-94, 1952.
- 10 - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Permeable Sintered Metal Materials - Determination of bubble test poro size. Feb., 1979. (ISO\_4003, p.3, section 3.5).
- 11 - PETZOW, G. Metallographic Etching. Metals Park, American Society for Metal, Ohio, 1976. p.76.
- 12 - PADILHA, A.F. & AMBRÓZIO, F°. F. Técnicas de Análise Microestrutural. São Paulo, Hemus, 1'985. p.15-44.
- 13 - SAS INSTITUTE. SAS/SATAT user's guide release 6.03 edition. Cary, 1988.
- 14 - GERMAN, R.M. Porosity and particle size effects on the gas flow characteristics of porous. Powder Technol., 30:81-6, 1981.
- 15 - 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.