

ANÁLISE COMPARATIVA ENTRE MÉTODOS UTILIZADOS NA CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS POROSAS APLICADAS EM BOMBAS CAPILARES

Eduardo Gonçalves Reimbrecht*

Ana Maria Maliska

Edson Bazzo

UFSC - Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Mecânica,
88040-900, Florianópolis, Brasil. E-mail: *edurg@pg.materiais.ufsc.br

Resumo

No presente trabalho são analisados os resultados relativos à porosidade, distribuição de tamanho de poros e ordenação dos mesmos com a finalidade de se identificar estruturas porosas de níquel sinterizado, que sejam mais adequadas para uso em bombas capilares. Diferentes métodos são considerados para avaliação da porosidade com ênfase na análise de imagens, através de dois programas computacionais, o Imago e o AnalySIS 2.1. As análises foram realizadas em imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em amostras de estruturas porosas. Resultados obtidos através de porosimetria de intrusão de mercúrio e através do princípio de Arquimedes são, também, apresentados. Todos os métodos avaliados apresentaram resultados consistentes. Em decorrência da interconectividade dos poros presentes no material, melhores resultados por análise de imagens são possíveis através da utilização do programa computacional Imago.

Palavras-chave: Análise de imagens, Porosidade, Caracterização microestrutural, Bombas capilares.

1. INTRODUÇÃO

Elementos porosos têm sido utilizados em circuitos de bombas capilares (CPL – Capillary Pumped Loop), destinados a processos de isothermalização e controle térmico de painéis de componentes eletrônicos de satélites e estações orbitais. CPL's foram originariamente desenvolvidos para substituírem tubos de calor ou circuitos convencionais de dupla-fase, em aplicações que requeiram altas taxas de demanda térmica. Bombas capilares são dispositivos utilizados em circuitos de transferência de calor de dupla-fase, em substituição a bombas mecânicas, para circulação de fluidos térmicos. Bombas capilares dispõem de elementos porosos capazes de proporcionar o trabalho requerido para bombeamento de líquido ao longo do circuito. A força capilar dos elementos porosos garante a circulação do fluido. Na expectativa de se melhorar o desempenho das bombas capilares, elementos porosos metálicos e poliméricos vêm sendo produzidos e testados como estrutura capilar (Ku, 1993; Goncharov, 1995; Fedorchenko, 1980). Os elementos porosos metálicos se constituem em uma alternativa vantajosa por apresentarem maior capacidade de bombeamento capilar (Ku, 1993). Elementos

de níquel sinterizado têm sido propostos como estrutura capilar, apresentando porosidade da ordem de 50%, com tamanho de poros na faixa de 1 a 12 μm , o que corresponde a pressões de bombeamento variáveis entre 3 e 40 kPa (Maidanik et al., 1991). Conforme esquema mostrado na Figura 1, CPL's são constituídos geralmente por um evaporador, um condensador, um reservatório e linhas para transporte de líquido e de vapor.

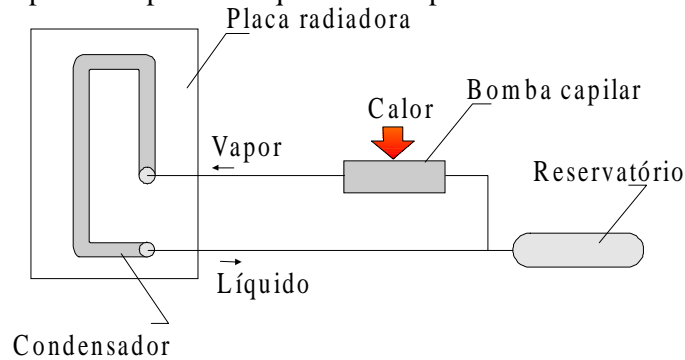


Figura 1. Esquema simplificado de um CPL.

Diversos estudos vêm sendo sistematicamente realizados com o objetivo de se resolver problemas pendentes relacionados com a operação do CPL e de se buscar alternativas de projeto que ampliem a capacidade de bombeamento capilar (Goncharov, 1995; Maidanik et al., 1991). Seguindo esta tendência, trabalhos vêm sendo conduzidos também na UFSC, no sentido de se fabricar bombas capilares de elementos porosos, utilizando materiais metálicos poliméricos e cerâmicos. No presente trabalho, foram utilizados elementos porosos de níquel sinterizado com as características anteriormente citadas (porosidade da ordem de 50% e poros com diâmetro inferior a 10 μm). Detalhes relativos a montagem e funcionamento da bomba capilar foram apresentados por Reimbrecht et al. (1999).

A sinterização de pó de níquel vem sendo apresentada como uma alternativa promissora na produção de estruturas capilares para CPL's. O níquel apresenta compatibilidade com o fluido de trabalho e o processo de sinterização permite o controle da porosidade. Na busca do aperfeiçoamento da estrutura capilar, diversas variáveis do processo de sinterização foram consideradas em laboratório, como, por exemplo, tempo, temperatura e granulometria do pó. A técnica utilizada para a fabricação de elementos porosos foi a de sinterização de pó densificado por vibração (Fedorchenko, 1980; Cahn, 1991), que permite controlar a forma e o volume de poros.

O elemento poroso se constitui no componente principal para o funcionamento da bomba capilar, pois dele depende a capacidade de bombeamento do líquido ao longo do CPL. Dessa forma busca-se determinar a porosidade, distribuição e tamanho dos poros. Neste sentido diferentes métodos são empregados para caracterização do material. No presente trabalho, foram empregados os métodos de Arquimedes, Geométrico, Porosimetria de intrusão de mercúrio, e Análise de imagens. Para análise de imagens foram utilizados o programa "Imago", versão β , desenvolvido pelo LMPT/UFSC (Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas de Materiais), em parceria com a empresa ESSS (Engineering Simulation and Scientific Software), e do programa *AnalySIS 2.1 fornecido pela SIS Soft-Imaging Software Corp.* Diferentes procedimentos na preparação das amostras e na obtenção das imagens foram considerados com a finalidade de identificar sua influência sobre os resultados obtidos.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1. Obtenção das estruturas porosas

A matéria prima empregada foi o pó de níquel carbonila 123 com tamanho de partícula entre 3 e 7 μm . O pó de níquel foi vibrado no interior da matriz de grafite e, em seguida, sinterizado. O processo de sinterização foi conduzido em um forno tubular Heraeus (ROK-F 7/60) com um fluxo aproximado de 1 cm^3/s de hidrogênio comercial. Foram testadas temperaturas de sinterização na faixa de 800 a 1000°C, a intervalos de 50°C, com ciclos de duração de 15 e 30 minutos. De acordo com os resultados apresentados por Reimbrecht et al. (1998), foram determinados os melhores parâmetros de sinterização. Os principais parâmetros foram fixados em 950°C/30min.

2.2. Porosidade pelo Princípio de Arquimedes

A porosidade pelo Princípio de Arquimedes foi obtida através da Equação 1, onde o empuxo é medido com o auxílio de um densímetro, no qual se mede a força necessária a completa imersão da peça em mercúrio.

$$Pa = 100 \cdot \left(1 - \frac{m \cdot \rho_{Hg} \cdot g}{\rho_{Ni} \cdot E} \right) \quad (1)$$

onde, Pa representa a porosidade por Arquimedes (%), ρ a densidade (g/cm^3), m a massa (g), ρ_{Ni} a densidade teórica do níquel ($8,9\text{g}/\text{cm}^3$), E o empuxo (g) exercido sobre o material imerso em mercúrio ($\rho_{Hg} = 13,6\text{g}/\text{cm}^3$), e g a aceleração da gravidade (m/s^2).

2.3. Porosimetria por intrusão de mercúrio

A porosimetria de intrusão de mercúrio está fundamentada na Lei de Young-Laplace, que governa a penetração de líquido em pequenos poros. Para o caso específico de fluidos não molhantes, como o mercúrio, a Lei de Young-Laplace pode ser expressa pela Equação 3, onde d é o diâmetro do poro (m), σ é a tensão superficial do líquido (N/m), p é a pressão aplicada no líquido (Pa) e φ é o ângulo de contato entre o fluido e o sólido (Bellini, 1992).

$$d = \frac{-4 \cdot \sigma \cdot \cos \varphi}{p} \quad (2)$$

Para determinar o diâmetro crítico de poro (D_c) e a porosidade total, foi utilizado um porosímetro modelo “Micromeritics Pore Sizer 9320”. O equipamento possui um sistema capaz de gerar pressões entre 0 e 30.000 psia, sendo capaz de medir poros na faixa de 0,006 a 360 μm , com precisão de $\pm 0,1\%$. Através de pressão hidráulica, o mercúrio é forçado a penetrar na amostra. O volume de mercúrio que penetra nos poros é relacionado com a pressão aplicada. Conforme a pressão aumenta, o mercúrio penetra progressivamente nos poros cada vez menores. O diâmetro crítico de poro é o diâmetro que corresponde à pressão capaz de fazer com que a maior parte da amostra seja preenchida pelo mercúrio.

Numa bomba capilar, quanto menor D_c maior será diferença de pressão que o elemento poroso poderá suportar sem colapsar, diferença essa medida entre a pressão do gás no lado

externo do elemento poroso e do líquido no lado interno. O diâmetro crítico indica a maior ou menor capacidade de transferência de calor que o elemento poroso irá apresentar. Quanto menor o diâmetro crítico maior será o limite capilar da estrutura.

2.4. Análise de imagens

Para o preparo das amostras, as peças foram cortadas conforme as posições indicadas na Figura 3, visando desta forma mapear a variação da porosidade ao longo das amostras. A posição $L = 0$ corresponde a parte inferior da peça durante a sinterização. As diferentes seções foram, então, embutidas em baquelite, lixadas e polidas. O polimento foi realizado com pasta de diamante $1\mu\text{m}$ e com alumina $1\mu\text{m}$ para verificar a influência do material empregado. A aquisição das imagens foi feita por microscopia eletrônica de varredura. Foram testados 2 aumentos para as imagens, 200x e 500x, para desta forma determinar a influência da ampliação na capacidade de detecção do programa utilizado. As imagens foram analisadas com o auxílio do programa “Imago”, versão β , desenvolvido pelo LMPT/UFSC (Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas de Materiais), em parceria com a empresa ESSS (Engineering Simulation and Scientific Software), e do programa *AnalySIS 2.1* fornecido pela *SIS Soft-Imaging Software Corp.* Com o auxílio de ambos os programas foi feita a análise morfológica das estruturas, onde foi determinada a distribuição de tamanho de poros e porosidade total. O diâmetro dos poros é de grande importância pois está relacionado com força de bombeamento capilar e perdas de carga desenvolvidas no circuito.

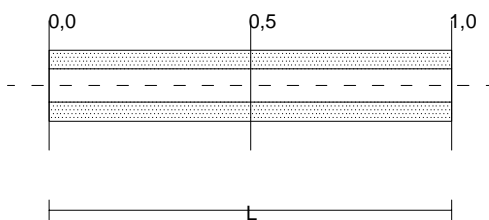


Figura 3. Localização das cotas de corte das peças para aquisição de imagens.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Determinação da porosidade

A porosidade foi determinada através de diversos métodos visando a comparação entre estes, alguns parâmetros também foram parâmetros testados, conforme pode ser visto na Tabela 1. Os métodos supracitados são porosimetria de intrusão de mercúrio, análise de imagens (através de dois programas computacionais, com modificações no preparo das amostras), pelo princípio de Arquimedes e pela geometria da amostra.

Tabela 1. Porosidade geral

Intrusão de Hg	Arquimedes	Geométrico	Imago – diamante (200x)	Imago – diamante (500x)	SIS – diamante (200x)	SIS – diamante (500x)	Imago – alumina (200x)	Imago – alumina (500x)
58,4%	57,1%	59,8%	54,45%	52,63%	52,44%	50,36%	51,72%	50,25%

O método de porosimetria de intrusão de mercúrio tem sido aceito como o mais preciso dentre os utilizados. Pode-se verificar uma diminuição nos resultados obtidos por análise de imagens, sendo estes resultados apresentados valores médios. Esta diminuição se deve provavelmente ao fechamento de poros na preparação das amostras. Pode ser também verificado um indicativo de que a alumina aumenta o fechamento de poros. Visando uma comparação mais detalhada foi feita a comparação entre os dois programas empregados na análise de imagens (Imago e analySIS), Figura 4, onde foi levantada a porosidade ao longo das peças.

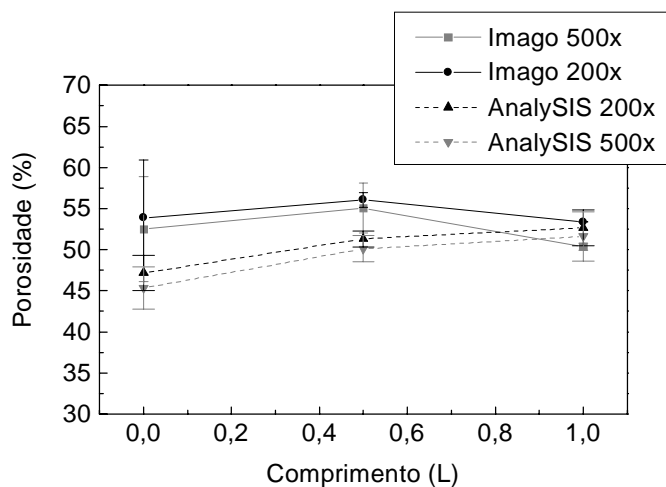


Figura 4. Comparação entre a porosidade para diferentes aumentos com diferentes programas (polimento com diamante).

Apesar do desvio padrão elevado apresentado nos resultados da Figura 4, pode-se afirmar que a tendência demonstrada na Tabela 1 é confirmada, o programa analySIS apresenta valores de porosidade inferiores aos apresentados pelo programa Imago. Pode-se também verificar que o desvio padrão dos resultados é bem mais elevado na posição $L = 0$, isso se deve ao maior gradiente de densidade existente nesta região durante a sinterização. O gradiente de densidade é originado na etapa de preenchimento da matriz por vibração. Visando determinar a influência do tipo polimento na porosidade total das amostras ao longo das peças se obteve os resultados mostrados na Figura 5, através de análise de imagens com o programa Imago.

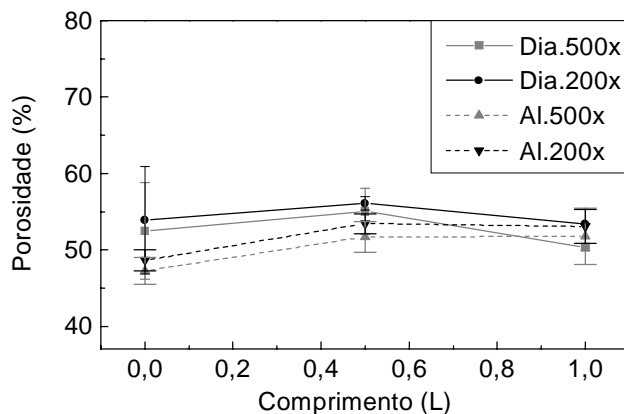


Figura 5. Comparação entre a porosidade obtida após o polimento com diamante ou alumina (com aumento de 200x e 500x).

Apesar da diferença de porosidade entre as amostras preparadas com os dois polimentos, mostrada na Tabela 1, aproximadamente 2,5 pontos percentuais, na Figura 5 pode-se observar que a variação da porosidade total em termos da mudança de polimento não é significativa, devido ao desvio padrão dos resultados. Em termos de porosidade total os diferentes aumentos testados também não se mostraram significativos, Figuras 4 e 5.

3.2. Determinação da distribuição de tamanho de poros

Inicialmente, foi feito o levantamento da distribuição de poros para as estruturas após o polimento com pasta de diamante, que vem sendo freqüentemente empregado na determinação de porosidade por análise de imagens. Foram realizados testes com ampliações de 200x e 500x, para verificar a sua influência nos resultados. Esses resultados podem ser observados nas Figuras 6 e 7, distribuição de freqüência e acumulada respectivamente. Todas as imagens foram geradas com a mesma resolução, sendo os diferentes resultados obtidos para os diferentes aumentos.

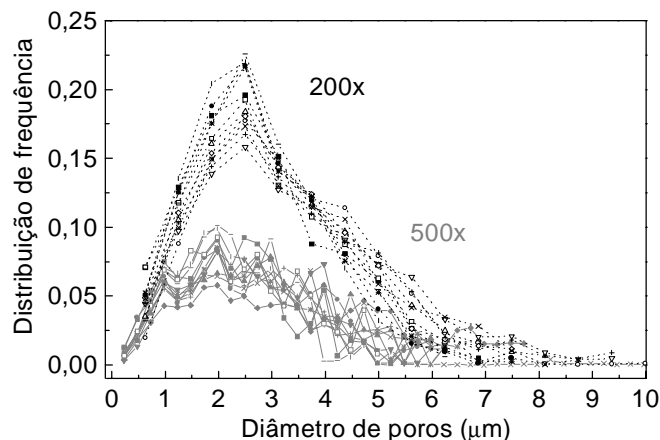


Figura 6. Comparação da distribuição de frequência de poros para 200x e 500x (polimento com diamante).

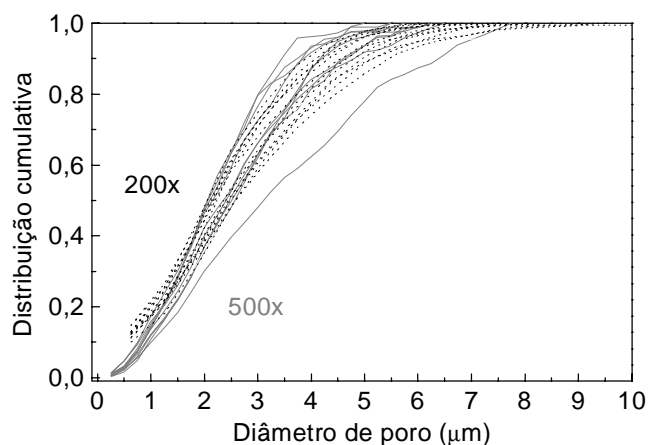


Figura 7. Comparação da frequência acumulada para 200x e 500x (polimento com diamante).

Pode-se observar, na Figura 6, que o aumento empregado está influenciando significativamente no resultado, apesar de que para ambos os aumentos os maiores poros detectados são menores que $10\mu\text{m}$. Com o aumento de 500x a distribuição se torna mais aberta, fica demonstrada a existência de uma maior quantidade de diâmetros na estrutura. Essa maior quantidade de diâmetros detectados explica a diferença verificada na Figura 6. Além da capacidade de detectar poros menores com aumento de 500x, cerca de $0,25\mu\text{m}$, que para um aumento de 200x sobe para $0,6\mu\text{m}$. Na Figura 7, pode-se verificar que para ambos os aumentos as curvas são muito semelhantes e que 90% dos poros estão abaixo de $6\mu\text{m}$, este resultado se torna importante porque dificilmente os 10% de poros restantes serão intercomunicantes. O maior diâmetro de poros intercomunicantes irá determinar o limite de bombeamento capilar da estrutura. Os resultados mostrados na Figura 7 confirmam que a variação observada na Figura 6 se deve provavelmente a diferença de diâmetros detectados pelo programa, para 200x e 500x.

Para uma análise do efeito do polimento na distribuição dos poros, também foi feita a análise morfológica da estrutura após polimento com alumina, Figura 8.

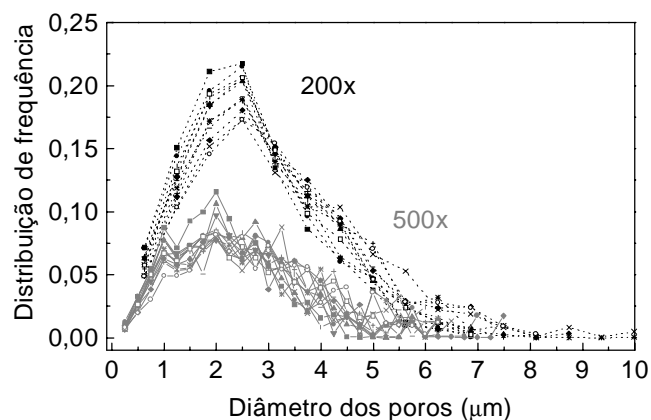


Figura 8. Comparação da distribuição de frequência de poros para 200x e 500x (polimento com alumina).

Verifica-se na Figura 8 que as distribuições de frequência apresentadas para polimento com alumina são bastante semelhantes as mostradas na Figura 6 para polimento com diamante. Para uma melhor visualização foram sobrepostas em um mesmo gráfico as distribuições com aumento de 500x, Figura 9.

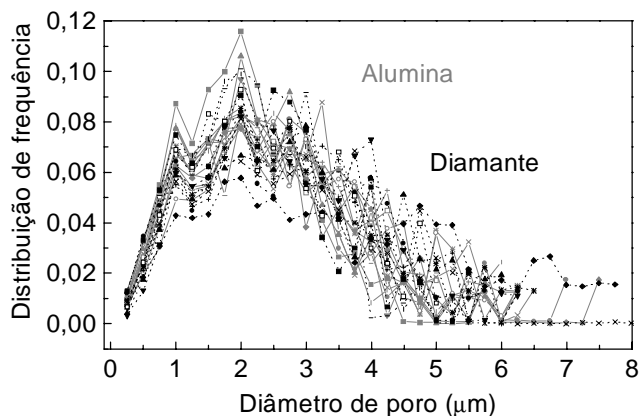


Figura 9. Comparação entre as distribuições de frequência obtidas para os dois polimento empregados (diamante e alumina).

Pode-se desta forma confirmar que praticamente não existe diferença nas distribuições apresentadas. Logo o polimento testado também não afeta diretamente os resultados de distribuição de tamanho de poros.

3.2.1. Porosimetria de intrusão de mercúrio

O resultado relativo ao diâmetro crítico da estrutura porosa pode ser observado na Figura 10. A porosidade obtida através da porosimetria de mercúrio foi 58,4%. Os valores de

porosidade determinados por este método são mais precisos do que aqueles apresentados na análise de imagens, pois a peça é analisada no campo tridimensional.

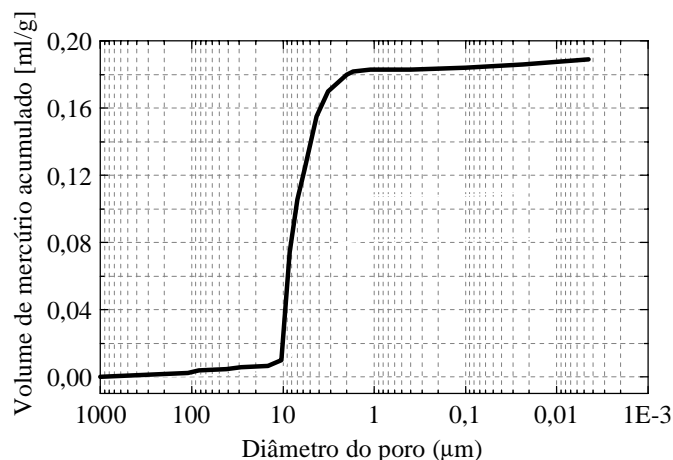


Figura 10. Diâmetro crítico de poro por porosimetria de intrusão de mercúrio.

A porosimetria de Hg fornece um valor aproximado de $D_c = 9 \mu\text{m}$. O diâmetro crítico determinado pela porosimetria de Hg se deve não somente ao diâmetro dos poros, mas também ao arranjo de poros dentro da estrutura. Poros com diâmetros menores do que $1\mu\text{m}$ e maiores do que $15\mu\text{m}$ não foram detectados.

4. CONCLUSÕES

Com respeito a determinação da porosidade total da amostra, tanto o uso do princípio de Arquimedes como da geometria se mostraram adequados, tomando como base o valor obtido pela porosimetria de intrusão de mercúrio. Sendo ambos bem mais rápidos e menos trabalhosos que a análise de imagens. A análise de imagens fornece importantes informações adicionais, como, distribuição freqüencial e cumulativa do tamanho dos poros, aquelas obtidas pela porosimetria de mercúrio, diâmetro crítico. De acordo com os resultados apresentados na análise morfológica o tipo de polimento utilizado não tem uma influência significativa na porosidade e na distribuição de tamanho de poros. Entretanto, a análise de imagens parece mascarar parte da porosidade quando comparada aos outros métodos, e estes problemas provavelmente se devem a etapa de preparação da amostra, onde temos como principal etapa o polimento. Já a modificação no aumento utilizado mostrou grande influência na distribuição de tamanho de poros, sendo que o aumento de 500x se mostrou mais adequado que o de 200x por possibilitar a detecção de uma maior amplitude de diâmetro de poros, tornando a distribuição mais completa. Testes adicionais com aumentos maiores e menores prosseguem com o intuito de melhor analisar esta influência. O programa Imago também apresentou um desempenho mais satisfatório que o programa analySIS para a análise de estruturas porosas com porosidade na ordem de 50%. Estudos prosseguem sempre na expectativa de se conseguir boa uniformidade na distribuição de poros e maior capacidade de bombeamento capilar.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Dr. Celso P. Fernandes, ao Prof. Paulo C. Philippi e ao Prof. José A. Bellini da Cunha Neto pelo apoio técnico dispensado na execução dos trabalhos.

5. REFERÊNCIAS

- Bellini, J.A., 1992, Transport d'humidité en matériau poreux en présence d'un gradient de température. Caractérisation expérimentale d'un béton cellulaire, l'Université Joseph Fourier Grenoble I, pp.35-40, Ph.D. Thesis.
- Cahn, R.W., 1991, Materials science and technology: A comprehensive treatment processing of metals and alloys, VCH Publishers Inc., vol.15, New York.
- Fedorchenko, I.M., 1980, Progress in work in the field of high-porosity materials from metal powders and fibers, Plenum Publishing Corporation, pp.615-622.
- Goncharov, K. and Nikitkin, M., 1995, Loop heat pipes in thermal control system for "OBZOR" spacecraft, Paper 951555, 25th. International Conference on Environmental Systems, San Diego, July 10-13.
- Ku, Jentung, 1993, Overview of capillary pumped loop technology, 29th National Heat Transfer Conference, Atlanta, Georgia, August 8-11, HTD-vol. 236.
- Maidanik, Yu.F., Fershtater, Yu.G., Goncharov, K., 1991, Capillary-pump loop for systems of thermal regulation of spacecraft, 4th European Symposium on Space Environmental and Control Systems, Florence, October 21-24.
- Reimbrecht, E.G., Fredel, M.C., Bazzo, E., Pereira, F.M., 1998, Manufacturing and microstructural characterization of sintered nickel wicks for capillary pumps. Materials Research, vol.2, n°3, pp.225-229, 1999.
- Thümmler, F. & Oberacker, R., 1993, Introduction to powder metallurgy, The Institute of Materials, Carlton House Terrace, London.