

Produção e caracterização de elementos porosos cerâmicos para evaporadores capilares

Lucas F. Berti

Laboratório de Combustão e Engenharia de Sistemas Térmicos; Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil] berti@labcet.ufsc.br

Carlos R. Rambo

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Departamento de Eng. Química e Eng. de Alimentos – EQA – UFSC Florianópolis – SC [Brasil] rambo@enq.ufsc.br

Eduardo G. Reimbrecht

Laboratório de Combustão e Engenharia de Sistemas Térmicos – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil] Eduardo@labcet.ufsc.br

Edson Bazzo

Laboratório de Combustão e Engenharia de Sistemas Térmicos – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil] ebazzo@emc.ufsc.br

Dachamir Hotza

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Departamento de Eng. Química e Eng. de Alimentos – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil] dhotza@gmail.com

Estruturas porosas têm sido utilizadas em bombas capilares, empregadas no controle térmico para aplicações aeroespaciais. Para essa aplicação, porosidade em torno de 50% e tamanho de poros de, aproximadamente 10 μm , são propriedades desejadas. Neste trabalho trata-se da produção e caracterização morfológica de cerâmicas porosas. Os elementos porosos cerâmicos foram conformados por colagem de barbotina, que foi preparada com uma razão $\text{TAI}_2\text{O}_3/\text{Mulita}$ de 1:4 e aditivos químicos. Carbono ativado foi adicionado em razões carbono/material cerâmico de 1:10 e 4:10. Depois de secas, as amostras foram calcinadas a 600°C, durante 180 min, em atmosfera oxidante, e, posteriormente, sinterizadas a 1600°C, durante 120 min. A caracterização microestrutural do material foi realizada por microscopia eletrônica de varredura e análise de imagens com o *software* IMAGO®. Porosidades de 59% e 79% foram obtidas nas peças após calcinação, 48% e 68% após sinterização com razões de carbono/material cerâmico de 1:10 e 4:10, respectivamente.

Palavras-chave: Bombeamento capilar. Caracterização morfológica. Carbono ativado. Elementos porosos cerâmicos.



1 Introdução

Sistema de bombeamento capilar tem-se mostrado um dispositivo adequado para controle térmico e isotermação de componentes eletrônicos em satélites e estações orbitais, capazes de transferir altas cargas de calor com pequenos gradientes de temperatura (BAZZO, 1996).

Proposto, a princípio, para utilização em processos de controle térmico de satélites e estações espaciais, só despertou o interesse dos Estados Unidos da América (EUA) e da Rússia no fim da década de 70 do século passado. Em 1992, na Universidade Federal de Santa Catarina, (UFSC), em parceria com Internet Key Exchange (IKE) - Universidade de Stuttgart e Forschungszentrum Jülich da Alemanha, o desempenho dos Sistemas de Bombeamento Capilar (Capillary Pumped Loop, [CPL]) foi analisado com o intuito de torná-los competitivos para uso geral. Na ocasião, os CPLs foram postos em paralelo para serem testados com diferentes cargas térmicas. As estruturas capilares desses sistemas eram compostas por tubos de alumínio com ranhuras circunferenciais (BAZZO, 1996).

Elementos porosos de níquel e aço inoxidável foram então desenvolvidos para a aplicação em CPLs. Por meio da utilização de pó de níquel Carbonila NP-123, obteve-se porosidade em torno de 45%, com tamanho de poros d_{90} 3 μm . Com o pó de aço inoxidável AISI316L chegou, a aproximadamente, 40% e tamanho de poro d_{90} de 3,5 μm (REIMBRECHT et al., 2003). No entanto, em razão de essa classe de material não apresentar algumas propriedades físico-químicas dos materiais cerâmicos, tais como baixo coeficiente de dilatação térmica e altas estabilidades térmica e química, as pesquisas foram direcionadas para o desenvolvimento de elementos porosos cerâmicos. Para essa aplicação, porosidade em torno de 50% e tamanho de poros de, aproximadamente, 10 μm

são propriedades desejadas (REIMBRECHT et al., 2002).

Na técnica de adição de agente formador de poros (ALMEIDA; MELO; THIM, 2002), foi proposto como agente a erva mate (*Illex paraguayensis*). Esses elementos porosos alcançaram a porosidade média de 51%, com tamanho de poro d_{90} de, aproximadamente 2 μm (TABALIPA et al., 2002). No entanto, após a sinterização, essa técnica ainda apresentava, algum tipo de resíduo (TABALIPA et al., 2004).

Para reduzir a quantidade de resíduos propôs-se a utilização de um material que, na remoção térmica, resultasse na formação de compostos mais simples e com uma grande capacidade de reação. Dessa forma, foi selecionado o carbono ativado, que possui alta área superficial e alta energia para a reação de oxidação. Entretanto, a adição de carbono ativado em uma suspensão com mulita e alumina pode promover a desestabilização da suspensão (BERTI, 2005).

Neste trabalho, trata-se da produção e da caracterização morfológica de cerâmicas porosas compostas de Al_2O_3 e mulita. Para verificar a eficiência do elemento poroso como estrutura capilar, foi montada uma bancada com um CPL utilizando tal estrutura e o comportamento térmico, avaliado.

2 Materiais e métodos

Os elementos porosos foram fabricados com Al_2O_3 (A1000SG, ALCOA S.A) e $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (Treibacher Schleifmittel Brasil – TSB), com distribuição de tamanho partículas similares. Carbono ativado, CA, (Indústrias Químicas Carbomafrá S.A., 0,4 g/cm^3 , com 80% das partículas menores que 44 μm) foi utilizado como agente formador de poros. As composições químicas dos pós-cerâmicos e do CA podem ser vistos na Tabela 1:

Tabela 1: Composição típica dos pós de alumina, mulita e CA

Material	Composição típica (% em massa)						
	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	CaO	B ₂ O ₃
Al ₂ O ₃	99,8	0,06	0,02	0,03	0,03	0,02	0,003
Mulita	Al ₂ O ₃	SiO ₂		Na ₂ O		Fe ₂ O ₃	
	75,63	24		0,30		0,07	
CA	Carbono		Nº. de lodo (mg l ₂ /g C.A.)			Cinzas	
	> 90		700 máx.			4 máx.	

Fonte: Os autores.

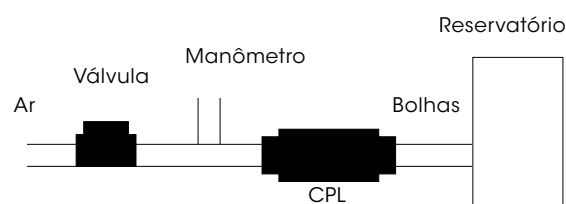
Os elementos porosos foram conformados por colagem de barbotina. Confeccionaram-se amostras de elementos porosos com 15 mm de diâmetro e 70 mm de comprimento. A variação de porosidade foi realizada modificando a quantidade de CA adicionado.

A barbotina utilizada na fabricação desses elementos foi preparada com uma razão alumina/mulita de 1:4. CA foi adicionado em razões carbono/material cerâmico de 1:10 e 4:10. A barbotina foi vazada em moldes de gesso. As amostras foram secas e calcinadas a 600°C, durante 180 min, em atmosfera oxidante e, posteriormente, sinterizadas a 1600°C, durante 2 horas.

A caracterização dos elementos porosos foi realizada, utilizando-se as seguintes técnicas de caracterização: Princípio de Arquimedes, com mercúrio como fluido de trabalho, PPA; Porosimetria por Intrusão de Mercúrio, MIP (Micrometrics Pore Sizer 9320) para a determinação de porosidade e diâmetro crítico da estrutura, d_c , com precisão de $\pm 0,1\%$ poros no intervalo de tamanho de 0,006 a 360 μm . Para análise de imagens, (AI), realizou-se a caracterização morfológica com o auxílio do *software* IMAGO®. Nessa análise, foram determinadas a distribuição do tamanho de poros, porosidade e função correlação das amostras analisadas. A microestrutura dos elementos porosos foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura MEV (Phillips XP30). O d_c foi determinado por meio

dos ensaios AI, MIP e Teste de Bolhas (TB). Tal diâmetro é importante na aplicação de estruturas porosas utilizadas em CPLs, pois, quanto menor o d_c , maior a pressão capilar que a estrutura porosa é capaz de promover. Essa pressão é responsável pela movimentação do fluido através do sistema de tubulação entre o evaporador e o condensador. Conseqüentemente, com o menor d_c , maior o limite capilar do CPL.

A diferença de pressão suportada pela estrutura capilar ante a entrada de gás para a linha de fluido foi determinada pelo TB. O aparato para o TB pode ser visualizado na Figura 1. Nesse teste, no primeiro instante, a válvula é fechada, e todo o sistema preenchido pelo líquido (acetona). A válvula é então aberta, e o ar, pressurizado no sistema. Ao verificar a existência de bolhas na tubulação próxima ao reservatório, toma-se essa pressão para cálculo.

**Figura 1: Desenho esquemático do aparato para teste de bolhas**

Fonte: Os autores.

Esse teste, além de mostrar a pressão que a estrutura porosa pode suportar, verifica a correta montagem do sistema, que, se apresentar um valor muito baixo de pressão de percolação do gás na estrutura, é indicação da existência de fissuras ou frestas que estão agindo como poros.

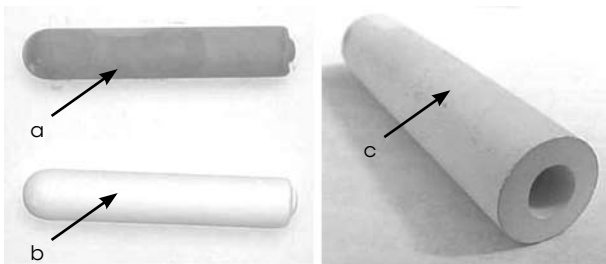
No ensaio para verificação do comportamento térmico no CPL, foi aplicada uma carga térmica de 10, 15, 20 e 30 Watts (w), com o reservatório em 55°C, e coletadas as temperaturas na entrada e saída do evaporador, no evaporador capilar e no condensador.



3 Resultados e discussão

Os elementos porosos fabricados podem ser vistos na Figura 2.

Figura 2: Elemento poroso cerâmico a verde (a), após o tratamento térmico a 600°C/3h (b) e depois do processo de sinterização (c)



Fonte: Os autores.

Na Figura 2 (a), pode-se ver o elemento poroso cerâmico a verde, logo após a retirada do molde e secagem. O elemento poroso cerâmico após o tratamento térmico para remoção do CA pode ser visto na Figura 2 (b), é possível constatar a mudança da coloração cinza para a coloração branca, em decorrência da remoção do CA. O elemento poroso cerâmico pronto para ser montado no CPL como estrutura capilar, pode ser observado na Figura 2 (c), em que se vê o canal no interior do tubo, por meio do qual o fluido no estado líquido chega ao evaporador.

A porosidade das amostras determinadas por PPA pode ser vista na Tabela 2.

Tabela 2: Porosidade determinada por PPA das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas

Amostras	Porosidade (%)	
	Pré-sinterizada	Sinterizada
1:10	58,8 ±0,2	47,7 ±0,2
4:10	78,4 ±0,1	68,2 ±0,3

Fonte: Os autores.

As amostras que tiveram a adição de 4:10 de CA na fabricação não apresentaram resistência mecânica satisfatória nem qualidade superficial,

demonstrando necessidade de um estudo reológico para obtenção de uma suspensão estável a fim de realizar o processo de colagem da barbotina.

A densidade das amostras, ρ_a , e a porosidade das amostras, ϵ_a , podem ser determinadas pelas equações (A) e (B).

$$\rho_a = m_s \rho_{Hg} / m_i \quad (a)$$

$$\epsilon_a = (1 - [\rho_a / \rho_{sólida}]) \cdot 100\% \quad (b)$$

em que, $\rho_{sólida}$ é a densidade da fração sólida, que foi adotada como média ponderada das densidades com as frações volumétricas de cada material na mistura, o que resultou em 3,05 g/cm³ e ρ_{Hg} , – a densidade do mercúrio – adotada como sendo 13,6 g/cm³.

Na porosimetria por intrusão de mercúrio ocorre a penetração de um fluido não molhante na estrutura porosa. Esse fenômeno é fundamentado na lei de Young-Laplace, que defende a necessidade da aplicação de pressão positiva para a penetração do fluido não molhante na estrutura. Esta pressão, p (Pa), é proporcional ao diâmetro do poro, d (m), à tensão superficial, σ (N/m), e ao ângulo de contato entre o sólido e o fluido, ϕ (REIMBRECHT et al., 2000). Esse fenômeno é modelado pela equação (C).

$$d = -4\sigma \cos \phi / p \quad (c)$$

O d_c é o diâmetro correspondente à pressão por meio da qual a maior parte da amostra é preenchida com fluido. Com essa pressão é possível calcular d_c pela equação (D), em que P_g é a pressão de gás aplicada no momento da percolação (Pa), g a aceleração da gravidade (9,81 m/s²), h a dife-

rença de altura da coluna de líquido do lado do reservatório no momento da percolação (m); θ o ângulo de contato do líquido com o material da estrutura capilar; ρ , a massa específica da acetona (g/cm^3 , 0,788), e , σ , a tensão superficial da acetona (N/m , $2,25 \cdot 10^{-2}$) (DUNN; REAY, 1994; REIMBRECHT, 2004).

$$d_c = \frac{\sigma \cdot \cos \theta}{P_g - \rho \cdot g \cdot h}$$

(d)

A porosidade obtida pelo MIP foi de 49,98%, e o d_c de, aproximadamente, 2 μm . –valor que se aproxima dos encontrados pela AI e PPA.

No teste de bolhas, a estrutura porosa ensaiada apresentou uma pressão capilar de, no mínimo, 6 kPa (a pressão aferida situa-se na região de no máximo do fundo de escala), o que corresponde a um d_c de aproximadamente 15 μm .

As imagens coletadas pelo MEV podem ser vistas na Figura 3:

A Fig 3, (a) e (b), foi coletada de uma região que mostra a topografia de fratura. É possível verificar na imagem (a), que a amostra apresenta uma microestrutura homogênea e relativamente densa. Na (b), verifica-se que a microestrutura é composta de grãos com tamanhos que variam entre 1-10 μm , o que contribui para o empacotamento/densificação do material. As imagens utilizadas para a análise imagética podem ser vistas na Figura 4:

Na Figura 4 (a) e (b), verifica-se a presença de poros grandes equiaxiais de aproximadamente 50 μm , e médios, próximos de 30 μm , com formatos alongados, circundados por poros pequenos de aproximadamente 10 μm , isotropicamente distribuídos. Os poros grandes não são interconectados diretamente entre si, não atuando, portanto, como d_c , o que levou a estrutura a apresentar o d_c na ordem de 10 μm .

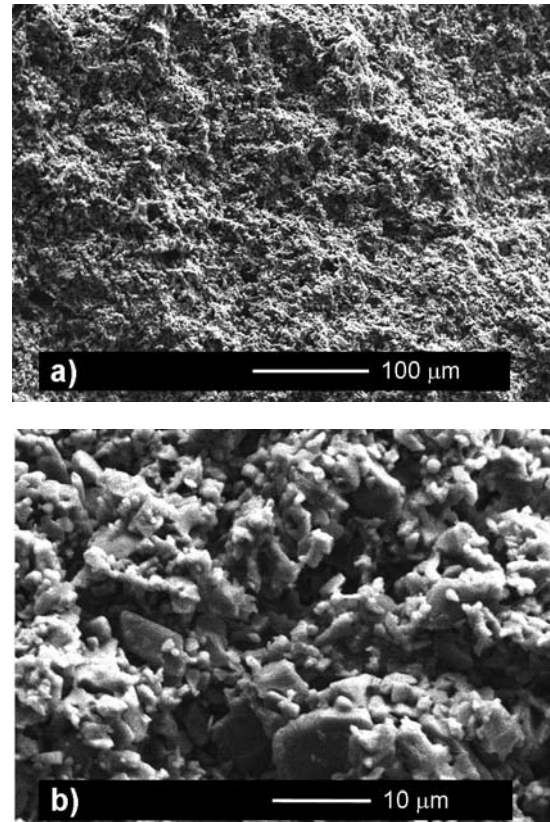


Figura 3: microestrutura da estrutura porosa com magnitude de 200x (a), 1600x (b), detectando elétrons secundários

Fonte: Os autores.

Pela análise de imagem foi possível determinar a porosidade das amostras, que foram de $51 \pm 1\%$ e $49 \pm 1\%$ nos cortes longitudinais e transversais, respectivamente. Pelo mesmo motivo da PPA, não foram avaliadas as imagens das amostras com 4:10 carbono/material cerâmico.

A função correlação, $C(u)$ – em que u é o vetor deslocamento –, obtida por análise de imagem, nas direções longitudinal e transversal, de uma amostra produzida utilizando-se 1:10 carbono/material cerâmico, é mostrada na Figura 5.

A função de autocorrelação de uma imagem binarizada fornece a probabilidade de intersecção na direção de deslocamento u , no eixo das abscissas, de dois pontos na fase de interesse (porosidade) entre a imagem e seu espelho, deslocado de l (BUENO et al., 2002).

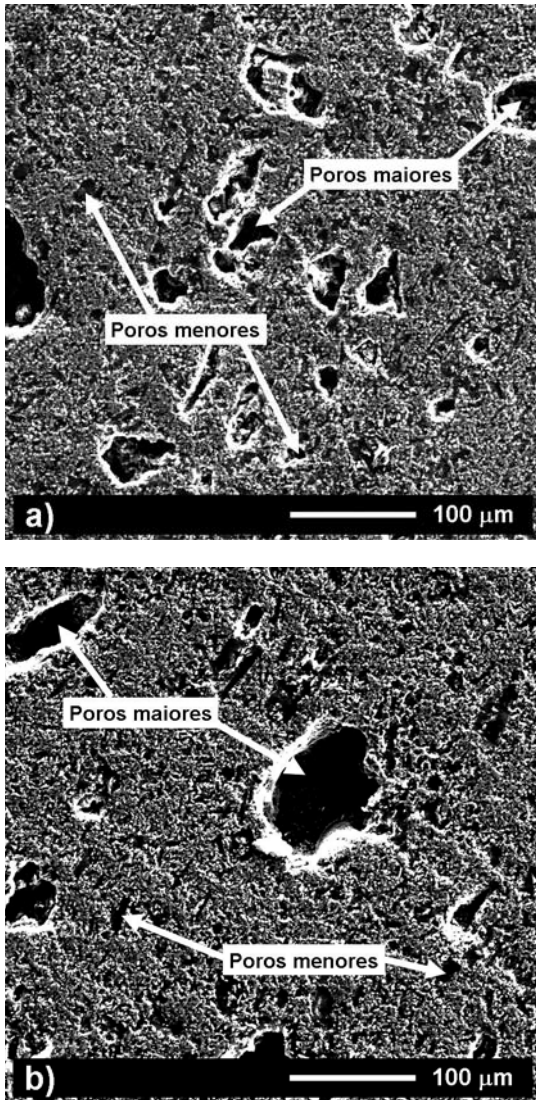
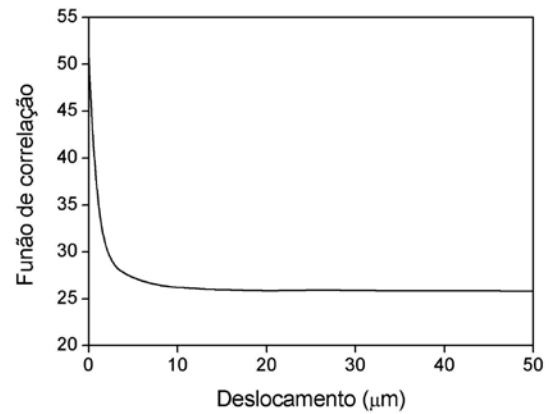
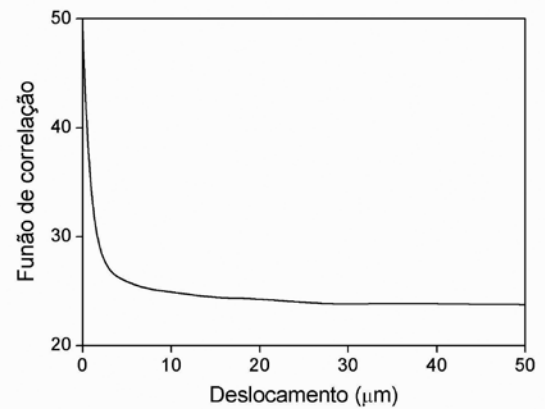


Figura 4: Microestrutura retratando um plano de corte longitudinal (a) em um corte transversal (b)
Fonte: Os autores.

Nas Figura 5 (a) e (b), com o deslocamento, $C(u)$ é reduzido, tendendo para o valor da porosidade ao quadrado. Isso é explicado porque, a partir de certo deslocamento, o somatório das partes que se sobrepõem não se modifica mais, representando uma estrutura mais organizada. Nas Figura 5 (a) e (b), é possível ainda verificar que a amostra é homogênea nessa magnitude de ampliação, em decorrência da baixa distância de correlação, em torno de 15 μm .



(a)



(b)

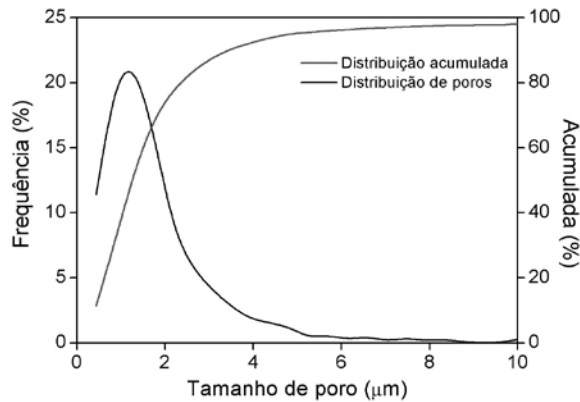
Figura 5: Função de autocorrelação do corte longitudinal (a) e do corte transversal (b)

Fonte: Os autores.

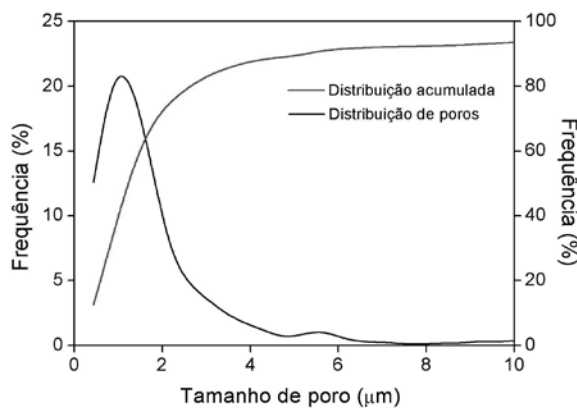
A distribuição de tamanhos de poros nos cortes referidos podem ser vistos na Figura 6.

Na Figura 6 (a), pode-se verificar que o d_{90} é de aproximadamente 3,5 μm e que a maioria de poros está na faixa de 1 μm . Na Figura 6 (b), observa-se que o d_{90} é de aproximadamente 5,5 μm e que a maioria de poros está na faixa de 1,5 μm . Valores de d_c que em média são da mesma ordem de grandeza que o obtido pelo TB, mostram que o sistema pode suportar uma pressão ainda maior do que a apresentada.

A Figura 7 apresenta o comportamento térmico do CPL.



(a)



(b)

Figura 6: Distribuição de poros na direção longitudinal (a) e transversal (b)

Fonte: Os autores.

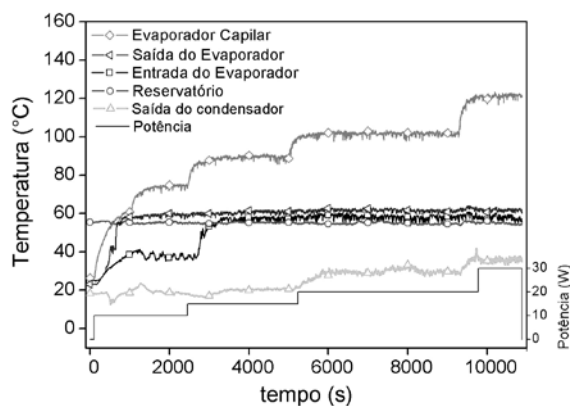


Figura 7: Comportamento térmico do CPL com 10, 15, 20 e 30W de potência aplicada no evaporador capilar

Fonte: Os autores.

Observando a Figura 7, é possível verificar que o CPL suportou 30 W, mantendo, constante, a temperatura da saída do evaporador, mesmo com o aumento da carga térmica, o que demonstra que o sistema com a estrutura capilar de cerâmica funciona e é capaz de transportar calor de um ponto – do evaporador capilar – para outro, condensador, mantendo a temperatura na linha de vapor constante e operando com um pequeno gradiente de temperatura entre a entrada e a saída da bomba.

4 Considerações finais

Verificou-se que o CPL, utilizando alumina como elemento cerâmico poroso, funcionou de maneira satisfatória com a aplicação de carga térmica. Com o teste de PPA, foi possível constatar que, no processo de sinterização, a estrutura capilar reduz sua porosidade em aproximadamente 10%, ou seja, a porosidade foi reduzida de 78% para 68% e de 59% para 48% para os elementos com razão de CA/pó cerâmico de 1:10 e 4:10, respectivamente. A composição de 4:10 de CA/pó cerâmico necessita de estudo reológico para obtenção de uma suspensão estável.

Pelo teste de bolhas, pôde-se determinar que a pressão capilar do CPL fosse pelo menos de 6 kPa. O tamanho de poro calculado é de aproximadamente 15 μm .

Pela análise microestrutural, foi possível verificar uma estrutura homogênea que apresenta poros de aproximadamente 50 μm e 30 μm circundados por poros com cerca de 10 μm . Na análise de imagem, constatou-se que a estrutura é homogênea e apresenta porosidades próximas àquelas obtidas por PPA, com diâmetro de poro de algo em torno de algo em torno de 4,5 μm .



Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro. Às empresas Treibacher Schleifmittel Brasil Ltda. e Indústrias Químicas Carbomafra S.A.; e à ALCOA S.A. pelo fornecimento das matérias primas necessárias. Ao LMPT/UFSC e ESSH pela concessão de licenças do *software* IMAGO®.

Manufacturing and characterization of ceramic wick structures for capillary pumped loop

Porous structures have been used in capillary pumped loop for thermal control in space application. For this application porosities of 50% and pore sizes of around 10 μm are suitable. The main objective of this paper is the manufacturing and characterization of porous wicks for capillary pumping. The wick structures were cast by slip casting. The slurry was prepared with Al_2O_3 /Mullite ratio of 1:4 and chemical additives. Activated carbon was added with a carbon/ceramic powder ratio of 1:10 and 4:10. After drying, the samples were calcined at 600° for 180 min in oxidizing atmosphere and latter sintered at 1600°C for 120 min. The microstructure of the wicks was characterized by scanning electronic microscopy and image analysis with IMAGO® software. Porosities of 59% and 79% were obtained from the samples after calcination, and 48% and 68% after sintering for carbon/ceramic powder ratios of 1:10 and 4:10, respectively.

Key words: Activated carbon. Capillary Pumped Loop. Ceramic wick structures. Morphological characterization.

Nota

Apresentado no 17° Congresso Brasileiro de Eng. e Ciência dos Materiais – CBECIMAT 15 a 19/11/2006, Foz do Iguaçu, PR.

Referências

ALMEIDA, F. A.; MELO, F. C. L.; THIM, G. P. Obtenção de cerâmica porosa a partir da técnica de conformação direta com amido comercial. Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA, 8, São José dos Campos, 2002. *Anais ...*, 2002. p. 259-264. Disponível em: <http://www.bibl.ita.br/viiiencita/Obtencao%20de%20ceramica%20porosa.pdf>. Acesso em: 20 nov. 2005.

BAZZO, E. *Investigação teorica e experimental de circuitos de bombas capilares*. 1996. 190p. Tese (Doutorado)-Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC-SC, Florianópolis, 1996.

BERTI, L. F. *Fabricação e caracterização de elementos porosos para sistemas bifásicos de transferência de calor passivos*. 2005. 51p. Trabalho de Conclusão de Curso - Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC-SC, Florianópolis, 2005.

BUENO, A. D.; SANTOS, L. O. E.; FERNANDES, C. P.; PHILIPPI, P. C. Reconstrução tridimensional da microestrutura de rochas-reservatório a partir de lâminas finas. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências Térmicas, 9, Caxambú - MG, 2002.

DUNN, P. D.; REAY, D. A. *Heat Pipes*. Londres: Pergamon Elsevier Science, 1994.

PETERSON, G. P. *An Introduction to Heat Pipes*. Nova York: John Wiley & Sons, 1994.

REIMBRECHT, E. G.; BAZZO, E.; ALMEIDA, L. H. S.; SILVA, H. C.; BINDER, C.; MUZART, J. L. R. Manufacturing of metallic porous structures to be used in capillary pumping systems, *Materials Research*, v. 6, n. 4, p.1-6, 2003.

REIMBRECHT, E.G.; NOGOSEKE, M.; PHILIPPI, P.C.; BAZZO, E.; SILVA, H.C. Fabricação e caracterização de elementos porosos cerâmicos para uso em bombas capilares. Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia dos Materiais, 15, Natal, 2002. *Anais...*, 2002. p 9-13.

REIMBRECHT, E. G.; MALISKA, A. M.; BAZZO, E. Análise comparativa entre métodos utilizados na caracterização de estruturas porosas aplicadas em bombas capilares. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 1, Natal, 2000. *Anais...*, 2000.

REIMBRECHT, E.G. *Fabricação, caracterização geométrica e determinação de propriedades hidráulicas de elementos porosos para uso em bombas capilares*. 2004. 135p. Tese (Doutorado)-Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC-SC, Florianópolis, 2004.

TABALIPA, F.; BAZZO, E.; FREDEL, M. C.; REIMBRECHT, E. G.; NOGOSEKE, M. Caracterização de elementos porosos cerâmicos para uso em bombas capilares. Congresso em Ciência de Materiais do Mercosul, Joinville, 2002. *Anais...*, 2002.

TABALIPA, F.; REIMBRECHT, E. G.; BAZZO, E.; PIRES, A. T. N.; HOTZA, D. Controle do resíduo gerado na fabricação de elementos porosos cerâmicos para uso em sistemas de bombeamento capilar. Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia dos Materiais, 16, Porto Alegre, 2004, *Anais...*, 2004.

Recebido em nov. 2007 / aprovado em maio 2008

Para referenciar este texto

BERTI, L. F. et al. Produção e caracterização de elementos porosos cerâmicos para evaporadores capilares. *Exacta*, São Paulo, v. 6, n. 1, p. 57-64, jan./jun. 2008.