



FUNDAMENTOS TEÓRICOS E MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DA PROPRIEDADE “PERDA AO HIDROGÊNIO PARA PÓS DE COBRE”¹

Gustavo Furigo²

Domingos Theodoro Andrade Figueira Filho³

Resumo

O presente trabalho mostra resultados de experimentos com o ensaio de “Perda ao Hidrogênio” em pós metálicos de cobre, obtidos pelos métodos de produção por Atomização a água e Eletrólise. Adicionalmente foi efetuada a caracterização das amostras destes pós metálicos com métodos de ensaio padronizados, envolvendo: formato da partícula, com o auxílio do uso de microscópio eletrônico de varredura, distribuição granulométrica por peneiramento; ensaios de densidade aparente e escoabilidade, através de dispositivo funil de Hall e Carney; análise química por espectrometria de emissão atômica, para a verificação dos principais constituintes da massa de pó e o ensaio de teor de insolúveis em meio ácido, para determinação de impurezas residuais à base de silicatos e aluminatos. Através desta caracterização, foi possível comparar e discutir as principais diferenças entre as amostras e fazer considerações importantes a respeito destes pós metálicos. Com a montagem e operação do aparato de teste para “Perda ao Hidrogênio”, foi necessário observar e entender as características relevantes deste ensaio, desde a preparação das amostras, detalhes, como a influência da altura da massa de pó metálico na navícula cerâmica, variação qualitativa do fluxo de gases no forno tubular e o resfriamento da amostra após o ensaio, sendo este último, o fator mais decisivo no comportamento morfológico da amostra.

Palavras-chaves: Perda ao hidrogênio; Nível de oxidação; Teor de oxigênio.

THEORETICAL BACKGROUND AND METHOD FOR DETERMINATION THE PROPERTY “HYDROGEN LOSS FOR COPPER POWDERS”

Abstract

This paper shows results of experiments with the test “Hydrogen Loss” in metallic powders of copper, obtained by the methods of water atomization and electrolytic deposition. Addition was made to characterize the samples of metal powders with standardized test methods involving: study of the particle shape, with the aid of electron microscope scanning and the particle size distribution by Sieving; check processing behavior of particles, with tests of apparent density and flow rate, made through the funnel Hall / Carney, in addition to chemical testing, using chemical analysis by atomic emission spectrometry for analysis major constituent of the mass of powder and acid insoluble for determination of residual impurities based on silicates and aluminates. Through this characterization, it was possible to compare and discuss the main differences between the samples and make important considerations regarding these metal powders. With the assembly and operation of the apparatus to test for hydrogen loss and the subsequent tests, was necessary to observe and understand the relevant characteristics of this test, from sample preparation, details such as the influence of the height of the mass of metal powder in the combustion boat, variation qualitative flow of gas in the tube furnace and cooling the sample after the test, the latter being the most decisive factor in the morphological behavior of the sample.

Key-words: Hydrogen loss; Level of oxidation; Oxygen content.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² Aluno do curso de Engenharia de Materiais do Centro Universitário da FEI, gufurigo@hotmail.com

³ Professor do Depto. Eng. Metalúrgica e de Materiais. Centro Universitário da FEI. sinter@sti.com.br



1 INTRODUÇÃO

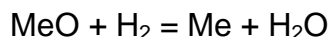
Por mais rigoroso que seja o processo de produção de pós metálicos pelos processos convencionais de Atomização e Eletrólise, dificilmente o produto final será totalmente livre de inclusões ou oxidações. Os particulados produzidos são altamente propensos a terem uma significativa camada de óxido em sua superfície. Além disso, muitos materiais absorvem consideravelmente quantidades de gases e vapores provenientes da atmosfera.⁽¹⁾ O método de produção por atomização consiste em fazer o metal ou liga fundida passar por um pequeno orifício, onde o filete de material fundido é jateado tanto por água, ar ou gás inerte. O metal se solidifica de acordo com as características utilizadas no processo, como a pressão do jato e a temperatura do metal líquido, resultando então na partícula. A velocidade e ângulo do jato são alguns dos fatores que determinam a estrutura morfológica e física do particulado.⁽¹⁾ Outro processo que permite a produção de pós metálicos é a Deposição Eletrolítica. Este processo consiste na deposição do metal num catodo da célula eletrolítica através da utilização de soluções aquosas ou sais fundidos, de forma que possa ser posteriormente desintegrado e facilmente transformado em pó. O atrativo é a produção de particulados com excelente grau de pureza.

Fator muito importante na utilização e manuseio dos pós metálicos em geral é a sua proteção quanto à exposição ao ar atmosférico. Dependendo do tipo de embalagem de acondicionamento pode haver um progressivo aumento do nível de oxidação da massa de pó metálico. Por isso, é usual na produção e utilização de pós metálicos a realização de ensaios com o intuito de se conhecer tanto a quantidade de impurezas, quanto a quantidade de gases e vapores absorvidos. Uma maneira bastante utilizada atualmente para a determinação do teor aproximado de oxigênio presente em uma amostra de pó metálico é a prática do ensaio de “Perda ao Hidrogênio” [2]. Neste ensaio uma amostra de pó metálico é aquecida em um forno tubular até uma temperatura pré-estabelecida para o ensaio e sob uma atmosfera controlada de hidrogênio por um dado tempo. A perda de peso da amostra é determinada pelo valor aproximado de oxigênio contido no corpo de prova.⁽²⁾

Ao submeter a amostra a uma atmosfera de hidrogênio, ocorrem reações químicas que são potencializadas pela alta temperatura. A reação química principal que ocorre no ensaio está descrita a seguir:⁽³⁾



A amostra tende a perder a massa proveniente do oxigênio dissolvido. Porém esta não é a única reação existente no ensaio, a outra e não menos importante é a reação de redução de óxidos metálicos, alguns óxidos são altamente suscetíveis à redução nas condições do experimento, como mostrado na equação a seguir:⁽³⁾



Por isso, é importante que fatores e características do ensaio sejam levados em consideração para que a interpretação dos resultados seja a mais correta possível. O ensaio de perda ao hidrogênio não inclui o oxigênio presente em certos óxidos os quais não são redutíveis nas condições do ensaio como: CaO, SiO₂, Al₂O₃, MgO, BeO e TiO₂. Entretanto, ele inclui qualquer hidrocarboneto ou vapor de água presentes na amostra que são evaporados nas condições de ensaio.⁽³⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais Selecionados

Para este trabalho, foram selecionadas amostras de dois tipos de pós cobre em quantidades consideradas suficientes para a realização dos experimentos.

A seleção das amostras foi influenciada pela larga utilização dos pós de cobre na indústria de sinterizados, obtidos por processos distintos, no caso: a Atomização a Água e a Eletrólise. O pó de cobre atomizado é largamente utilizado para fabricação de buchas autolubrificantes e peças estruturais de bronze, enquanto o pó de cobre eletrolítico é de fundamental aplicação em pastilhas de freio e eletrodos de solda.

2.2 Preparação do Forno Tubular para o Ensaio de “Perda ao Hidrogênio”

A preparação do aparato para o forno tubular foi baseado tanto pela descrição de literatura técnica e a montagem utilizada industrialmente. O desafio consistiu em criar uma atmosfera com um fluxo de gases ora inerte, no caso do nitrogênio e ora redutora, através de hidrogênio, com fácil conversão de uma para a outra. Portanto foi instalado na saída de cada gás um tubo polimérico, que se juntavam ao longo do caminho por uma válvula em formato de Y.

Seguido desta válvula, foi colocado um fluxômetro de gases, denominado rotâmetro. O equipamento disponível foi calibrado para o gás argônio, porém, quando se realiza a leitura para os gases hidrogênio e nitrogênio neste aparato, os valores reais de vazão são maiores do que o observado. Esta conclusão foi determinada, supondo o equilíbrio do flutuador no aparato sob um hipotético fluxo de gás. As forças que regem esta situação é dado pelo Empuxo, a Força de Arraste e o Peso do flutuador, Figura 1:

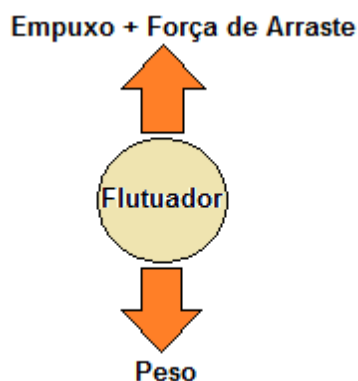


Figura 1: Representação esquemática das forças envolvidas no flutuador de um rotâmetro.

Fazendo a dedução do esquema anteriormente representado, determina-se a velocidade do gás no sistema. Quando se faz a relação entre as velocidades de dois gases diferentes para um mesmo sistema, é possível verificar, que há uma relação entre as viscosidades dinâmicas dos gases:

$$\frac{V_a}{V_b} = \sqrt{\frac{\mu_b}{\mu_a}}$$

Onde: - V_a = velocidade do gás A.
 - V_b = velocidade do gás B.
 - μ_a = viscosidade dinâmica do gás A.
 - μ_b = viscosidade dinâmica do gás B.

Trazendo para a situação atual, os valores de viscosidade dinâmica para o argônio, nitrogênio e hidrogênio são respectivamente 229×10^{-7} , $178,2 \times 10^{-7}$ e $89,6 \times 10^{-7}$ Pa.s.⁽⁴⁾ Aplicando a relação para estes valores, observa-se que a velocidade do hidrogênio e do nitrogênio, será maior quando comparado ao argônio, portanto, a vazão também aumentará.

Conectado ao rotâmetro, um tubo de material polimérico seria diretamente ligado a outro tubo de vidro, o final deste, estava inserido em uma rolha de cortiça, que então seria acoplada na entrada do tubo cerâmico do forno tubular. Na saída do forno, outra rolha de cortiça com um tubo de vidro foi também acoplado, desta vez, o tubo de vidro foi conectado a outra mangueira de material polimérico que levava para um lavador de gases.

Nos ensaios iniciais não foi utilizado o fluxômetro de gases, pois o enfoque nesta etapa era a observação da morfologia das amostras qualitativamente e não quantitativamente, portanto, o lavador de gases foi utilizado como parâmetro para medir de modo qualitativo a quantidade de gás que estaria sendo injetado ao sistema. Após a lavagem dos gases, outro tubo polimérico acoplado na saída do lavador levariam os vapores de gases para fora da sala de ensaio. Desta forma foi feito um sistema fechado com controle de atmosfera, a Figura 2 mostra o aparato esquemático para o ensaio e a Figura 3 mostra o aparato utilizado. O influxo de gases atmosféricos para dentro do tubo cerâmico foi um cuidado requerido a mais, devido a possível alteração de resultados, pois a amostra poderia interagir com o oxigênio presente e ganhar massa.

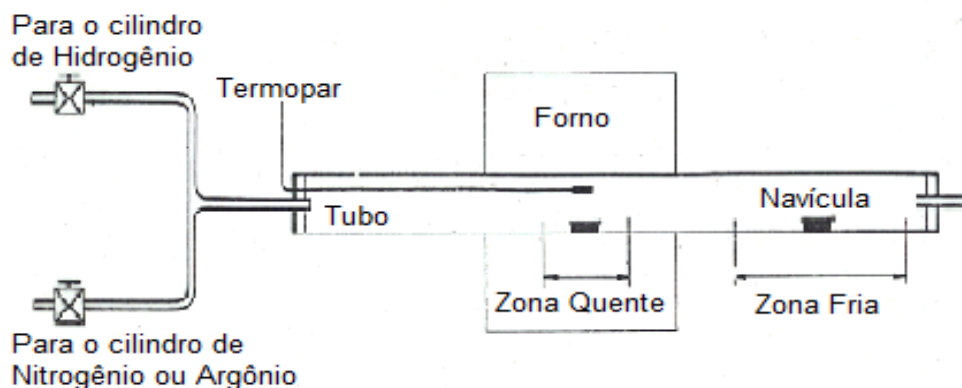


Figura 2: Representação esquemática do ensaio de Perda ao Hidrogênio. Adaptado de: IPT. Divisão Metalurgia. Laboratório Metalurgia do Pó. Ensaios para caracterização de diferentes pós metálicos. N°20158. Pág 30. 1985. [colocar na lista de referências](#)



Figura 3: Forno tubular com o aparato de Perda ao Hidrogênio acoplado, ao fundo, detalhe para as válvulas de injeção dos gases, e a frente, o lavador de gases.

2.3 Metodologia de Ensaio

Antes do início do ensaio, foi realizada a calcinação das navículas de alumina a 1.200°C, retirando quaisquer possíveis elementos voláteis, e posteriormente guardados em um dessecador com sílica gel. O ensaio de perda ao hidrogênio realizado foi baseado na norma ASTM E159 [colocar na lista de referências](#). Primeiramente, se pesou a navícula em uma balança com precisão de quatro casas decimais.

Com o auxílio de uma espátula o pó metálico foi sendo colocado na navícula. A norma menciona que a massa aproximada de pó deve ser em torno de 5 g, ou então o suficiente para que não ultrapasse 3 mm de altura na navícula para pós pouco densos. Após este procedimento, levou-se a navícula ao forno. Com a ajuda de um arame de aço, a amostra foi empurrada até o centro do forno tubular, garantindo que ela estivesse na zona quente, local do termopar de controle de forno.

Feito isto, foi injetado nitrogênio ao sistema. Depois de 3 minutos, o forno foi ligado até a temperatura de 875°C estipulada para o ensaio. Quando a temperatura programada era alcançada, o hidrogênio era introduzido e lentamente o gás inerte era fechado, desta forma, se contou 30 minutos permanência do fluxo de hidrogênio. Após este período, o fluxo de nitrogênio foi aberto e o de hidrogênio foi fechado. Então o forno foi desligado.

Foram testadas duas formas de resfriamento das amostras, a primeira simplesmente deixando as amostras resfriarem na zona quente do forno até a temperatura ambiente, e a segunda, retirando as amostras da zona quente depois de 2 minutos em que o fluxo de nitrogênio foi aberto. Este segundo procedimento foi baseado no deslocamento do tubo cerâmico. O forno utilizado possui dimensões pequenas, cada extremidade do tubo se encontra próximo de 7,5 cm para fora do forno. Antes do início do experimento, o tubo foi deslocado inteiramente para a saída dos gases, de forma que a rolha de entrada estivesse rente ao início da carcaça do forno. Então, quando se chegou ao final do experimento, o nitrogênio foi ligado, e após 3 minutos, o tubo foi então deslocado totalmente para a entrada dos gases. Desta forma, com esse deslocamento de 15 cm (7,5 cm de cada extremidade), pode se garantir que a navícula saiu completamente da zona quente do forno. Após terminado o experimento, novamente com um pegador a amostra deve ser retirada do forno e

prontamente pesada. O resultado do ensaio de perda ao hidrogênio é dado pela equação:

$$\%PH_2 = \frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1} \times 100$$

Onde: -M₁= massa da navícula vazia.

-M₂= massa da navícula com a amostra do ensaio.

-M₃= massa da navícula com a amostra após o ensaio.

O resultado final deve ser composto por uma média de dois ensaios padronizados com precisão de 0,01%.

3 RESULTADOS

3.1 Caracterizações das Amostras

3.1.1 Formato de partícula

Para a observação do estudo da superfície das partículas, foi utilizado elétrons secundários através do microscópio eletrônico de varredura (Figura 4). Pós atomizados a água, tendem a ter o seu formato irregular com alta densidade. Por sua vez, os pós eletrolíticos possuem formato dendrítico.

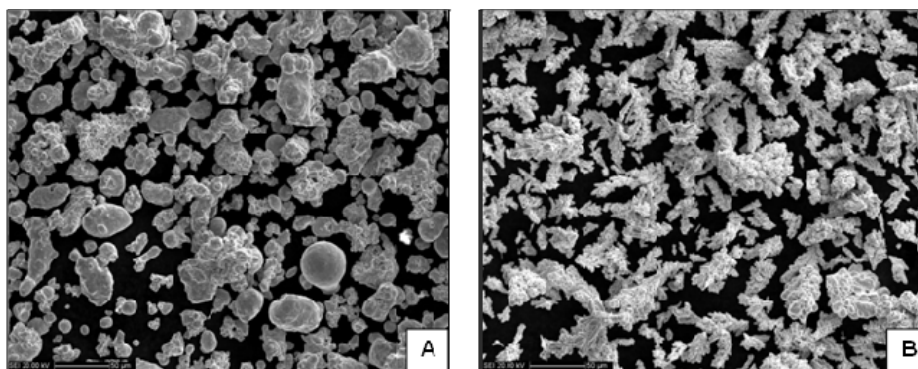


Figura 4: Imagem feita a partir de elétrons secundários mostrando o formato de partícula dos pós metálicos utilizados nos experimentos. (A) Cobre atomizado a água; (B) Cobre eletrolítico.

3.1.2 Distribuição granulométrica

A distribuição granulométrica foi realizada por peneiramento, de acordo com as faixas granulométricas estipuladas pelos fornecedores (Figura 5).

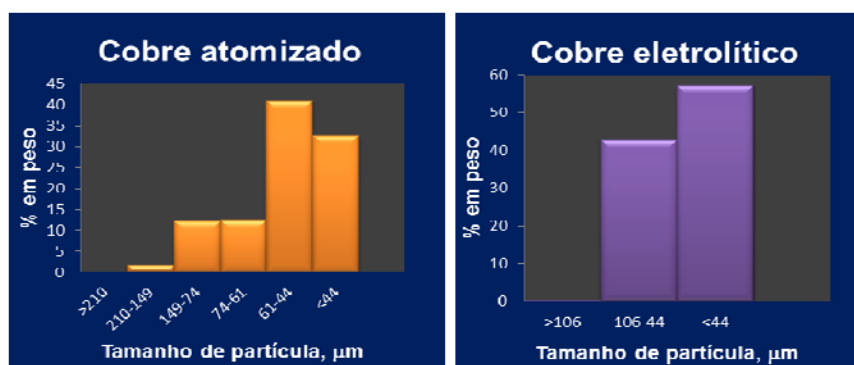


Figura 5: Distribuição granulométrica por peneiramento dos pós metálicos de cobre.

3.1.3 Densidade aparente e escoabilidade

O comportamento dos pós metálicos estudados estão indicados pela Tabela 1.

Tabela 1: Ensaio de densidade aparente e escoabilidade utilizando o funil de Hall/Carney

PÓS METÁLICOS	FUNIL	DENSIDADE APARENTE (g/cm ³)	ESCOABILIDADE (s/50g)
Cobre Atomizado	Hall	2,94*	27,81*
Cobre Eletrolítico	Carney	1,75	sem escoamento livre

*escoamento induzido mecanicamente.

3.1.4 Testes químicos

Foi realizada uma análise química por espectrometria de emissão atômica para verificar se a composição química do particulado é condizente com o indicado pelo fornecedor. Isto garante que não há nenhuma anomalia nas amostras que modifique os resultados dos demais ensaios. A análise pode ser observada pela Tabela 2:

Tabela 2: Análise química dos pós de cobre

AMOSTRAS	Elementos (% massa)					
	Si	S	Al	Pb	Sn	Zn
Cobre atomizado	*	*	*	0,002	0,072	*
Cobre eletrolítico	*	*	*	*	*	*

*quantidade inferior a 0,0001%.

Outro ensaio químico também foi feito para descobrir o teor aproximado de partículas não metálicas, insolúveis em ácidos determinados para cada tipo de pó metálico, denominado "Teor de insolúveis". Para o pó de cobre é indicado à utilização de ácido nítrico, os resultados são mostrados na Tabela 3:

Tabela 3: Resultados do ensaio de teor de insolúveis para pós metálicos

AMOSTRAS	REAGENTE	INSOLÚVEIS (%)
Cobre atomizado	HNO ₃	0,064
Cobre eletrolítico	HNO ₃	0,020

3.2 Resultados do Ensaio de Perda ao Hidrogênio

Os resultados do teste de perda ao hidrogênio são descritos de acordo com a ordem feita observado na Tabela 4. Na parte de discussões a particularidade de cada ensaio será explicitada.

Os resultados de Perda ao Hidrogênio são caracterizados pela particularidade de cada pó analisado, em relação as condições de produção. As variáveis do processo fazem com que os valores encontrados na literatura⁽²⁾ sejam estimados com uma certa faixa de distribuição e nos catálogos comerciais sejam representados por limites máximos. Para pós de cobre atomizado, a literatura estabelece uma faixa entre 0 e 0,5%, sendo que nos catálogos, o limite máximo é de 0,5%. Nos pós de cobre eletrolítico, é estabelecido uma faixa de 0,15% a 0,20% na literatura e um limite máximo de 0,35 % nos catálogos comerciais.

Tabela 4: Resultados do ensaio de Perda ao Hidrogênio

ENSAIO	PÓ DE COBRE	NAVÍCULAS POR ENSAIO	PH ₂ (%)		FLUXÔMETRO
			NAV. 1	NAV. 2	
1	Atomizado	2	0,14	0,20	Não
2	Atomizado	2	0,19	0,27	Não
3	Atomizado	2	0,13	0,05	Não
4	Atomizado	1	0,14	-	Não
5	Eletrolítico	2	0,3	0,11	Não
6	Eletrolítico	1	-0,003	-	Não
7	Eletrolítico	1	-0,015	-	Não
8	Eletrolítico	1	0,19	-	Não
9	Eletrolítico	1	0,19	-	Não
10	Eletrolítico	1	0,17	-	Não
11	Atomizado	1	0,26	-	Não
12	Atomizado	1	0,30	-	Não
13	Eletrolítico	1	0,18	-	Sim
14	Eletrolítico	1	0,14	-	Sim
15	Eletrolítico	1	0,17	-	Sim
16	Atomizado	1	0,30	-	Sim
17	Atomizado	1	0,31	-	Sim
18	Atomizado	1	0,29	-	Sim

4 DISCUSSÕES

4.1 Caracterização

Tanto a atomização, quanto a deposição eletrolítica, resulta em particulados relativamente densos com grande área superficial devido à irregularidade do formato. Pode-se afirmar que a principal região de concentração de oxidação e adsorção de gases nestas partículas é a própria superfície. Quando temos pós com tamanho de partículas maiores, a sua área superficial total é menor quando comparado com pós de menor granulometria para uma mesma massa de pó. Portanto, quanto maior a área superficial, mais susceptível estará o particulado a oxidação superficial e adsorção de gases, assim sua perda ao hidrogênio tenderá a ser maior.

Testes de comportamento do processamento de pós metálicos podem ser utilizados para revelar informações a respeito da condição do material. Para o ensaio de densidade aparente, todos os pós se adequaram aos valores estipulados pelos fornecedores. Uma surpresa neste caso é o não escoamento livre do pó de cobre atomizado. Apesar de todo o cuidado no armazenamento e manuseamento, a umidade do pó pode ter contribuído para aumentar a interação entre as partículas e promover uma fraca ligação entre elas. O valor de densidade aparente foi relativamente alto, pois quando se interfere no modo de escoamento do particulado, e o fluxo natural sendo induzido mecanicamente, pode alterar sensivelmente os resultados. Esta hipótese pode ser comprovada no ensaio de escoabilidade. Como não houve escoamento livre na amostra de cobre atomizado, o fluxo induzido resultou em um fluxo maior do que o seu escoamento livre, diminuindo os tempos de escoabilidade.

A análise química mostrou que o pó de cobre eletrolítico possui uma pureza em relação a contaminantes maior do que o cobre atomizado. Este resultado foi



confirmado então no ensaio de teor de insolúveis, no qual o valor de impureza do cobre atomizado se mostrou cerca de três vezes maior do que no cobre eletrolítico, portanto, pode se dizer que o processo utilizado na produção deste pó eletrolítico resulta em pós mais puros em relação ao cobre atomizado.

4.2 Perda ao Hidrogênio

O forno tubular utilizado possui aproximadamente 37 cm de comprimento em sua carcaça e cada lado do tubo como anteriormente descrito excede em 7,5 cm para fora da carcaça de cada lado. Comparado com outras instalações que utilizam fornos maiores e realizam o teste com duas amostras ao mesmo tempo, este teste foi iniciado com a tentativa de realizar a mesma forma de ensaio em fornos menores. O ensaio 1 foi realizado com duas amostras ao mesmo tempo, com 5 g de pó metálico em cada navícula. O resfriamento do forno foi realizado deixando as amostras resfriarem na zona quente. O resultado mostrou uma discrepância de resultados e as amostras saíram com uma coloração não uniforme e escura.

O ensaio 2 foi realizado como uma contra prova do primeiro, porém os resultados desiguais persistiram. O que estava claro era que havia um gradiente de temperatura considerável no forno, que fazia com que as amostras não saiam com o mesmo aspecto. Vale a pena ressaltar que as navículas alinhadas possuem aproximadamente 17 cm, um comprimento relativamente grande para obter uma temperatura sempre uniforme ao longo do tubo cerâmico do forno utilizado. Outra hipótese vinha do fato de que o fluxo de gases no forno poderia estar elevado em demasia, criando assim um gradiente de temperatura na atmosfera do forno, já que os gases entram em menores temperaturas e necessitam de um certo tempo para atingirem a temperatura do forno.

Em detrimento disto, no ensaio 3 os fluxos de gases foram diminuídos drasticamente, a ponto de haver poucas bolhas flotando no lavador de gases. Apesar disso o gradiente de temperatura persistiu no forno e as amostras apresentaram uma perda ao hidrogênio menor do que nos outros ensaios. Para verificar a influência do gradiente de temperatura, foi colocada no forno uma única navícula na sua região central e com o fluxo maior do que o teste anterior, representado pelo ensaio 4. A quantidade de pó na navícula também foi reduzida para não ultrapassar 3 mm de altura, desta forma a massa de pó caiu para aproximadamente 3,5 g de pó por navícula. A amostra saiu do forno com uma coloração uniforme, porém ainda escura e com um resultado de perda ao hidrogênio sem grandes conclusões, já que outros resultados maiores e menores haviam sido mostrados.

A última tentativa de realizar o ensaio com duas navículas ao mesmo tempo, foi o ensaio 5. O pó metálico utilizado agora foi o eletrolítico para descobrir se outro tipo de pó poderia alterar o resultado do processo. O que se viu, foi o mesmo resultado obtido com o cobre atomizado. Portanto, nesta altura, a utilização de duas navícula ao mesmo tempo estava descartada. Os ensaios 6 e 7, representam experiências que podem ocorrer eventualmente. No teste 6, a navícula foi retirada a aproximadamente 100°C e então levada ao dessecador para resfriar. O mesmo foi feito com a amostra 7, porém a 200°C, o resultado de ambas foi uma perda de massa negativa, ou seja, a amostra ganhou massa durante o período em que esteve exposta ao oxigênio com temperatura bem acima da recomendada pela norma para retirar as amostras.

Após dias realizando os ensaios, foi reparado que o método até então utilizado não era eficiente, pois para realizar o resfriamento do forno até a temperatura permitida para a retirada das amostras era muito alto, acima de 8 horas, podendo realizar apenas um ensaio por dia e consumindo uma quantidade em demasia de nitrogênio. Além disso, existe uma recomendação na norma, que após o ensaio e cerca de 2 a 3 minutos em que o nitrogênio esteja sendo injetado no sistema, a amostra deve ser deslocada para a zona fria do forno. Deste fato, veio a idéia de realizar o experimento através da técnica de deslocamento do tubo cerâmico do forno tubular, explicado anteriormente. Assim, esta técnica foi utilizada no ensaio 8 e 9. Uma navícula de cada vez, com a altura da amostra controlada e fluxo de gases garantindo uma boa homogeneização no sistema, aplicando então o resfriamento por deslocamento de tubo. O resultado mostra que houve um bom desempenho do processo, pois ambos os resultados não apresentaram grandes dispersões. A coloração da amostra foi semelhante a do pó metálico colocado na navícula, isto mostra que não houve reações de oxidação no particulado.

Assim, podendo considerar como fator decisivo para controlar a oxidação do particulado, o resfriamento das amostras. Outro teste foi feito para simular o início do processo em temperaturas maiores, representado pelo ensaio 10. Uma amostra foi preparada e colocada no forno a aproximadamente 90°C. O resultado foi que apesar de que assim que o sistema foi fechado e injetado gás nitrogênio, ao final do experimento foi constatado uma sensível coloração característica de oxidação na amostra, suficiente para diminuir o resultado de perda ao hidrogênio da amostra. A Figura 6 compara o estado dos pós metálicos após os ensaios.

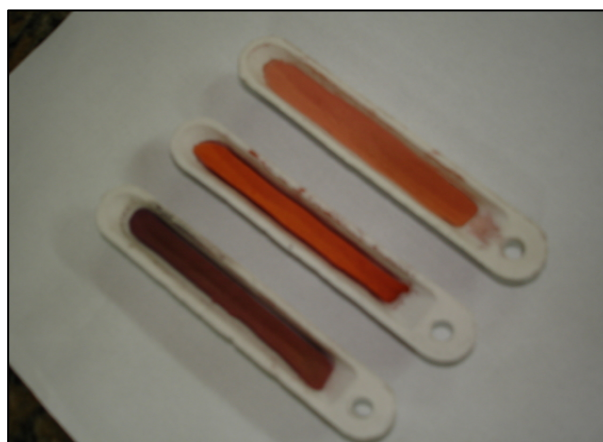


Figura 6: Imagens das navículas após o ensaio de perda ao hidrogênio. Da esquerda para a direita. A primeira navícula representa o ensaio 4, resfriada na posição central do forno,. A segunda navícula é representada pelo ensaio 10, colocada no forno a aproximadamente 90 °C, resfriada na zona fria do forno. A terceira amostra se refere ao ensaio 9, resfriamento realizado na zona fria.

Os ensaios 11 e 12 referem-se ao pó de cobre Atomizado ensaiado de acordo com o padrão que melhor obteve resultado no aspecto das amostras, ou seja, navículas colocadas no forno a temperatura ambiente e resfriamento na zona fria do forno. Entretanto, os resultados mostraram uma pequena dispersão, porém, com resultados mais consistentes do que os primeiros realizados com este tipo de pó, pois não houve oxidação das amostras.

Com o acerto da cinética de ensaio, proporcionando as amostras relevâncias na questão da veracidade dos resultados, os ensaios 13 ao 18, foram realizados com o fluxômetro. A norma do ensaio não determina o fluxo dos gases, porém, foi



estabelecida para estes ensaios uma vazão mínima encontrada em referências técnicas. A mais adequada para este tipo de experimento é de pelo menos 40 L/hora, para um tubo com diâmetro de 25 mm. O tubo utilizado possui um diâmetro próximo deste valor. Foi estabelecido este valor mínimo devido a imprecisão do rotâmetro, mas é possível garantir que o valor lido no aparato na realidade é maior, portanto, está dentro das referências seguidas.

Os ensaios 13 a 15, referem-se ao pó de cobre eletrolítico. Os resultados obtidos, mostraram valores consistentes com os encontrados na literatura, com uma dispersão significativa no ensaio 14. Os ensaios 15 a 18, realizados com cobre atomizado revelaram resultados aproximados, visto a sensibilidade do ensaio.

5 CONCLUSÃO

Os resultados encontrados estão compatíveis com as referências contidas na literatura técnica e catálogos de fornecedores de pós metálicos.

A utilização de 2 navículas por ensaio mostrou-se inadequada para o tipo de forno empregado devido a dispersão elevada de resultados.

Através dos experimentos foi possível determinar uma rota alternativa para a instalação do aparato realização dos ensaios de “Perda ao Hidrogênio”.

O resfriamento das navículas efetuado na zona quente provocou uma oxidação intensa das amostras, em função da provável existência de contaminantes nos gases.

O resfriamento das navículas realizado fora da zona quente mostrou resultados mais consistentes e isento de oxidação na massa de pó da amostra.

O pó Atomizado obteve resultados de Perda ao Hidrogênio ligeiramente superiores aos do pó Eletrolítico.

Será necessário mais resultados do ensaio para determinar a significância dos mesmos.

Agradecimentos

Ao Centro Universitário da FEI pela crença no projeto, a concessão da bolsa de iniciação científica e disponibilização total dos laboratórios.

REFERÊNCIAS

- 1 HIRSCHKORN, JOEL. Introduction to Powder Metallurgy. USA. 1.ed. New York: American Powder Metallurgy Institute, 1969.
- 2 ASM HANDBOOK. Powder Metal Technologies and Applications. USA. 9.ed. ASM International The Materials Information Society, 1985. v. 7.
- 3 RANDALL. M. GERMAN. Powder Metallurgy Science. USA. 1^a Ed. Metal Powder Industries Federation, 1994.
- 4 PERRY'S CHEMICAL ENGINEERS' HANDBOOK. New York. 8^a Ed. Mc Graw Hill, 2008.