



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA

INSTITUTO DE FÍSICA

Serviço de Biblioteca e Informação

Tombo: 3682
ex. 1

MICROBOCAIS SÔNICOS DE DIAMANTE

SUELENE DA SILVA

ORIENTADORA: PROFA. DRA. MARIA CECÍLIA B. S. SALVADORI

CO-ORIENTADOR: PROF. DR. MAURO SÉRGIO DORSA CATTANI

TESE APRESENTADA AO INSTITUTO
DE FÍSICA DA UNIVERSIDADE DE
SÃO PAULO PARA A OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE DOUTORA EM CIÊNCIAS
NA ÁREA DE FÍSICA

COMISSÃO EXAMINADORA:

PROF. DR. FERNANDO LÁZARO FREIRE JUNIOR
PONTÍFICA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO DE JANEIRO

PROF. DR. HOMERO SANTIAGO MACIEL
INSTITUTO TECNOLÓGICO DA AERONÁUTICA

PROF. DR. MARCOS DE MATTOS PIMENTA
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

PROF. DR. IBERÊ LUIZ CALDAS
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

SÃO PAULO

SBI-IFUSP



305M810T3682

Prof. Armando Corbani Ferraz
Presidente da Comissão de Pós Graduação

502.82

5586 m

D
ex 1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Silva, Suelene da

Microbocais Sônicos de Diamante.
São Paulo 2002.

Tese (Doutoramento) - Universidade de São Paulo
Instituto de Física – Departamento de Física Aplicada

Orientador: Profa. Dra. Maria Cecília B. S. Salvadori
Área de Concentração: Física

Unitermos: 1. Bocais sônicos; 2. Diamante CVD;
3. Escoamento bloqueado;
4. Controlador de vazão;
5. Medidor de vazão.

USP/IF/SBI-024/2002

Dedicatória

Dedico à minha amada mãe,

Elza Piva.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

Aos Profs. Marcos Tadeu e Kazuto Kawakita, do Laboratório de Vazão do IPT, como também aos funcionários, pela utilização da bancada de testes de vazão e pelo auxílio na realização dos testes das amostras fabricadas.

Ao Prof. Wagner Rossi, do Centro de Laser e Aplicações do IPEN, como também aos funcionários, pela realização dos cortes nas amostras fabricadas.

Ao Prof. Daniel Ugarte, do Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS, como também aos funcionários, pela utilização dos microscópios para a caracterização das amostras.

Aos Profs. Patrick Verdonck e Ronaldo Mansano, do Laboratório de Sistemas Integráveis da POLI, pelo auxílio com o método de microfabricação das amostras inicialmente investigadas.

Ao Centro de Pesquisas Renato Archer, em Campinas, pela fabricação da máscara litográfica utilizada na microfabricação das amostras inicialmente investigadas.

Ao Prof. José Henrique Vuolo, do IFUSP, pelas discussões, esclarecimentos e auxílio no desenvolvimento da bancada de corrosão utilizada.

Ao Prof. Marcos de Mattos Pimenta, da Engenharia Mecânica da POLI, pelos ensinamentos e discussões sobre a teoria de Mecânica dos Fluidos.

Aos colegas de grupo, Deilton, Alfredo e Leônidas, pelas discussões e auxílio no laboratório.

Aos funcionários da oficina mecânica, da marcenaria e do laboratório de química, do IFUSP, excelentes profissionais, pelas diversas e preciosas contribuições para a realização deste trabalho.

À Lia, do Departamento de Física Aplicada do IFUSP, pelo carinho e auxílio constantes.

À minha mãe, aos irmãos e aos amigos, sempre presentes, pelo carinho, paciência e apoio constantes.

Ao Victor Mammana, meu marido, pela companhia constante, carinho, compreensão e sobretudo pelas discussões, sugestões e diversas contribuições para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Mauro Cattani, do IFUSP, pelos ensinamentos e discussões sobre a teoria de Mecânica dos Fluidos e sobretudo pela co-orientação do trabalho realizado.

À Profa. Maria Cecília Salvadori, minha orientadora, pela oportunidade de desenvolver um trabalho na área de Física Aplicada no IFUSP e sobretudo pelo auxílio na realização dos diversos experimentos, discussões, sugestões e principalmente pelos preciosos ensinamentos.

À você, que por ventura eu tenha esquecido...

Enfim, agradeço ao CNPq e à FAPESP, pelo apoio financeiro.

Obrigada a todos.

Resumo

Um método original para a fabricação de microbocais de diamante com perfil convergente-divergente foi desenvolvido neste trabalho. O método de fabricação desenvolvido utiliza deposição de diamante policristalino sobre moldes que posteriormente são removidos. Os moldes utilizados são fios de tungstênio submetidos a um processo de corrosão eletrolítica para gerar o perfil convergente-divergente de bocal. O microbocal de diamante foi fabricado para ser utilizado como controlador e medidor passivo de vazão de fluidos, quando operando em condições críticas de escoamento. Testes de vazão de gás foram realizados, utilizando os microdispositivos fabricados, para determinar os parâmetros de escoamento necessários para a utilização dos microdispositivos como controladores e medidores de vazão de gás. Os parâmetros críticos de escoamento, a saber, a vazão mássica crítica, a razão crítica de pressão e a vazão volumétrica crítica, bem como a faixa do número de Reynolds do escoamento e o coeficiente de descarga, foram determinados para todos os microdispositivos. A faixa de variação do número de Reynolds dos escoamentos obtidos foi de $1 \times 10^3 - 7 \times 10^4$. Por exemplo, o microbocal de diamante com o menor diâmetro de garganta $(16 \pm 1) \times 10 \mu\text{m}$ apresentou vazão mássica crítica de $(0,344 \pm 0,006) \text{g/min}$, vazão volumétrica crítica de $(314 \pm 5) \text{cm}^3/\text{min}$ e coeficiente de descarga de $(1,27 \pm 0,19)$. Assim, foram fabricados com sucesso microbocais de diamante com perfil convergente-divergente e foram determinados os parâmetros críticos de escoamento que possibilitam a estes microbocais atuarem como controladores e medidores passivos de baixa vazão de gás.

Abstract

In this work an original method for the fabrication of diamond micronozzles with convergent-divergent profile is presented. The method uses the deposition of polycrystalline diamond over a mold, which is subsequently removed. The referred molds are tungsten wires patterned by means of an electrolytic etching procedure in a way that the divergent-convergent profile is generated. The main motivation for producing such micronozzles is its application as passive flow controllers and flow meters elements when operating under critical flow conditions. The micronozzles produced here were tested in order to determine the critical flow parameters that are necessary for its operation, as passive flow controllers and flow meters elements. The critical flow parameters (critical mass flow rate, critical pressure ratio and critical volumetric flow rate), the Reynolds number range and the discharge coefficient were determined for all the microdevices produced. The Reynolds number for the microdevices was found to be in the range of $1 \times 10^3 - 7 \times 10^4$. For instance, the diamond micronozzle with smaller throat diameter, $(16 \pm 1) \times 10 \mu\text{m}$, presented critical mass flow rate of $(0,344 \pm 0,006) \text{g/min}$, critical volumetric flow rate of $(314 \pm 5) \text{cm}^3/\text{min}$ and discharge coefficient of $(1,27 \pm 0,19)$. Therefore, diamond micronozzles were successfully fabricated with convergent-divergent profile and the critical flow parameters necessary for its operation, as passive flow controllers and flow meters elements, were determined.

Sumário

1	Introdução	08
2	Formulação teórica	11
2.1	Escoamento de fluidos.....	11
2.1.1	Escoamento isentrópico (presença de mudança de área).....	15
2.1.2	Escoamento de Fanno (presença de atrito).....	29
2.1.3	Escoamento isentrópico e de Fanno (presença de mudança de área e de atrito).....	33
2.2	Célula eletrolítica.....	37
2.3	Tensão superficial.....	41
2.4	Características do diamante.....	42
3	Material e Métodos	44
3.1	Fios de tungstênio utilizados.....	44
3.2	Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal.....	45
3.3	Bancada de corrosão utilizada na fabricação do perfil de bocal.....	46
3.4	Pré-tratamento da superfície do fio de tungstênio.....	48
3.5	Equipamento de deposição de filme de diamante CVD.....	49
3.6	Técnica de corte a laser dos fios de tungstênio.....	50
3.7	Técnicas de caracterização de superfície.....	51
3.7.1	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	51
3.7.2	Microscopia de Força Atômica (AFM).....	51
3.7.3	Espectroscopia de Raios-X (PIXE).....	52
3.8	Bancada de testes de vazão de gás.....	52
3.9	Procedimento Experimental.....	55
3.9.1	Fabricação do perfil convergente-divergente de bocal.....	55
3.9.2	Pré-tratamento da superfície do fio de tungstênio.....	59

3.9.3	Deposição de filme de diamante CVD.....	60
3.9.4	Corte a laser dos fios de tungstênio.....	60
3.9.5	Preparação das amostras para os testes de vazão de gás.....	61
3.9.6	Testes de vazão de gás.....	63
3.10	Descrição das amostras submetidas aos testes de vazão de gás.....	64
3.11	Procedimento de análise dos dados de escoamento.....	64
4	Resultados e Análise	68
4.1	Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal em fios de tungstênio.....	68
4.1.1	Polimento da superfície do fio de tungstênio.....	68
4.1.2	Comportamento da corrente de corrosão eletrolítica.....	71
4.1.3	Processo de mascaramento do fio de tungstênio.....	73
4.1.4	Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal.....	74
4.1.5	Estudo da reprodutibilidade das características do bocal.....	77
4.2	Processo de deposição de filme de diamante CVD.....	79
4.2.1	Pré-tratamento da superfície dos fios de tungstênio.....	79
4.2.2	Deposição de filme de diamante CVD.....	79
4.3	Preparação do microbocal de diamante para os testes de vazão de gás.....	88
4.3.1	Corte a laser dos microbocais de diamante.....	88
4.3.2	Processo de corrosão ácida do tungstênio.....	90
4.3.3	Fixação do microbocal de diamante no porta-amostras da linha de testes de vazão de gás.....	93
4.3.4	Características das amostras submetidas aos testes de vazão de gás.....	93
4.4	Análise dos parâmetros de escoamento obtidos nos testes de vazão de gás.....	95
4.4.1	Análise do comportamento da vazão mássica de gás (q_{me}).....	95
4.4.2	Análise do comportamento da vazão volumétrica de gás (Q_0).....	98
4.4.3	Determinação do número de Reynolds do escoamento (Re_d).....	101
4.4.4	Cálculo do coeficiente de descarga dos microdispositivos (C_d).....	105
5	Conclusões	110
6	Próximas Etapas	111

Apêndice

112

Referências

116

Capítulo 1

Introdução

Neste trabalho é proposto um método original para a microfabricação de bocais de diamante cilíndricos com perfil geométrico convergente-divergente. Bocais são dispositivos que podem ser utilizados como controladores e medidores passivos de baixas vazões de fluidos, quando operando em condições críticas de escoamento [02, 09, 72, 73], conhecidas como condições de blocagem ou sônicas [05, 06, 40, 41-49]. Os bocais são muito interessantes como controladores e medidores de vazão de fluidos por não introduzirem perturbações térmicas no sistema e, não tendo partes móveis, por operarem de forma passiva, não afetando em demasia o campo de escoamento [09, 72, 73]. Por prescindirem de partes móveis, os bocais são mais baratos e mais duráveis do que os medidores convencionais, o que reforça o interesse neste tipo de dispositivo para o controle e medição de vazão de fluidos [03].

O diamante foi escolhido como material para construir os microbocais devido às suas propriedades físicas singulares: extrema dureza ($1,0 \times 10^6 \text{ kg/cm}^2$), alta condutividade térmica (20 W/cm K), baixo coeficiente de expansão térmica ($1,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) e ser quimicamente inerte [33, 34]. Acredita-se que o diamante, com suas propriedades superlativas, será um dos materiais de grande importância tecnológica deste século [01].

A miniaturização dos dispositivos e equipamentos vem adquirindo uma importância cada vez maior no panorama tecnológico atual. Simultaneamente à microeletrônica, a evolução dos processos de miniaturização de dispositivos como motores, válvulas, controladores de fluxo, entre outros, traz uma crescente expectativa com relação às possíveis inovações decorrentes da integração destes microsistemas, produzindo os dispositivos MEMS (Micro-Electro-Mechanical-Systems), com aplicações de grande interesse tecnológico [02].

Dentre os diversos processos para a miniaturização de dispositivos, encontra-se a microfabricação e caracterização de atuadores em campos de escoamento de fluidos [02]. Um microdispositivo atuador em campos de escoamento de interesse crescente é o bocal controlador e medidor de vazão de fluidos, operando em condições críticas de escoamento. Esse interesse nasce da demanda por medidas de pequenas vazões de fluido com precisão e confiabilidade, em diferentes áreas de aplicação [02, 09]. A fabricação de microdispositivos que possam controlar e medir com precisão pequenas vazões de fluido, sem afetar em demasia o campo de escoamento, vem evoluindo muito nas últimas décadas. Isto se dá devido à possibilidade de diversas aplicações em áreas como a biologia, química, medicina, engenharia, indústria automobilística, aeronáutica, microeletrônica, informática, etc [02, 05].

A escolha do medidor de vazão adequado depende de fatores como custo, precisão, perda de carga, necessidade de calibração e facilidade de instalação e manutenção [03]. O medidor de vazão convencional constituído pela placa de orifício, por exemplo, possui baixo custo de fabricação mas apresenta grande perda de carga [03]. O bocal tem baixo custo de fabricação e baixa perda de carga e, além disso, apresenta facilidade de instalação e manutenção [03], o que reforça sua importância como medidor e controlador de vazão.

O bocal, para servir como instrumento de alta precisão na medida de vazão, necessita de calibração. Um dos parâmetros de calibração mais importante a ser determinado é o coeficiente de descarga do dispositivo. Este coeficiente, na verdade, relaciona os parâmetros reais do escoamento com aqueles previstos pelo modelo teórico utilizado [07, 08]. Não existe até o momento uma padronização para bocais com dimensões submilimétricas. Nestas dimensões, a reprodutibilidade da geometria dos microbocais e as tolerâncias admitidas nos processos de microfabricação são mais difíceis de serem controladas e por esta razão ainda são objetos de pesquisa.

Uma breve revisão bibliográfica sobre fabricação e caracterização de bocais é feita no apêndice deste trabalho para mostrar o desenvolvimento das pesquisas deste tipo de dispositivo.

Um resumo das formulações teóricas que descrevem o escoamento através de tubos e de bocais, como também aspectos da teoria relacionados às etapas do processo de fabricação dos microdispositivos aqui desenvolvidos, são descritos no próximo capítulo deste trabalho

(capítulo 2). No capítulo 3, de material e métodos, são descritos o processo de fabricação dos microbocais de diamante e os procedimentos adotados na fabricação e na realização dos testes de vazão dos microdispositivos. No capítulo 4 são mostrados e analisados os resultados obtidos na fabricação e na caracterização dos microbocais de diamante. Os dois últimos capítulos deste trabalho referem-se às conclusões (capítulo 5) e às sugestões para a continuidade do trabalho realizado (capítulo 6).

Após o último capítulo deste trabalho, encontram-se o apêndice e as referências bibliográficas que serviram de ponto de partida para esta investigação. Por último, encontram-se as publicações resultantes deste trabalho, evidenciando que os microbocais de diamante efetivamente se comportam como controladores e medidores passivos de vazão, quando operando em condições críticas de escoamento [72, 73].

Capítulo 2

Formulação teórica

Neste capítulo será feito um resumo da formulação teórica que descreve o escoamento de fluidos através de elementos de restrição, como os tubos e os bocais estudados neste trabalho. Também será abordado o mecanismo de funcionamento de células eletrolíticas que neste trabalho são utilizadas para fabricar o perfil de bocal em fios de tungstênio. Ainda, um resumo dos efeitos de tensão superficial será feito para evidenciar a formação de meniscos na interface de superfícies. E finalmente as características do diamante serão detalhadas para mostrar a conveniência da escolha deste material para a fabricação dos bocais.

2.1 Escoamento de fluidos

As propriedades do escoamento de fluidos normalmente são analisadas utilizando uma região arbitrária do campo de escoamento através do qual o fluido escoar. A esta região do campo de escoamento dá-se o nome de volume de controle. Efetuar a análise das propriedades do campo de escoamento sob o enfoque do volume de controle é mais conveniente devido ao fato de que os fluidos sofrem distorção e deformação contínuas, o que torna difícil identificar e seguir a mesma massa de fluido em todos os instantes. Utilizando um volume de controle arbitrário, as propriedades do campo de escoamento são descritas como funções das coordenadas espaciais e temporal (Método Euleriano). As principais propriedades do escoamento são descritas por meio de equações básicas gerais que são elaboradas utilizando as leis de conservação de massa, momento e energia [05, 06, 40, 41 - 49]. As equações básicas gerais na forma diferencial são descritas a seguir [41].

a) Conservação de massa,

$$\rho \frac{d\vec{V}}{dt} + \rho \nabla \cdot \vec{V} = 0 \quad (\text{Eq-01})$$

b) Conservação de momento,

$$\rho \frac{d\vec{V}}{dt} = \rho \vec{g} + \nabla \cdot \tau_{ij} \quad (\text{Eq-02})$$

c) Conservação de energia ,

$$\rho \frac{de}{dt} = \nabla \cdot (k \nabla T) + \tau_{ij} \frac{\partial V_i}{\partial x_j} \quad (\text{Eq-03})$$

onde \vec{V} é a velocidade do escoamento e V_i as suas componentes, ρ é a densidade, t é o tempo, \vec{g} é a aceleração da gravidade, τ_{ij} é o tensor de tensão normal e de cisalhamento, e é a energia por unidade de massa, k é a condutividade térmica, T é a temperatura absoluta e x_i as coordenadas x , y e z .

Para descrever o sistema de equações de uma forma mais completa é necessário utilizar também as equações de estado da termodinâmica que relacionam as propriedades ρ , h (entalpia) e μ (viscosidade absoluta) com as variáveis independentes (P e T).

Para facilitar a análise das propriedades dos campos de escoamento a serem estudados neste trabalho, algumas simplificações podem ser feitas nas equações básicas gerais descritas acima. Para esclarecer as simplificações a serem feitas, primeiramente são listados a seguir alguns conceitos com o objetivo de auxiliar no processo de análise dos campos de escoamento de interesse [05, 06, 40, 41 - 49].

O conceito de fluido será considerado como um composto de moléculas em constante movimento, formando um meio contínuo, que se deforma continuamente sob a aplicação de uma tensão de cisalhamento [05, 06, 40, 41 - 49]. Como uma consequência direta da hipótese de meio contínuo, o fluido que estiver em contato com uma fronteira sólida tem a velocidade da própria fronteira (hipótese de não-deslizamento). As forças superficiais que atuam num escoamento, quando tangenciais, provocam uma deformação no fluido devido à tensão de cisalhamento originada. Os fluidos nos quais a tensão de cisalhamento é diretamente proporcional a uma determinada taxa de deformação do fluido são chamados de fluidos

newtonianos. O coeficiente de proporcionalidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação dos fluidos newtonianos é chamado de viscosidade absoluta (ou dinâmica) (μ).

A maioria dos campos de escoamento é tridimensional, mas uma simplificação importante para fins de análise é o conceito de escoamento uniforme numa seção reta, no qual as propriedades do escoamento podem ser tomadas como uniformes ao longo da seção reta e o campo de escoamento pode ser descrito com um modelo unidimensional. Nestas condições, o escoamento é considerado como quasi-unidimensional. Quando as propriedades de um fluido variam ponto a ponto no campo de escoamento, mas não apresentam variação com o tempo, o escoamento é denominado permanente. Neste caso, qualquer propriedade do campo de escoamento é determinada somente pelas coordenadas espaciais. Num campo de escoamento quasi-unidimensional e permanente, as propriedades do escoamento são descritas apenas por uma coordenada espacial, em geral, a coordenada x .

Os regimes de escoamento podem ser classificados em regimes viscosos e não-viscosos. O regime não-viscoso de escoamento caracteriza-se por considerar os efeitos de viscosidade desprezíveis ($\mu=0$). Na verdade, todos os fluidos apresentam uma determinada viscosidade, mas muitos problemas podem ser abordados utilizando a hipótese de inexistência de viscosidade levando a resultados significativos. Os regimes viscosos de escoamento são ainda classificados em laminar e turbulento. Num escoamento laminar o movimento é suave e em camadas. Não há mistura macroscópica de camadas adjacentes. Num escoamento turbulento encontramos movimentos aleatórios tridimensionais adicionais ao movimento principal. Um parâmetro adimensional muito útil para classificar os escoamentos, em laminar ou turbulento, é o número de Reynolds (R_e). Este parâmetro é determinado pela razão entre as forças de inércia ($\rho V^2 L^2$) e as forças viscosas ($\mu V L$) presentes no escoamento [05, 06, 40, 41 - 49].

$$R_e = \frac{\rho V L}{\mu} \quad (\text{Eq-04})$$

onde L é um comprimento característico do sistema. Quando $R_e \ll 1$ as forças de atrito são dominantes, e o regime de fluxo é laminar, quando $R_e \gg 1$, as forças de inércia dominam e o regime de fluxo é turbulento.

O escoamento de um fluido contínuo em contato com uma superfície sólida apresenta grandes gradientes de velocidade nas proximidades do contorno da superfície devido à condição de não-escorregamento do fluido na superfície. A velocidade varia desde zero na superfície sólida até a velocidade real do escoamento em curso. Esta região delgada adjacente à superfície sólida, que apresenta grandes gradientes de velocidade, é denominada de camada-limite [05, 06, 40, 41 - 49]. O regime de escoamento no interior da camada-limite é viscoso podendo apresentar regimes laminar e turbulento. Fora desta região o gradiente de velocidade é nulo e conseqüentemente não existem tensões de cisalhamento. O regime de escoamento na região fora da camada-limite, que em geral compreende a maior parte do campo de escoamento, é não-viscoso. O campo de escoamento pode então ser dividido em duas regiões distintas: dentro da camada limite, que consiste num regime viscoso, e fora da camada limite, que caracteriza um regime não-viscoso. Esta divisão do campo de escoamento em duas regiões distintas permite que grande parte da análise do escoamento seja feita utilizando a teoria do escoamento não-viscoso.

Os escoamentos que apresentam variações desprezíveis da massa específica (ρ) são denominados escoamentos incompressíveis. Aqueles em que a variação da massa específica não pode ser desprezada são chamados de escoamentos compressíveis. Em geral encontramos os efeitos de compressibilidade no escoamento de gases, mas estes efeitos podem aparecer em escoamentos de líquidos em condições especiais. Outro parâmetro adimensional utilizado para classificar os escoamentos é o número de Mach (Ma). Este parâmetro está relacionado com a razão entre as forças de inércia ($\rho V^2 L^2$) e as forças devidas à compressibilidade ($\rho c^2 L^2$), presentes no escoamento [05, 06, 40, 41 - 49].

$$Ma = \frac{V}{c} \quad \text{(Eq-05)}$$

onde c é a velocidade local do som. Quando $Ma < 1$ o escoamento é dito estar em regime subsônico, quando $Ma = 1$ em regime sônico e quando $Ma > 1$ em regime supersônico.

As propriedades do escoamento de um fluido compressível, em geral, podem ser afetadas devido à presença de quatro diferentes fenômenos no campo de escoamento: quando ocorre mudança de área de escoamento, presença de atrito, trocas de calor ou adição de massa ao campo de escoamento [05, 06, 40, 41 - 49]. Dependendo da situação presente no campo de

escoamento, exceto no caso de adição de massa, o escoamento de um fluido compressível pode ser classificado em

- a) Escoamento isentrópico (presença de mudança de área),
- b) Escoamento de Fanno (presença de atrito) e
- c) Escoamento de Rayleigh (presença de trocas de calor).

Este trabalho está focado em casos que envolvem o escoamento isentrópico (bocais) e o escoamento de Fanno (tubo). Primeiramente será estudado o escoamento isentrópico, em seguida o escoamento de Fanno e por último, situações em que o campo de escoamento apresenta, simultaneamente, escoamento isentrópico e de Fanno.

2.1.1 Escoamento isentrópico (presença de mudança de área)

A análise do escoamento isentrópico será feita utilizando a forma integral das equações básicas gerais (Eq-01, 02 e 03) para o caso unidimensional ($\vec{V} = V_x \vec{i}$). O campo de escoamento isentrópico considerado, além de ser unidimensional, é permanente e não-viscoso. Aplicando as equações básicas nas seções transversais 1 e 2 do volume de controle fixo e finito da figura 01, temos que as equações básicas adquirem as seguintes relações [05, 06, 40, 41 - 49]

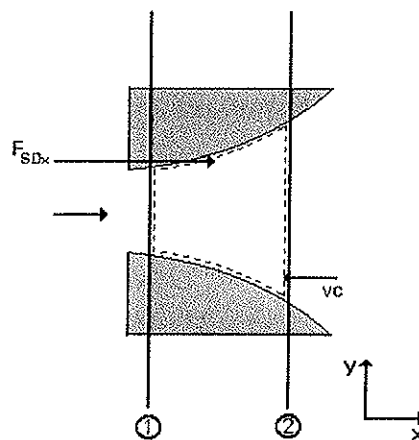


Figura 01 – Esquema do volume de controle com mudança de área

a) Conservação de massa,

$$\frac{\partial}{\partial t} \int_{VC} \rho \, dV + \int_{SC} \rho \, \vec{V} \cdot d\vec{A} = 0 \quad (\text{Eq-06})$$

$$\rho_1 V_1 A_1 = \rho_2 V_2 A_2 = \rho V A = \dot{m} = \text{const.} \quad (\text{Eq-06a})$$

b) Conservação de momento,

$$F_{S_x} + F_{B_x} = \frac{\partial}{\partial t} \int_{VC} V_x \rho \, dV + \int_{SC} V_x \rho \, \vec{V} \cdot d\vec{A} \quad (\text{Eq-07})$$

$$F_{SD_x} + P_1 A_1 - P_2 A_2 = \dot{m} V_2 - \dot{m} V_1 \quad (\text{Eq-07a})$$

c) Conservação de energia,

$$\dot{Q} - \dot{W} = \frac{\partial}{\partial t} \int_{VC} e \rho \, dV + \int_{SC} e \rho \, \vec{V} \cdot d\vec{A} \quad (\text{Eq-08})$$

$$h_1 + \frac{V_1^2}{2} = h_2 + \frac{V_2^2}{2} = h + \frac{V^2}{2} = h_0 = \text{const.} \quad (\text{Eq-08a})$$

onde as integrais são tomadas no volume e na superfície de controle, onde dV é o diferencial de volume e $d\vec{A}$ o diferencial de área. As componentes das forças F_{S_x} e F_{B_x} correspondem às forças de superfície e de campo presentes no escoamento. A força F_{SD_x} é devida à pressão distribuída ao longo das paredes do volume de controle utilizado. \dot{Q} é a taxa de transferência de calor e \dot{W} a taxa de trabalho, envolvidas no sistema.

Outra simplificação é considerar o campo de escoamento isentrópico como sendo compressível e o fluido utilizado como sendo constituído pelo gás ideal, que apresenta a seguinte equação de estado

$$P = \rho \frac{R}{M} T Z \quad (\text{Eq-09})$$

onde o termo $\frac{R}{M}$ é a constante universal dos gases por unidade de massa molecular e Z é o fator de compressibilidade, que é o fator de correção que expressa numericamente o desvio do comportamento do gás ideal para dadas condições de pressão e de temperatura [08].

Devido ao fato do processo ser considerado isentrópico é possível usar a seguinte relação entre as propriedades do fluido

$$\frac{P}{\rho^\gamma} = \text{const.} \quad (\text{Eq-10})$$

onde γ é a razão entre os calores específicos, a pressão e a volume constantes $\left(\gamma = \frac{c_p}{c_v}\right)$.

Levando em conta as temperaturas e pressões envolvidas para o gás ideal considerado, é possível utilizar $Z = 1$ e, sendo o gás diatômico, $\gamma = 1,4$.

Geralmente, um campo de escoamento apresenta dois estados de referência muito úteis no processo de análise das propriedades do escoamento. Estes estados de referência são o estado de estagnação e o estado crítico. O estado de estagnação é caracterizado por apresentar a velocidade do escoamento igual a zero e o estado crítico por apresentar a velocidade do escoamento igual à velocidade local do som ($Ma=1$). As propriedades do escoamento podem ser relacionadas com as propriedades tomadas nos estados de referência, que em geral podem ser conhecidas com mais facilidade, auxiliando na análise do campo de escoamento.

As propriedades de estagnação podem ser conhecidas em qualquer ponto do campo de escoamento independente do valor da velocidade neste ponto. As propriedades locais de estagnação em qualquer ponto num campo de escoamento são aquelas que existiriam naquele ponto se a velocidade do fluido fosse reduzida a zero, por meio de um processo isentrópico de desaceleração. No caso de um escoamento isentrópico, as propriedades de estagnação são constantes ao longo do campo de escoamento. As propriedades de estagnação são evidenciadas com um índice subscrito zero e podem ser relacionadas com as propriedades do escoamento da seguinte forma

$$\frac{P_0}{P} = \left[1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2 \right]^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}} \quad \text{(Eq-11a)}$$

$$\frac{T_0}{T} = 1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2 \quad \text{(Eq-11b)}$$

$$\frac{\rho_0}{\rho} = \left[1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2 \right]^{\frac{1}{\gamma - 1}} \quad \text{(Eq-11c)}$$

As propriedades críticas do escoamento são denotadas com um índice superscrito asterisco. Como o número de Mach é unitário no estado crítico, temos que as propriedades críticas em relação às propriedades de estagnação, para este estado, são dadas por

$$\frac{P_0^*}{P^*} = \left[1 + \frac{\gamma - 1}{2} \right]^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}} \quad \text{(Eq-12a)}$$

$$\frac{T_0^*}{T^*} = 1 + \frac{\gamma - 1}{2} \quad \text{(Eq-12b)}$$

$$\frac{\rho_0^*}{\rho^*} = \left[1 + \frac{\gamma - 1}{2} \right]^{\frac{1}{\gamma - 1}} \quad \text{(Eq-12c)}$$

$$V^* = c^* = \sqrt{\gamma \frac{R}{M} T^*} = \sqrt{\frac{2\gamma}{k+1} \frac{R}{M} T_0^*} \quad \text{(Eq-12d)}$$

Podemos associar as propriedades críticas do escoamento com as propriedades de estagnação provenientes de qualquer ponto do escoamento devido ao fato das propriedades de estagnação serem constantes ao longo de um escoamento isentrópico. Assim, como temos que

$$P_0 = P_0^* \quad T_0 = T_0^* \quad \rho_0 = \rho_0^*$$

em qualquer ponto do escoamento, podemos prever alguns valores das relações acima (Eq-12), no caso do gás ideal. A relação entre as propriedades do estado crítico e as de qualquer estado de estagnação, do campo de escoamento, é composta pelos seguintes valores

$$\frac{P^*}{P_0} = 0,5283 \quad \frac{T^*}{T_0} = 0,8333 \quad \frac{\rho^*}{\rho_0} = 0,6339$$

Nota-se que no escoamento isentrópico de um gás ideal, a pressão crítica do fluido é atingida quando o seu valor é aproximadamente a metade da pressão de estagnação do campo de escoamento.

O fenômeno presente no campo de escoamento isentrópico que provoca variações nas propriedades do escoamento, principalmente na velocidade e na pressão, consiste na mudança do valor da área de escoamento. Para analisar o comportamento do escoamento isentrópico é conveniente obter uma relação entre a variação da área e as variações de velocidade e de pressão. Para isto, obtém-se primeiramente uma expressão proveniente da análise das equações da continuidade e da quantidade de movimento sob o enfoque de um volume de controle infinitesimal, dada por

$$\frac{dP}{\rho V^2} = -\frac{dV}{V} \quad (\text{Eq-13})$$

Tomando o logaritmo natural da equação da continuidade dada pela equação **Eq-06a** e diferenciando temos que

$$\frac{dq}{q} + \frac{dA}{A} + \frac{dV}{V} = 0 \quad (\text{Eq-14})$$

Isolando o termo referente a variação de área na equação **Eq-14**, lembrando que $c^2 = \left. \frac{\partial P}{\partial \rho} \right|_s$ (processo isentrópico) e utilizando a equação **Eq-13**, pode-se escrever duas equações que relacionam a variação da área com as variações de pressão e de velocidade, dadas por

$$\frac{dA}{A} = \frac{dP}{\rho V^2} [1 - Ma^2] \quad (\text{Eq-15a})$$

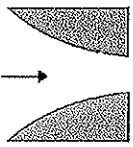
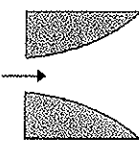
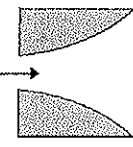
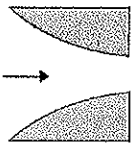
$$\frac{dA}{A} = -\frac{dV}{V} [1 - Ma^2] \quad (\text{Eq-15b})$$

Observando a equação **Eq-15a** nota-se que para $Ma < 1$, uma variação de área dá origem a uma variação de pressão de mesmo sinal. Porém para $Ma > 1$, uma variação de área causa uma variação de pressão de sinal oposto. Da equação **Eq-15b** observa-se que para $Ma < 1$ uma variação de área provoca uma variação de velocidade de sinal oposto. No caso de $Ma > 1$ uma variação de área causa uma variação de velocidade de mesmo sinal. Para o caso remanescente

correspondente a $Ma = 1$, a análise das duas equações (Eq-15a e 15b) mostra que, nestas condições, a área do duto passa por uma seção de área mínima. Os resultados desta análise são resumidos na tabela 01.

As propriedades do campo de escoamento que apresentam aceleração, mostradas na tabela 01, caracterizam um campo com perfil convergente ou divergente, dependendo do regime de escoamento estabelecido. O dispositivo convergente ou divergente que opera em condições de escoamento semelhantes às do campo de escoamento acelerado citado acima é chamado de bocal. A região de área mínima de um bocal é chamada de garganta do dispositivo. No caso das propriedades do campo de escoamento que apresentam desaceleração, mostradas na tabela 01, as mesmas características são observadas. O campo pode apresentar perfil convergente ou divergente, de acordo com o regime de escoamento estabelecido. O dispositivo que apresenta estas características de freamento é denominado de difusor.

Tabela 01 – Características da variação de velocidade e de pressão com a variação de área

Regime de escoamento	Bocal	Difusor
$Ma < 1$ (subsônico)	$dA < 0$ (convergente)  $dP < 0$ $dV > 0$ (aceleração)	$dA > 0$ (divergente)  $dP > 0$ $dV < 0$ (freamento)
$Ma > 1$ (supersônico)	$dA > 0$ (divergente)  $dP < 0$ $dV > 0$ (aceleração)	$dA < 0$ (convergente)  $dP > 0$ $dV < 0$ (freamento)
$Ma = 1$ (sônico)	$\frac{dA}{dP} = 0$	$\frac{dA}{dV} = 0$

Vale ressaltar que neste trabalho o estudo será limitado ao comportamento de um escoamento unidimensional, permanente, não-viscoso e compressível através de bocais. No caso de escoamentos em bocais ($dV > 0$), onde são encontrados gradientes de pressão favoráveis ($dP < 0$), a idealização do escoamento isentrópico é quase sempre um modelo realista do comportamento do fluido.

Da análise da tabela 01 é possível perceber que para acelerar um escoamento isentrópico do repouso, através de um bocal, é necessário, em primeiro lugar, um bocal convergente subsônico. Em condições apropriadas, o escoamento poderá chegar a $Ma=1$ na garganta do bocal (região de área mínima). É possível obter subsequente aceleração, ou desaceleração, se um segmento divergente for adicionado à jusante da garganta do bocal convergente. O termo jusante denomina as regiões posteriores a um ponto de referência com relação à direção de escoamento. As regiões anteriores a este ponto de referência são chamadas de montante. Se for adicionado um segmento divergente à jusante da garganta de um bocal convergente, tem-se um dispositivo denominado de bocal convergente-divergente. Um esquema do perfil de um bocal convergente-divergente é mostrado na figura 02.

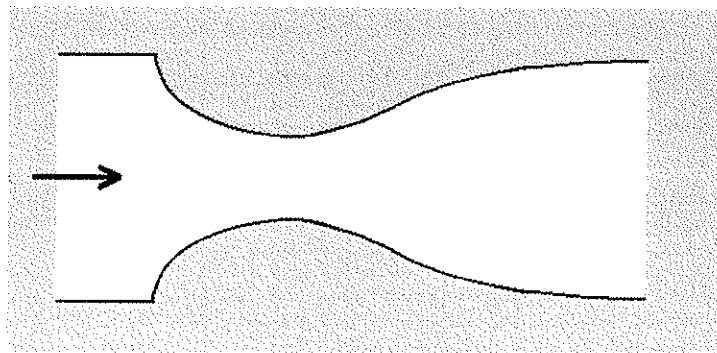


Figura 02 – Esquema de um bocal com perfil convergente-divergente

A operação de um bocal convergente-divergente pode ser analisada, observando a variação da pressão ao longo do bocal em relação à variação da pressão provocada na região de descarga, por exemplo, por uma bomba de vácuo situada nesta região (jusante da garganta). Para realizar esta análise é necessário primeiramente considerar que o escoamento através do bocal é proveniente de uma câmara de pressão (reservatório), onde são válidas as condições de estagnação ($V=V_0=0$). Assim, a região de montante do bocal (reservatório) é caracterizada pelas condições de estagnação do escoamento. A figura 03 mostra a variação da razão da

pressão ao longo do bocal (P) com relação à pressão de estagnação do reservatório (P_0) para diferentes valores de pressão de descarga (P_d) [05, 06, 41 - 49].

Quando a pressão é igual à pressão de estagnação ($P = P_0$), em toda a extensão do bocal, não ocorre escoamento de fluido através do bocal. Neste caso a pressão na região de descarga do bocal é igual à pressão de estagnação ($P_d = P_0$). Se a pressão de descarga for reduzida para um valor ligeiramente menor do que a pressão de estagnação ($P_d < P_0$), com o auxílio da bomba de vácuo, haverá escoamento acelerado e redução de pressão na seção convergente do bocal, até que um ponto de velocidade máxima e pressão mínima sejam atingidos na região da garganta do bocal (curva a da figura 03) [05, 06, 41 - 49]. Após este ponto de pressão mínima, o escoamento irá desacelerar na parte divergente do bocal, recuperando pressão nesta região. A pressão no plano de saída do bocal (P_s) é igual à pressão na região de descarga do bocal ($P_s = P_d$). A redução na pressão de descarga do bocal faz com que a vazão em massa aumente e o escoamento se torne subsônico no plano de saída do bocal. Esta condição de operação do bocal, acelerando o escoamento na parte convergente e desacelerando na parte divergente, caracteriza a operação do bocal como um dispositivo denominado *Venturi*. O bocal é assim designado pelo fato de ocorrer recuperação aproximada da pressão de entrada na parte divergente do dispositivo ($P_0 \approx P_s = P_d$).

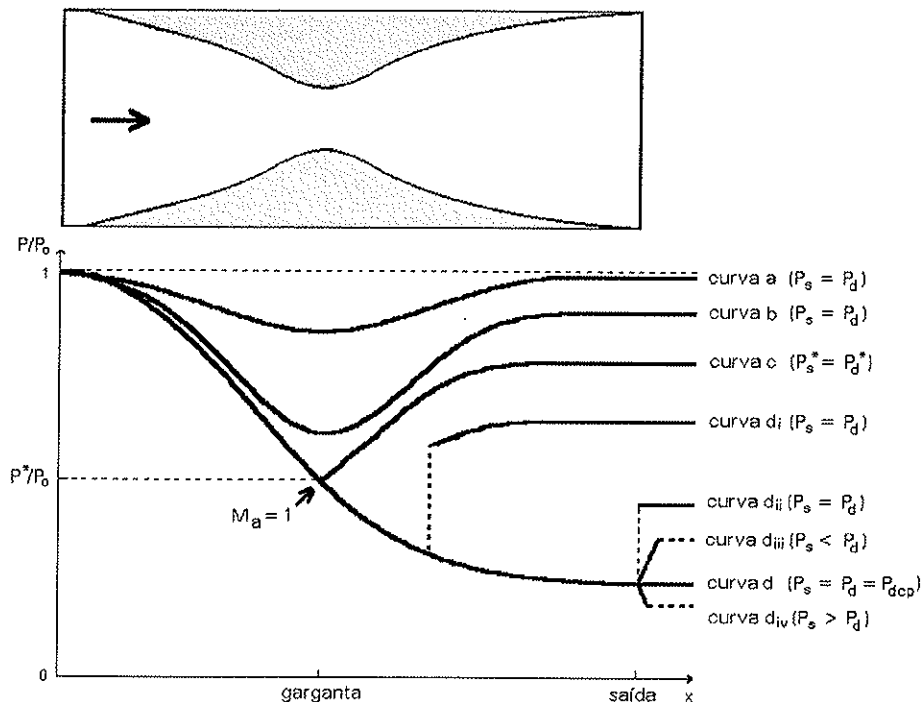


Figura 03 – Distribuição de pressão ao longo do bocal para diferentes pressões de descarga

A tendência de queda da pressão na região convergente do bocal e de aumento da pressão na região divergente irá prosseguir, com o decréscimo continuado da pressão de descarga, tornando o ponto de pressão mínima na garganta do bocal mais evidente (curva b), até que o escoamento atinja velocidade sônica ($Ma=1$) na garganta do bocal (curva c). Nestas condições, o escoamento é crítico na garganta do bocal e a pressão nesta região tem um valor específico (P^*). A pressão na região de descarga que provoca o aparecimento desta pressão crítica na região da garganta do bocal também é dita ter um valor crítico (P_d^*). Neste caso, a pressão no plano de saída do bocal é igual à pressão na região de descarga ($P_s^* = P_d^*$). Um resumo das relações das pressões no plano de saída do bocal e na região de descarga, como também dos regimes de escoamento, pode ser visto na tabela 02.

Nas condições críticas de escoamento do bocal, a vazão em massa atinge um valor máximo (figura 04) [05, 06, 41 - 49]. Qualquer redução adicional na pressão de descarga do bocal, a partir do valor crítico nesta região (P_d^*), não provoca alteração no valor da vazão em massa. Isto ocorre devido ao fato de que a informação de alteração de pressão na região de descarga não consegue atingir a região de montante do campo de escoamento, pois o escoamento possui velocidade sônica na garganta do bocal. No escoamento crítico, como a vazão mássica possui um valor máximo e constante, o bocal é dito estar bloqueado nestas condições. Na operação do bocal nas condições de blocagem, o valor da vazão mássica depende somente das propriedades nas condições de montante, que neste caso são constituídas pelas propriedades de estagnação do escoamento.

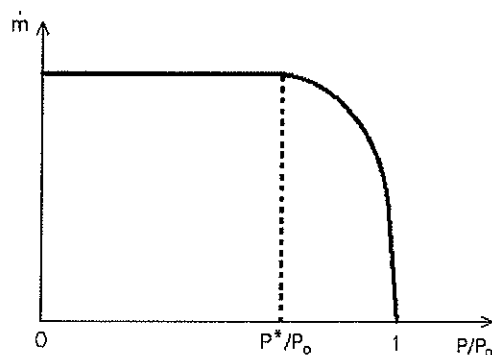


Figura 04 – Vazão mássica em função da pressão de descarga

Abaixando a pressão de descarga para valores abaixo da condição de blocagem ($P_d < P_d^*$), ocorre aceleração do escoamento na parte divergente do bocal. Neste caso, o escoamento pode ser subsônico ou supersônico no plano de saída do bocal. A vazão mássica permanece constante no seu valor máximo, ignorando a redução no valor da pressão de descarga e a aceleração do escoamento na parte divergente do bocal, como mostra a figura 04.

Para um determinado valor de pressão de descarga, abaixo da pressão de blocagem ($P_d < P_d^*$), o escoamento é supersônico e isentrópico no plano de saída do bocal (curva d da figura 03). Esta condição de operação supersônica e isentrópica do bocal é denominada de condição de operação de projeto (figura 05c) [05, 06, 41 - 49]. Neste caso, a pressão no plano de saída do bocal supersônico é igual à pressão na região de descarga que é a pressão nas condições de projeto ($P_s = P_d = P_{cp} < P_d^*$). É importante observar que tanto a condição de operação de blocagem que é subsônica como a de operação de projeto que é supersônica são condições de operação isentrópicas de escoamento do bocal.

No caso de valores de pressão de descarga entre o valor da pressão de blocagem e o da pressão nas condições de projeto ($P_{cp} < P_d < P_d^*$), apesar do escoamento ser acelerado na seção divergente do bocal, o escoamento é subsônico no plano de saída do bocal. Isto ocorre devido ao aparecimento de ondas de choque normais na seção divergente do bocal (curva d_i da figura 03). As ondas de choque normais aparecem para ajustar o valor da pressão no plano de saída do bocal para ser igual à pressão na região de descarga do bocal ($P_s = P_d$) (figura 05a) [05, 06, 41 - 49]. Com a redução do valor da pressão de descarga para valores do intervalo ($P_{cp} < P_d < P_d^*$), as ondas de choque normais caminham em direção ao plano de saída do bocal (curva d_{ii}).

Para um pequeno intervalo de pressão de descarga, próximo do valor da pressão nas condições de projeto ($P_{cp} < P_d < P_d^*$), as ondas de choque normais desaparecem do plano de saída do bocal e ocorre o aparecimento de ondas de choque oblíquas de compressão na região de descarga do bocal (curva d_{iii}). Esta condição de operação supersônica, com ondas de choque oblíquas de compressão, é denominada de condição de operação de superexpansão do bocal (figura 05b) [05, 06, 41 - 49]. Neste caso de operação de superexpansão, a pressão no plano de saída do bocal é menor do que a pressão na região de descarga ($P_s < P_d$).

Se a pressão de descarga for menor do que a pressão de operação nas condições de projeto ($P_d < P_{cp} < P_d^*$), o escoamento é supersônico e apresenta o aparecimento de ondas de choque oblíquas de expansão na região de descarga (curva d_{iv}). Esta condição de operação supersônica, com ondas de choque oblíquas de expansão, é denominada de condição de operação de subexpansão do bocal (figura 05d) [05, 06, 41 - 49]. Na condição de operação de subexpansão do bocal, a pressão no plano de saída do bocal é maior do que a pressão na região de descarga ($P_s > P_d$).

Tabela 02 – Regime de escoamento e as relações entre as pressões no plano de saída (P_s) e na região de descarga do bocal (P_d).

Região da Garganta	Região do plano de saída	Região de Descarga	Características do escoamento
$Ma < 1$	$Ma < 1$	$P_d = P_0$	Fluxo estagnado
$Ma < 1$	$Ma < 1$	$P_s = P_d$	Isentrópico e subsônico – operação como <i>Venturi</i> (curva a)
Ma = 1 (bloqueado)	$Ma < 1$	$P_s^* = P_d^*$	Isentrópico e subsônico – operação bloqueada (curva c)
Ma = 1 (bloqueado)	$Ma < 1$	$P_s = P_d$ $P_{cp} < P_d < P_d^*$	Ondas de choque normais (curvas d_i e d_{ii})
Ma = 1 (bloqueado)	$Ma < 1$	$P_s < P_d$ $P_{cp} < P_d < P_d^*$	Operação de superexpansão – ondas de choque oblíquas de compressão (curva d_{iii})
Ma = 1 (bloqueado)	$Ma > 1$	$P_s = P_d$ $P_d = P_{cp} < P_d^*$	Isentrópico e supersônico – condição de projeto (curva d)
Ma = 1 (bloqueado)	$Ma > 1$	$P_s > P_d$ $P_d < P_{cp} < P_d^*$	Operação de subexpansão – ondas de choque oblíquas de expansão (curva d_{iv})

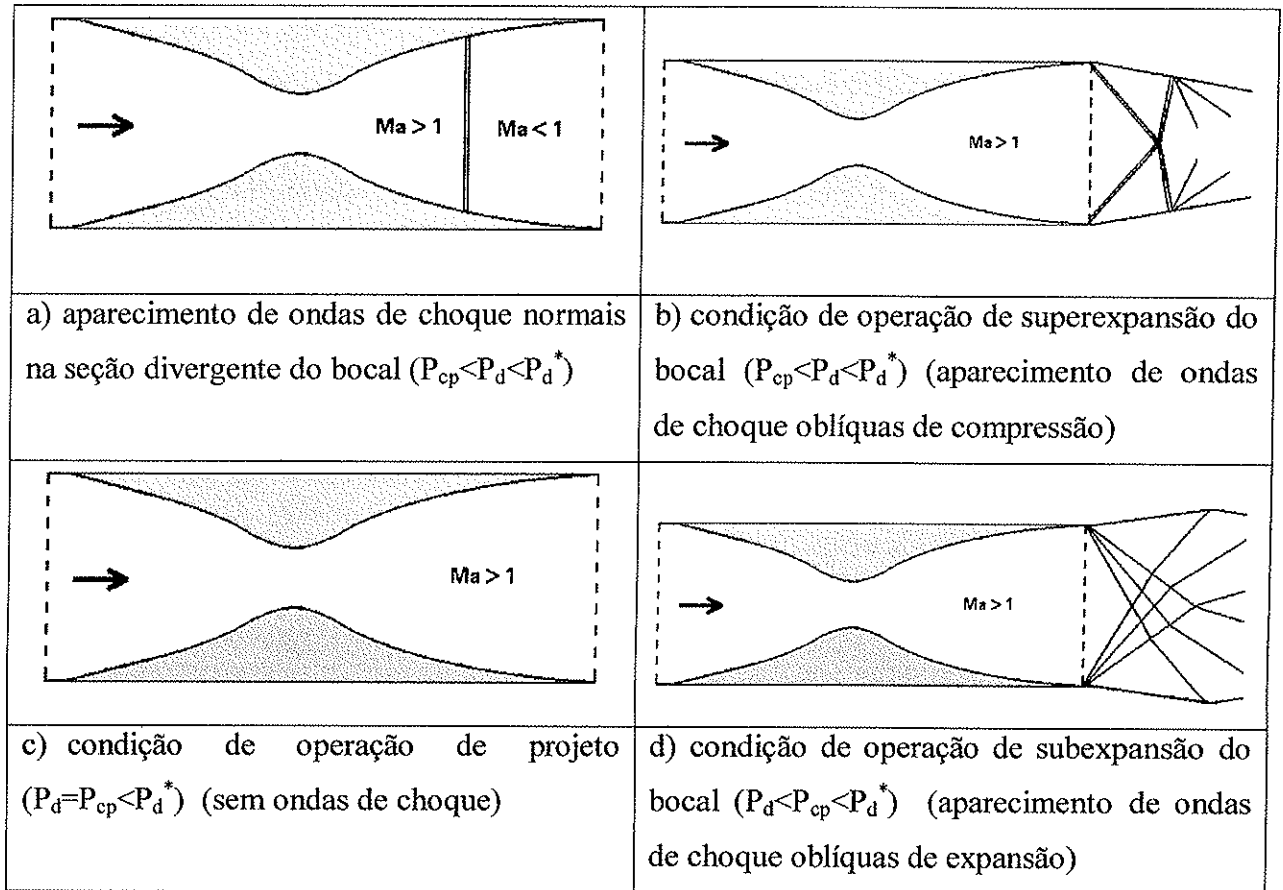


Figura 05 - Condições de operação do bocal com a redução da pressão de descarga

Para entender o comportamento da vazão mássica presente no escoamento isentrópico será obtida uma equação que descreve a dependência da vazão mássica com as propriedades do escoamento [05 - 08, 41 - 49]. Para isto, substituem-se as equações do gás ideal (**Eq-09**), do número de Mach (**Eq-05**) e da velocidade do som (**Eq-16**)

$$c = \sqrt{\gamma \frac{R}{M} T} \quad (\text{Eq-16})$$

na equação da continuidade (**Eq-06a**) de forma a obter a seguinte relação

$$\dot{m} = A P \left(\frac{V}{c} \right) \sqrt{\frac{\gamma}{\frac{R}{M} T}}$$

Substituindo os valores de P e de T dados pelas equações (**Eq-11a e b**) temos

$$\dot{m} = A P_0 \text{Ma} \sqrt{\frac{\gamma}{R}} \frac{1}{\left(1 + \frac{\gamma-1}{2} \text{Ma}^2\right)^{\frac{\gamma}{\gamma-1}}} \frac{\left(1 + \frac{\gamma-1}{2} \text{Ma}^2\right)^{\frac{1}{2}}}{(T_0)^{\frac{1}{2}}}$$

rearranjando os termos, vem

$$\dot{m} = A \text{Ma} \left(\gamma\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\left(1 + \frac{\gamma-1}{2} \text{Ma}^2\right)^{\frac{\gamma+1}{2(\gamma-1)}}} \frac{P_0}{\sqrt{\frac{R}{M} T_0}}$$

Pode-se escrever a equação da vazão mássica acima da seguinte forma [08]

$$\dot{m} = A C_i \frac{P_0}{\sqrt{\frac{R}{M} T_0}} \quad (\text{Eq-17})$$

onde

$$C_i = \text{Ma} \left(\gamma\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\left(1 + \frac{\gamma-1}{2} \text{Ma}^2\right)^{\frac{\gamma+1}{2(\gamma-1)}}} \quad (\text{Eq-17a})$$

A equação da vazão mássica descrita acima (Eq-17), fica bastante simplificada quando escrita nas condições críticas de escoamento, onde $\text{Ma}=1$. Nestas condições a expressão para a vazão mássica é denotada por q_{mi} e a constante da expressão é chamada de função crítica do escoamento denotada por C_i^* . O índice subscrito i refere-se à solução para o caso ideal. A expressão da vazão mássica de um gás ideal nas condições críticas de escoamento é dada por

$$q_{mi} = A^* C_i^* \frac{P_0}{\sqrt{\frac{R}{M} T_0}} \quad (\text{Eq-18})$$

onde A^* é a área da garganta do bocal e a função crítica do escoamento é dada por [08]

$$C_i^* = \left(\gamma\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{2}{\gamma+1}\right)^{\frac{\gamma+1}{2(\gamma-1)}} = 0,6847 \quad (\text{Eq-18a})$$

Nota-se que a equação da vazão mássica para um gás ideal, descrita acima (Eq-18) [08], depende somente dos parâmetros de escoamento nas condições de estagnação do fluido,

ignorando as propriedades do escoamento na região de jusante do dispositivo. Este fato faz com que seja possível determinar a vazão mássica do fluido, após o sistema ter atingido as condições críticas, utilizando somente os parâmetros de estagnação, que em geral são medidos com mais facilidade. Isto explica o fenômeno de bloqueio onde a vazão mássica não sofre alterações, após o sistema ter atingido as condições críticas, com a variação das propriedades de escoamento na região de descarga de um bocal convergente-divergente. Este é o ponto central para a aplicação dos bocais como controladores e medidores de vazão de fluido.

A equação da vazão mássica descrita acima (Eq-18) é proveniente de um modelo isentrópico idealizado dos processos reais de escoamento através de um bocal. Os efeitos de atrito, trocas de calor e eventual presença de ondas de choque não foram considerados na elaboração da equação da vazão mássica do sistema. Apesar deste fato, esta equação é extremamente útil na análise da vazão mássica de um escoamento isentrópico devido ao fato de que as propriedades reais do escoamento podem ser relacionadas com as propriedades ideais através de coeficientes adimensionais de proporcionalidade. Estes coeficientes são normalmente obtidos empiricamente ou através de modelamento. Desta forma, a vazão mássica real pode ser relacionada com a vazão mássica ideal, através de um coeficiente denominado de coeficiente de descarga (C_d) dado por [05 - 08, 40, 41 - 49]

$$C_d = \frac{\dot{m}_{\text{real}}}{\dot{m}_{\text{ideal}}}$$

Nas condições críticas de escoamento o coeficiente de descarga é obtido através da razão entre a vazão mássica real também denominada de q_m ($\dot{m}_{\text{real}} = q_m$) e a vazão mássica ideal também denominada de q_{mi} ($\dot{m}_{\text{ideal}} = q_{mi}$), com uma pequena alteração no coeficiente (C_i^*) definido como a função crítica do escoamento [08]. O novo coeficiente da expressão da vazão mássica ideal (q_{mi}), denominado de C^* , deixa de ser uma constante e passa a ser uma função da pressão e da temperatura do fluido. O coeficiente de descarga, que depende da geometria do dispositivo e do número de Reynolds do escoamento [08], é dado por

$$C_d = \frac{q_m}{q_{mi}} \quad (\text{Eq-19})$$

onde

$$q_{mi} = A^* C^* \frac{P_0}{\sqrt{\frac{R}{M} T_0}} \quad (\text{Eq-19a})$$

Assim, é possível definir que a vazão mássica real de um gás ideal nas condições críticas de escoamento é dada pela seguinte expressão [08]

$$q_m = C_d A^* C^* \frac{P_0}{\sqrt{\frac{R}{M} T_0}} \quad (\text{Eq-20})$$

De posse da equação da vazão mássica real nas condições críticas de escoamento é possível definir também uma equação para o número de Reynolds dada por [08]

$$Re_d = \frac{4 q_m}{\pi d \mu_0} \quad (\text{Eq-21})$$

onde d é o diâmetro da garganta do bocal e μ_0 é a viscosidade absoluta nas condições de estagnação do fluido dada por [41]

$$\mu_0 \approx \mu_r \left(\frac{T_0}{T_r} \right)^{\frac{3}{2}} \frac{T_r + C_s}{T_0 + C_s} \quad (\text{Eq-21a})$$

onde, para o caso do ar, os parâmetros μ_r e T_r são valores de referência dados por $1,716 \times 10^{-5}$ Ns/m² e 273,15 K respectivamente, e C_s é a constante de Sutherland igual a 111 K [41].

2.1.2 Escoamento de Fanno (presença de atrito)

O escoamento de Fanno considerado nesta análise ocorre através de tubos de área constante e de comprimento curto [05, 06, 41 - 49]. Neste caso, o campo de escoamento é unidimensional, permanente, adiabático e apresenta atrito do fluido com as paredes do tubo [05, 06, 40, 41 - 49]. O fluido utilizado é compressível e composto pelo gás ideal. Para realizar a análise do escoamento de Fanno, as equações Eq-06, 07 e 08 são tomadas nas seções transversais 1 e 2 do volume de controle fixo e finito da figura 06. Têm-se as seguintes relações

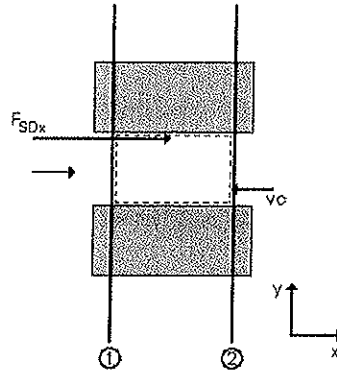


Figura 06 – Esquema do volume de controle com seção constante e presença de atrito

a) Conservação de massa,

$$\rho_1 V_1 = \rho_2 V_2 = \frac{\dot{m}}{A} = \text{const.} \quad (\text{Eq-23})$$

b) Conservação de momento,

$$F_{SDx} + P_1 A_1 - P_2 A_2 = \dot{m} V_2 - \dot{m} V_1 \quad (\text{Eq-24})$$

c) Conservação de energia,

$$h_1 + \frac{V_1^2}{2} = h_2 + \frac{V_2^2}{2} = h + \frac{V^2}{2} = h_0 = \text{const} \quad (\text{Eq-25})$$

Apesar da presença do atrito no campo de escoamento, as equações acima que descrevem o escoamento de Fanno são semelhantes às equações desenvolvidas para o escoamento isentrópico não-viscoso (Eq-06, 07 e 08). Isto é devido ao fato dos efeitos de atrito poderem ser modelados como uma tensão de cisalhamento entre a parede estática do duto e o fluido com propriedades constantes numa dada seção transversal [05, 06, 41 - 49].

O comportamento do escoamento de Fanno pode ser analisado utilizando um diagrama TS que descreve o comportamento da temperatura em função da entropia do sistema (figura 07). A curva assinalada neste diagrama é denominada linha de Fanno e caracteriza o lugar geométrico de todos os possíveis estados a jusante do estado considerado. O ramo superior da curva corresponde às propriedades do escoamento subsônico ($Ma < 1$) e o ramo inferior as do

escoamento supersônico ($Ma > 1$). No ponto de entropia máxima o escoamento é sônico ($Ma = 1$). Os estados de escoamento se movem necessariamente para a direita na linha de Fanno devido à condição de aumento de entropia. Isto mostra que o sentido do escoamento é aquele que se move em direção às condições do estado crítico de escoamento. No caso de regime subsônico, o escoamento é acelerado até atingir as condições críticas e no caso de regime supersônico, o escoamento é desacelerado para estabelecer as condições sônicas. Não há como acelerar o escoamento da condição subsônica até a condição supersônica segundo a teoria do escoamento de Fanno.

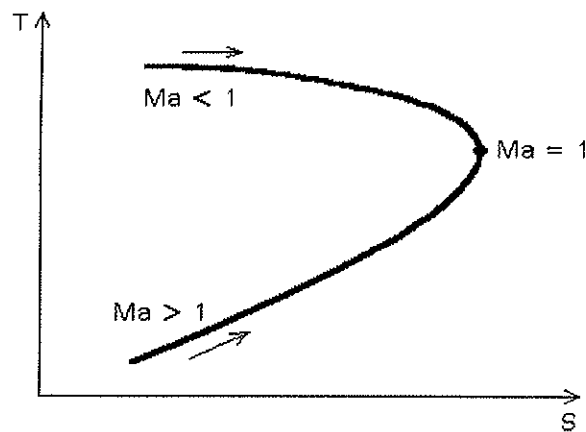


Figura 07 – Diagrama TS que descreve o escoamento de Fanno

Para analisar a dependência das propriedades do escoamento com o atrito nas paredes do duto, as equações da continuidade e da conservação de momento são analisadas sob o enfoque de um volume de controle infinitesimal. Utilizando as equações infinitesimais, fazendo algumas substituições e integrando a equação resultante, de um ponto qualquer do escoamento até o estado crítico de escoamento, onde o número de Mach é unitário, temos que

$$\frac{\bar{f} L_{\max}}{D_h} = \frac{1 - Ma^2}{\gamma Ma^2} + \frac{\gamma + 1}{2\gamma} \ln \left[\frac{(\gamma + 1) Ma^2}{2 \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} \right) Ma^2} \right] \quad (\text{Eq-26})$$

onde \bar{f} é o fator de atrito médio, sobre o comprimento do tubo, D_h é o diâmetro hidráulico do tubo e $L_{m\acute{a}x}$ é denominado de comprimento crítico, no qual as condições críticas de escoamento são atingidas [05, 06, 41 - 49].

As propriedades do escoamento de Fanno podem ser escritas em relação ao estado crítico de escoamento, onde o número de Mach é unitário. Estas relações dependem somente do número de Mach local. São elas

$$\frac{T}{T^*} = \frac{\left(\frac{\gamma + 1}{2}\right)}{\left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2\right)} \quad \frac{V}{V^*} = \left[\frac{\left(\frac{\gamma + 1}{2}\right) Ma^2}{1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2}\right]^{\frac{1}{2}} \quad \frac{e}{e^*} = \left[\frac{1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2}{\left(\frac{\gamma + 1}{2}\right) Ma^2}\right]^{\frac{1}{2}}$$

(Eqs-27a-e)

$$\frac{P}{P^*} = \frac{1}{Ma} \left[\frac{\left(\frac{\gamma + 1}{2}\right)}{1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2}\right]^{\frac{1}{2}} \quad \frac{P_0}{P_0^*} = \frac{1}{Ma} \left[\left(\frac{2}{\gamma + 1}\right) \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^2\right)\right]^{\frac{\gamma + 1}{2(\gamma - 1)}}$$

A condição crítica de escoamento está definida pelo ponto de entropia máxima na linha de Fanno, mostrada na figura 07. Este fato evidencia que para cada condição de escoamento existente na região de entrada do tubo está definido um comprimento crítico necessário para o escoamento atingir as condições críticas na região de saída do tubo.

Segundo a linha de Fanno, se uma determinada condição de entrada de escoamento subsônico de um tubo exigir um comprimento crítico maior do que o comprimento real do tubo utilizado ($L < L_{m\acute{a}x}$), o escoamento na saída do tubo necessariamente será subsônico. Se o comprimento crítico exigido for menor do que o comprimento real do tubo utilizado ($L > L_{m\acute{a}x}$), ocorrerá um rearrranjo da vazão em massa na região da entrada do tubo para que o escoamento seja sônico na região da saída do tubo. Neste caso, como o comprimento crítico foi atingido, o escoamento necessariamente deve ser sônico na região de saída do tubo. Na condição crítica de escoamento na região de saída do tubo, a vazão mássica possui um valor fixo e máximo devido ao fato do escoamento estar bloqueado. Neste caso, o valor da vazão mássica depende somente das propriedades de escoamento na região de montante do tubo.

Uma análise semelhante pode ser feita para uma condição de entrada de escoamento supersônico no tubo. Segundo a linha de Fanno, se as condições de escoamento exigirem um comprimento crítico maior do que o comprimento real do tubo utilizado ($L < L_{\text{máx}}$), o escoamento é supersônico na região de saída do tubo. Caso contrário, ou seja, se o comprimento crítico for menor do que o comprimento real do tubo ($L > L_{\text{máx}}$), o escoamento necessariamente deve ser sônico na região de saída do tubo. Neste caso, pode ocorrer o aparecimento de ondas de choque normais no interior do tubo para desacelerar o escoamento até o regime sônico na região da saída do tubo.

É importante ressaltar que podem ser obtidas condições de escoamento crítico para um tubo de comprimento fixo, controlando as propriedades do campo de escoamento. Se o escoamento, através do tubo, inicialmente for subsônico, os parâmetros de escoamento podem ser ajustados para acelerar o escoamento até atingir as condições críticas na região do plano de saída do tubo. O mesmo pode ser feito no caso do escoamento inicialmente supersônico. As propriedades podem ser manipuladas para desacelerar o escoamento até atingir o escoamento crítico no plano de saída do tubo.

2.1.3 Escoamento isentrópico e de Fanno (presença de mudança de área e de atrito)

O campo de escoamento considerado nesta análise apresenta um sistema bocal-tubo composto por uma seção com mudança de área seguida de uma seção de área constante e presença de atrito (figura 08). O escoamento pode ser modelado, para um caso simplificado, como um campo que apresenta escoamento isentrópico na seção com mudança de área e escoamento de Fanno na seção de área constante [05, 06, 40, 41- 49]. As relações entre as propriedades do campo de escoamento não podem violar nenhum princípio estabelecido no escoamento isentrópico e no escoamento de Fanno considerados separadamente. Os efeitos de mudança de área prevalecem sobre os efeitos provocados pelo atrito nas paredes da seção de área constante, principalmente no caso de escoamento subsônico, fazendo com que o comportamento das propriedades do escoamento do sistema bocal-tubo seja semelhante ao comportamento apresentado na operação de bocais.

No caso de um bocal convergente-divergente seguido de um tubo de área constante tem-se uma variedade de condições de escoamento devido ao fato do escoamento na saída do bocal poder ser sônico ou supersônico e do sistema bocal-tubo poder apresentar ondas de choque. Como exemplo do escoamento através de um sistema bocal-tubo, será feita uma análise utilizando novamente a variação da pressão ao longo do sistema bocal-tubo em relação à variação da pressão na região de descarga do tubo (figura 09).

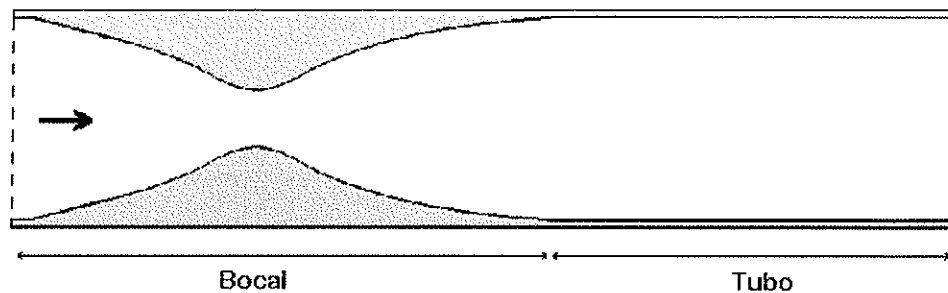


Figura 08 – Esquema do sistema bocal-tubo

O perfil da pressão, mostrado na figura 09, para o caso de escoamento subsônico no plano de entrada do tubo, é semelhante ao perfil encontrado para a operação de bocal convergente-divergente mostrado na figura 03 (curva a-d_{ij}). A curva a (figura 09) mostra o perfil da pressão ao longo do bocal devido à redução de pressão na região de descarga do tubo. Observa-se o comportamento comum de operação de bocal constituído de aceleração do escoamento na seção convergente do bocal, passando pelo ponto de pressão mínima, seguido de desaceleração na seção divergente (curva a). O escoamento na entrada do tubo é subsônico e a pressão cai na região da seção do tubo. O escoamento na região de descarga do tubo é subsônico. Estas tendências irão continuar, com a redução na pressão da região de descarga do tubo (curva b), até que o escoamento atinja velocidade sônica na região da garganta do bocal e o escoamento se torne bloqueado (curva c). No escoamento bloqueado, o escoamento é subsônico na região da seção do tubo e na região de descarga. Neste caso, a vazão mássica possui um valor máximo e constante, pois o escoamento está bloqueado.

Reduzindo a pressão de descarga do tubo para valores abaixo do valor de pressão de blocagem, ocorre o aparecimento de uma onda de choque normal na seção divergente do

bocal para manter o escoamento subsônico na região da seção do tubo e na região de descarga (curva d). Esta onda de choque normal irá caminhar em direção ao plano de saída do bocal, que corresponde ao plano de entrada do tubo, com a redução continuada da pressão na região de descarga (curva e). Abaixando ainda mais a pressão na região de descarga, o escoamento se torna supersônico na região da seção do tubo e provoca o aparecimento de uma onda de choque normal na seção do tubo. Se o comprimento do tubo for maior do que o comprimento crítico ($L > L_{m\acute{a}x}$), a onda de choque normal aparece no interior da seção do tubo para desacelerar o escoamento até um regime subsônico no interior do tubo, fazendo com que o escoamento atinga o regime sônico no plano de saída do tubo (curva f). Como $L > L_{m\acute{a}x}$, o regime de escoamento necessariamente deve ser sônico no plano de saída do tubo. É importante observar que, neste caso, existem duas regiões de escoamento crítico no sistema bocal-tubo: a região da garganta do bocal e a região do plano de saída do tubo.

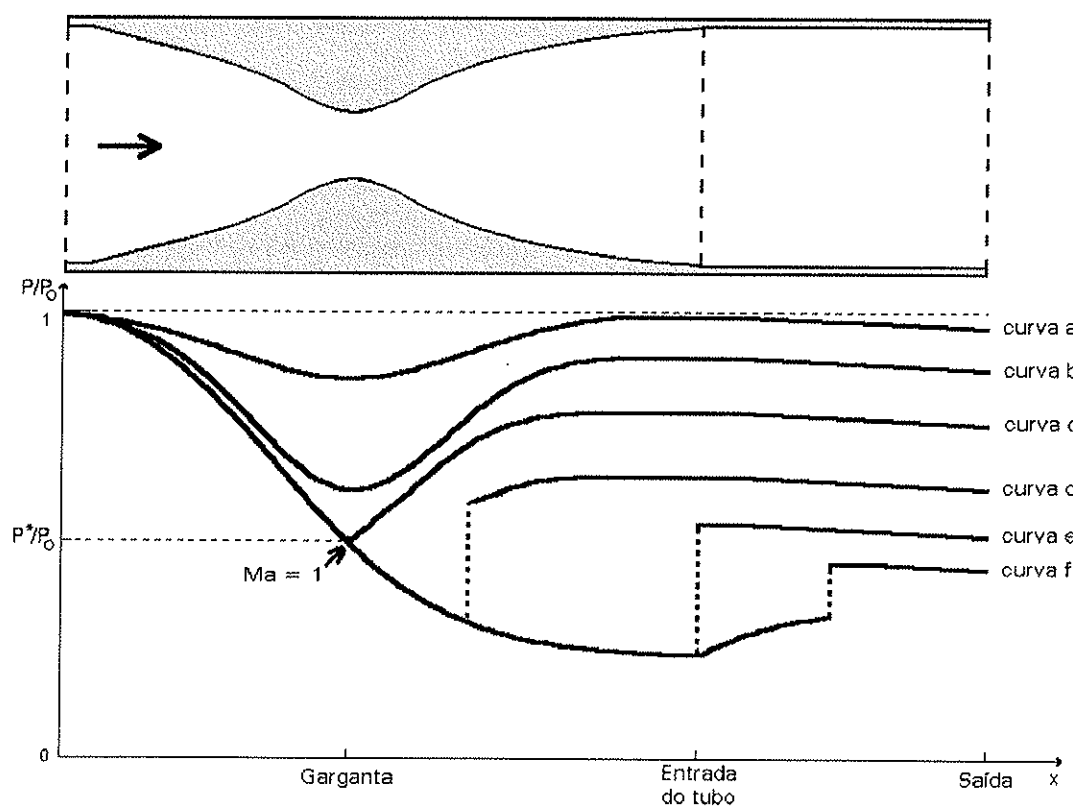


Figura 09 - Distribuição de pressão ao longo do sistema bocal-tubo para diferentes pressões de descarga

Se o comprimento do tubo for menor do que o comprimento crítico ($L < L_{m\acute{a}x}$), a onda de choque aparece somente no plano de saída do tubo, fazendo com que o escoamento seja

subsônico na região de descarga. Para valores abaixo daquele que produz o aparecimento da onda de choque normal no plano de saída do tubo, pode ocorrer o aparecimento de ondas oblíquas de compressão na região de descarga, tornando o escoamento subsônico nesta região. Também pode ocorrer o aparecimento de ondas oblíquas de expansão na região de descarga do tubo, mantendo o escoamento supersônico. O escoamento através do sistema bocal-tubo também pode apresentar um valor de pressão de descarga específico para o qual o escoamento é supersônico na região de descarga do tubo, sem o aparecimento de ondas de choque de qualquer natureza no campo de escoamento, semelhante ao que acontece na operação de bocais convergente-divergente nas condições de projeto.

O sistema bocal-tubo pode apresentar sistemas complicados de ondas de choque normais e oblíquas devido a existência de diversas condições de escoamento no sistema. Porém, a análise do sistema bocal-tubo, feita acima, mostra que os efeitos de mudança de área prevalecem sobre os efeitos provocados pelo atrito nas paredes da seção de área constante, principalmente no caso do regime de escoamento subsônico.

Se for considerado um sistema tubo-bocal-tubo (figura 10), que é o caso do sistema estudado neste trabalho, baseado na análise do sistema bocal-tubo feita acima, o escoamento do sistema tubo-bocal-tubo pode apresentar diversos regimes de escoamento, em particular, pode apresentar o regime de escoamento bloqueado, de interesse deste trabalho. Da mesma forma, o sistema tubo-bocal-tubo também pode apresentar sistemas complicados de ondas de choque normais e oblíquas devido a existência de diversas condições de escoamento no sistema.

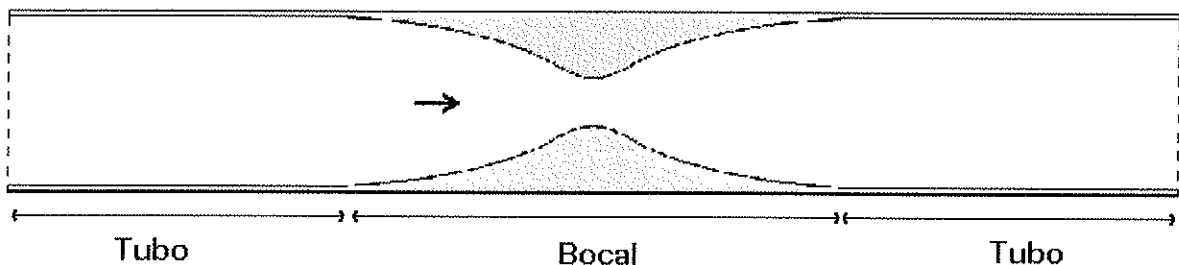


Figura 10 – Esquema do sistema tubo-bocal-tubo

2.2 Célula eletrolítica

Para fabricar o perfil de bocal em fios de tungstênio neste trabalho é utilizada uma célula eletrolítica. Uma célula eletrolítica é um tipo de célula eletroquímica ou galvânica que permite a conversão de energia elétrica em energia química [50]. Nas células eletrolíticas a energia elétrica de uma fonte externa é utilizada para produzir reações químicas de oxidação não espontâneas. A configuração de uma célula eletrolítica, em geral, consiste em dois eletrodos imersos em composto químico interligados por uma fonte externa. Os eletrodos da célula fornecem as superfícies nas quais ocorrem as reações de oxidação e de redução. O eletrodo que sofre oxidação (perde elétrons) é denominado de anodo e o eletrodo que sofre redução (ganha elétrons) é denominado de catodo. Uma das reações químicas que podem ocorrer numa célula eletrolítica é a eletrólise do composto químico utilizado na célula. A eletrólise consiste na decomposição do composto eletrolítico em seus elementos. Quando os eletrodos da célula são inertes ocorre simplesmente o processo de eletrólise, mas quando os eletrodos da célula não são inertes, além de ocorrer à eletrólise do composto podem ocorrer vários tipos de reações, como por exemplo, corrosão ou deposição eletroquímica de material. A tensão produzida pela célula eletrolítica é uma medida da espontaneidade da reação da célula ocorrer. Esta tensão consiste aproximadamente na soma dos potenciais de cada eletrodo da célula em relação a um eletrodo de referência. Alguns efeitos de polarização eletroquímica presentes na célula produzem um pequeno aumento no valor de sua tensão. O sinal da tensão indica se a reação da célula é espontânea (positivo) ou não espontânea (negativo).

Uma configuração de célula eletrolítica pode ser obtida utilizando um fio de tungstênio e um bastão de aço-inox imersos em uma solução aquosa de NaOH (2M), interligados por uma fonte externa (figura 11). Nesta célula, o eletrodo composto pelo fio de tungstênio funciona como anodo e o bastão de aço-inox funciona como catodo. Esta configuração de célula apresenta, entre outras reações químicas, uma reação de dissolução anódica do tungstênio (oxidação do tungstênio). Um esquema simplificado das reações eletroquímicas presentes nesta célula é mostrado a seguir [54].

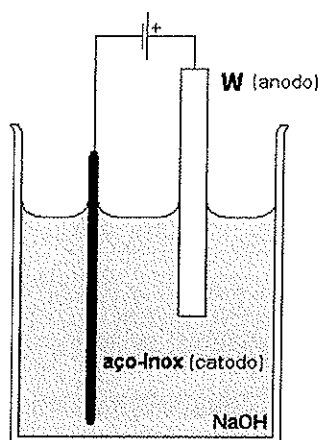
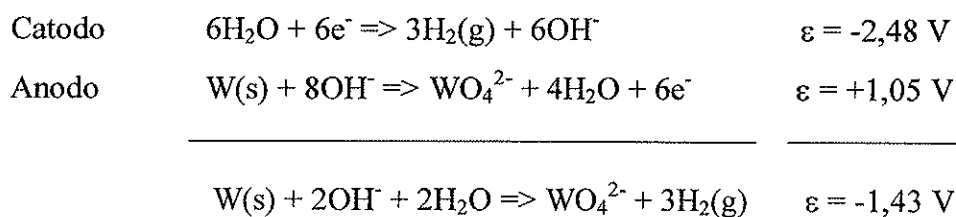


Figura 11 – Esquema de uma célula eletrolítica composta por eletrodos de fio de tungstênio e de bastão de aço-inox.



Os íons de OH^- produzidos pela eletrólise da solução aquosa de NaOH se combinam com o tungstênio (anodo) para produzir WO_4^{2-} , água e elétrons livres. O catodo (aço-inox), além de auxiliar na produção de gás hidrogênio, possui a função importante de auxiliar na fabricação dos íons OH^- provenientes da solução. A dissolução anódica que ocorre no tungstênio caracteriza um processo de corrosão eletrolítica deste material. O processo de corrosão do fio de tungstênio não é uniforme ao longo da extensão do fio submerso na solução. Ocorre uma intensificação do processo de corrosão na região próxima à superfície da solução. Nesta região ocorre a formação de um menisco ao redor do fio de tungstênio onde a taxa de corrosão na parte superior deste menisco é menor do que a da parte inferior, intensificando a corrosão do tungstênio na base do menisco. Isto ocorre devido à presença de um gradiente de concentração nesta região provocado pela difusão de íons OH^- [54]. Outro fator importante que afeta a uniformidade da corrosão do fio de tungstênio é o aparecimento de um fluxo de WO_4^{2-} proveniente da região próxima à superfície da solução que segue em direção a extremidade do fio submerso (figura 12). Este fluxo WO_4^{2-} ocorre ao longo da extensão do fio

submerso, formando uma barreira de proteção, diminuindo a taxa de corrosão nestas regiões do fio afastadas da superfície da solução.

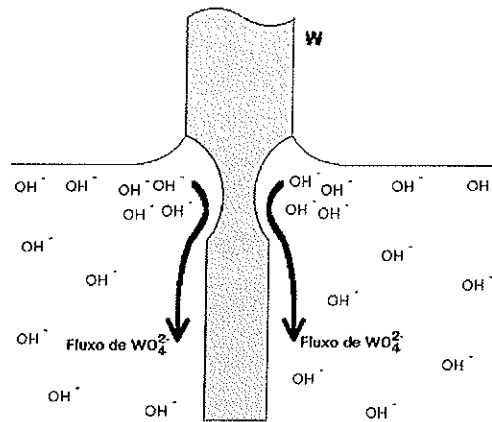


Figura 12 – Esquema do fluxo de íons de tungstênio para as regiões afastadas da superfície

A tensão produzida pela célula eletrolítica, descrita acima, é um pouco maior do que o valor apresentado anteriormente de $-1,43$ V devido à presença de um potencial de polarização eletroquímico. O potencial de polarização da célula é afetado por mudanças de concentração e processos de transferência de massa que ocorrem na célula. A taxa de reação e a densidade de corrente da célula chega a depender exponencialmente deste potencial de polarização. A densidade de corrente eletrolítica presente na célula depende da área da superfície do fio de tungstênio submerso, da concentração de íons OH^- e da atividade destes íons [54]. A aplicação de potenciais de trabalho muito maiores do que o apresentado acima ($-1,43$ V), como por exemplo, potenciais acima de 10 V, apresentam baixa alteração na densidade de corrente eletrolítica da célula [54].

O processo de corrosão do fio de tungstênio mostrado na Figura 12 não é capaz de gerar a geometria convergente-divergente de interesse para este trabalho devido ao fato deste processo apresentar corrosão em toda a extensão do fio submerso na solução eletrolítica. Faz-se necessário combinar a maior corrosão na região do menisco com um processo de mascaramento intencional de parte do fio imerso na solução (ver Fig. 13). Como decorrência deste processo, o qual será descrito em detalhes no capítulo de Materiais e Métodos (capítulo 3), apenas uma pequena região limitada do fio, envolvida pelo menisco, próxima à superfície

da solução, fica exposta à corrosão eletrolítica, fazendo com que o perfil convergente-divergente desejado seja conseguido nesta região. A área desta pequena região de corrosão do fio, envolvida pelo menisco, pode ser aproximada por uma superfície composta por dois anéis paralelos unidos em sua abertura por um cilindro, como mostrado na Figura 13. Considerando esta aproximação da área de corrosão é possível demonstrar que a variação da área de superfície de corrosão do fio de tungstênio obedece a um comportamento quadrático com relação ao raio de estrangulamento, apresentando um valor máximo de área de corrosão.

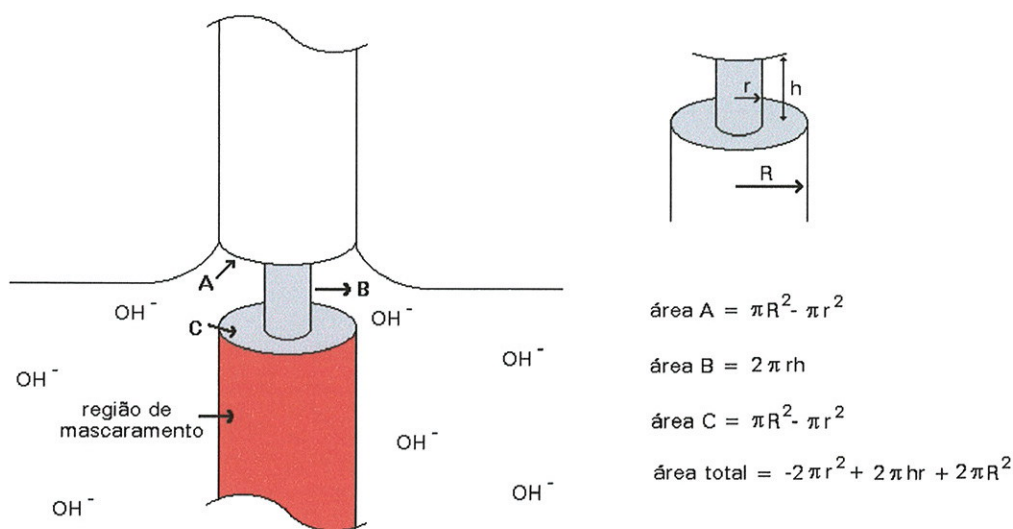


Figura 13 – Aproximação da área de corrosão para uma região composta de três regiões: dois anéis paralelos unidos em sua abertura por um cilindro.

Considerando uma concentração de íons OH^- fixa, pode-se dizer que a corrente eletrolítica da célula mostrada na Figura 11 é diretamente proporcional à área de corrosão do fio de tungstênio submersa na solução. Portanto, é razoável esperar que a corrente eletrolítica apresente também um valor máximo em um determinado momento da corrosão, correspondente ao valor máximo da área de corrosão. No capítulo de Resultados e Análise (Capítulo 4) será mostrado que este comportamento da corrente eletrolítica ocorre, em linhas gerais, como previsto pelo modelo simplificado da área de corrosão aqui proposto.

2.3 Tensão superficial

A interface da superfície de um líquido em contato com o ar apresenta a formação de uma película muito fina. A tensão superficial é definida como a força por unidade de comprimento tangente à superfície ao longo da película [57]. A superfície de um líquido em contato com uma parede sólida apresenta uma curvatura que depende da diferença entre as tensões superficiais das películas sólido-vapor e sólido-líquido (figura 14) [57]. A curvatura da superfície de separação líquido-vapor adjacente à parede sólida depende da natureza dos meios presentes e é medida através de um ângulo (θ) chamado ângulo de contato. Quando o ângulo varia entre 0° e 90° a curvatura da superfície de separação líquido-vapor adjacente à parede sólida apresenta uma elevação do nível do líquido e neste caso é dito que o líquido molha a parede sólida (figura 14a). Esta elevação do nível do líquido produz um menisco com perfil côncavo. No caso em que o ângulo varia entre 90° e 180° a curvatura da superfície apresenta uma depressão do nível do líquido e é dito que o líquido não molha a parede (figura 14b). O menisco formado neste caso possui um perfil convexo.

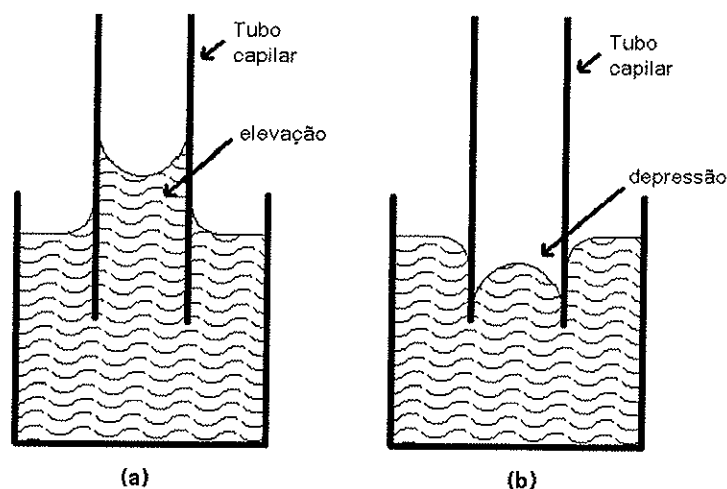


Figura 14 – Elevação ou depressão do nível do líquido no interior de um tubo capilar

No caso da configuração da célula eletrolítica composta pelo fio de tungstênio imerso em solução aquosa de NaOH (2M) mostrada na figura 11, a formação do menisco de solução ao redor do fio apresenta um perfil côncavo. Este fato mostra que a solução eletrolítica utilizada

molha a superfície do fio de tungstênio apresentando um ângulo de contato entre 0° e 90°. A presença do menisco na região de interface é um dos fatores fundamentais no processo de fabricação do perfil de bocal no fio de tungstênio como será mostrado no capítulo seguinte deste trabalho.

2.4 Características do diamante

O diamante é uma das formas alotrópicas do carbono juntamente com a grafite, o carbono amorfo, os cristais de C₆₀, as fibras de carbono, o carbono vítreo, etc [33 – 36, 59 - 60]. Estas várias formas alotrópicas do carbono são formadas pelas hibridizações do átomo de carbono, que podem ser do tipo sp, sp², ou sp³. A forma cristalina mais comum do carbono é a grafite, devido ao fato dela ser mais estável nas condições normais de temperatura e pressão. Algumas formas do carbono, como os nanotubos e o DLC (*Diamond Like Carbon*) foram descobertas mais recentemente.

O diamante é constituído de uma estrutura cristalina formada por uma rede cúbica de face centrada com base primitiva composta por 2 átomos em $(000, \frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{1}{4})$ associada a cada ponto de rede (figura 15) [58]. Cada átomo está ligado a outros quatro átomos por uma ligação σ proveniente da hibridização sp³ dos orbitais atômicos, formando um tetraedro regular. A constante de rede é de 3,56 Å e a distância ao vizinho mais próximo é de 1,54 Å. Há ainda outra estrutura do diamante chamada de lonsdelita cuja estrutura é hexagonal.

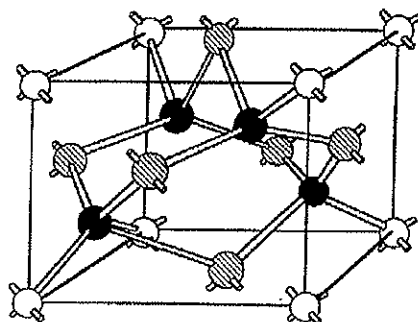


Figura 15 – Estrutura cúbica de face centrada do cristal de diamante [35]

Entre as principais propriedades do diamante podemos citar: alta dureza ($1,0 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$), baixo coeficiente de dilatação térmica ($1,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), alta condutividade térmica ($20,0 \text{ W/cmK}$), quimicamente inerte, isolante elétrico quando puro, resistente à radiação, transparente à luz visível e à radiação infra-vermelha, etc [33 – 36, 60]. As propriedades do diamante fazem com que este material seja promissor para vários campos de aplicação do material. No caso da aplicação do diamante na fabricação de bocais, a alta dureza do material oferece resistência ao desgaste, o baixo coeficiente de dilatação térmica garante a estabilidade do diâmetro da garganta do bocal e o fato de ser quimicamente inerte permite que o bocal seja utilizado em meios corrosivos.

Capítulo 3

Material e Métodos

Neste capítulo apresenta-se uma descrição detalhada dos equipamentos, dos materiais e das etapas de processo utilizados para fabricar e caracterizar os microbocais sônicos de diamante. O aparato experimental utilizado para fabricar o perfil de bocal nos fios de tungstênio, o equipamento de deposição de filme de diamante utilizado para recobrir os fios de tungstênio e a bancada de testes de vazão dos microbocais de diamante são apresentados. São descritas todas as técnicas de caracterização utilizadas para monitorar as várias etapas de processo da fabricação dos microbocais de diamante. Os procedimentos experimentais para fabricar os perfis de bocal, depositar filme de diamante, preparar as amostras para a linha de testes de vazão são descritos passo a passo. A metodologia utilizada para realizar os testes de vazão e para analisar os dados de escoamento obtidos nos testes é apresentada com detalhes neste capítulo.

3.1 Fios de tungstênio utilizados

Os fios de tungstênio utilizados na fabricação dos microbocais de diamante possuem um diâmetro de 500 μm e a superfície dos fios apresenta estrias paralelas ao eixo axial, devido ao processo de fabricação, estabelecendo uma rugosidade na superfície. Esta rugosidade de superfície do fio, como se verá no próximo capítulo, tem um papel muito importante no processo de deposição do filme de diamante. Os primeiros fios adquiridos neste trabalho eram enrolados em carretéis, mas posteriormente, os fios adquiridos se apresentavam na forma de peças estiradas de 2 metros de comprimento.

3.2 Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal

O processo desenvolvido, neste trabalho, para fabricar o perfil de bocal (figura 02) em fios de tungstênio consiste numa corrosão eletrolítica dos fios. A corrosão eletrolítica do tungstênio é um processo de eletrólise onde o fio de tungstênio funciona como anodo [51, 53 e 54]. A eletrólise é feita utilizando uma solução aquosa de NaOH, onde um bastão de aço-inox ou um anel de aço-inox preso a uma haste funcionam como catodo. A configuração da célula eletrolítica é tal que o fio de tungstênio e o bastão ou o anel de aço-inox são mantidos na posição vertical, de forma que parte deles fique para fora da solução. Um esquema mostrando a configuração de uma célula eletrolítica contendo um fio de tungstênio como anodo e um bastão de aço-inox como catodo pode ser visto na figura 16a.

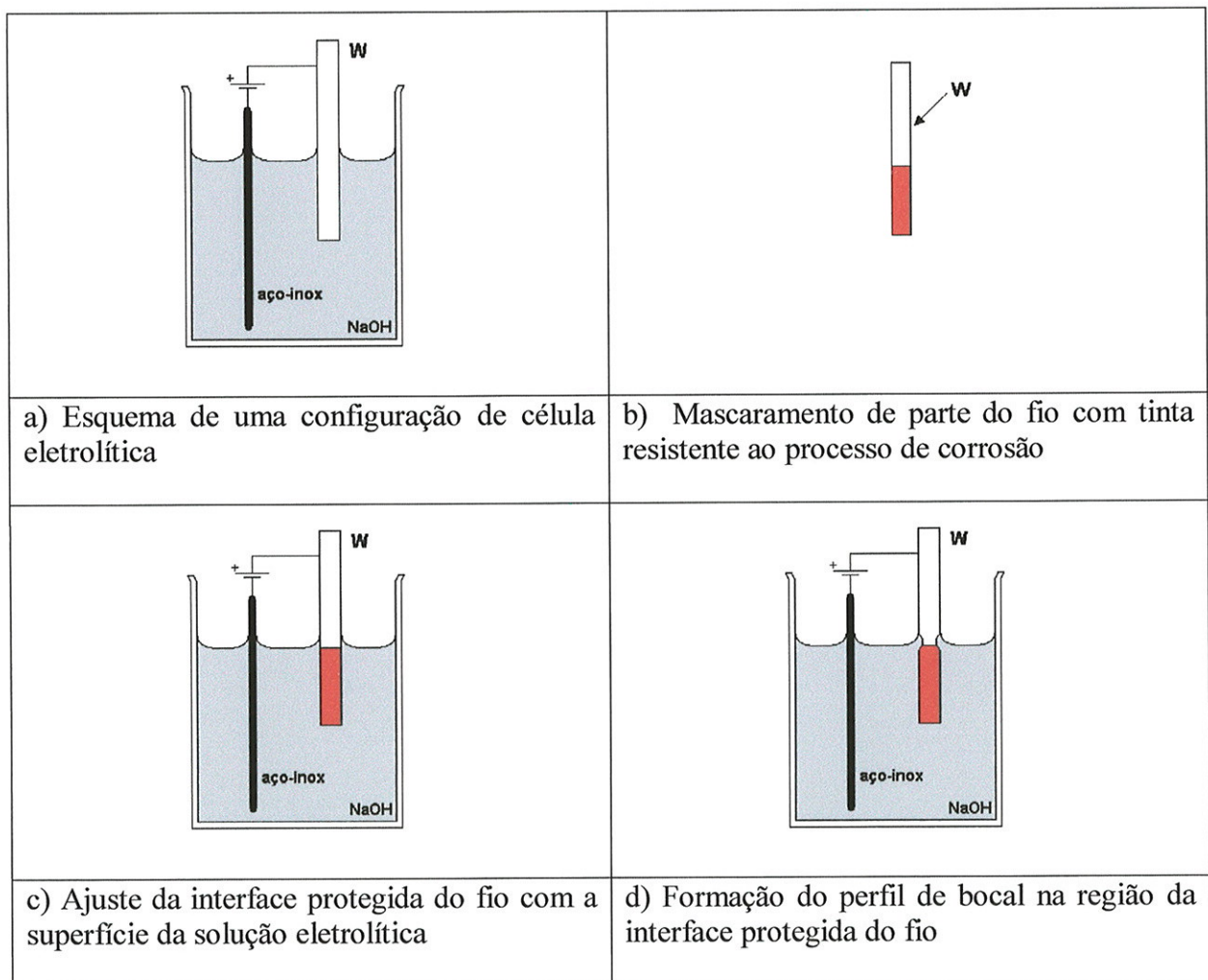


Figura 16 – Processo de fabricação do perfil de bocal nos fios de tungstênio

O desenvolvimento do processo de fabricação do perfil de bocal nos fios de tungstênio foi baseado num método de fabricação de pontas de microscopia de tunelamento (STM - *Scanning Tunneling Microscopy*), encontrado na literatura [51-56]. No método de fabricação de pontas de STM a corrosão do fio de tungstênio é feita até que as duas partes do fio se separem. No caso do processo de fabricação do perfil de bocal, a corrosão do fio de tungstênio é interrompida antes da separação das duas partes do fio. Neste caso, tanto a parte do fio fora da solução com a parte do fio submersa na solução são importantes para a fabricação do perfil de bocal no fio de tungstênio.

Para fabricar o perfil de bocal no fio de tungstênio, foi necessário desenvolver um processo para submeter parte do fio a um mascaramento, utilizando uma tinta resistente à corrosão (figura 16 b). A região da interface protegida do fio de tungstênio é posicionada de forma a coincidir com a superfície da solução eletrolítica (figura 16c). Na superfície da solução ao redor do fio de tungstênio se forma um menisco côncavo que associado às taxas de corrosão nas diferentes direções produz um perfil com características convergente-divergente (figura 16d). O processo de corrosão deve ser interrompido antes da separação total das duas partes do fio para se obter um perfil convergente-divergente, semelhante ao perfil de bocal desejado, no fio de tungstênio. Este método de fabricação de perfil de bocal, utilizando um processo de mascaramento, seguido de um processo de corrosão eletrolítica, foi especialmente desenvolvido no âmbito deste trabalho.

3.3 Bancada de corrosão utilizada na fabricação do perfil de bocal

Uma foto da bancada de corrosão utilizada para fabricar o perfil de bocal nos fios de tungstênio pode ser vista na figura 17. Uma fonte de tensão DC é utilizada para alimentar o circuito com um potencial externo. A faixa de variação do potencial desta fonte é de 0 a 20 V. O circuito sem a presença da fonte de tensão já apresenta um potencial padrão (1,43V) por tratar-se de uma bateria [51, 54]. O pólo negativo é conectado ao bastão ou ao anel de aço-inox (catodo) e o pólo positivo ao fio de tungstênio (anodo). Esta configuração permite que material seja removido do fio de tungstênio. O material removido se transforma em subprodutos que se misturam com a solução eletrolítica ou são expulsos para a atmosfera.

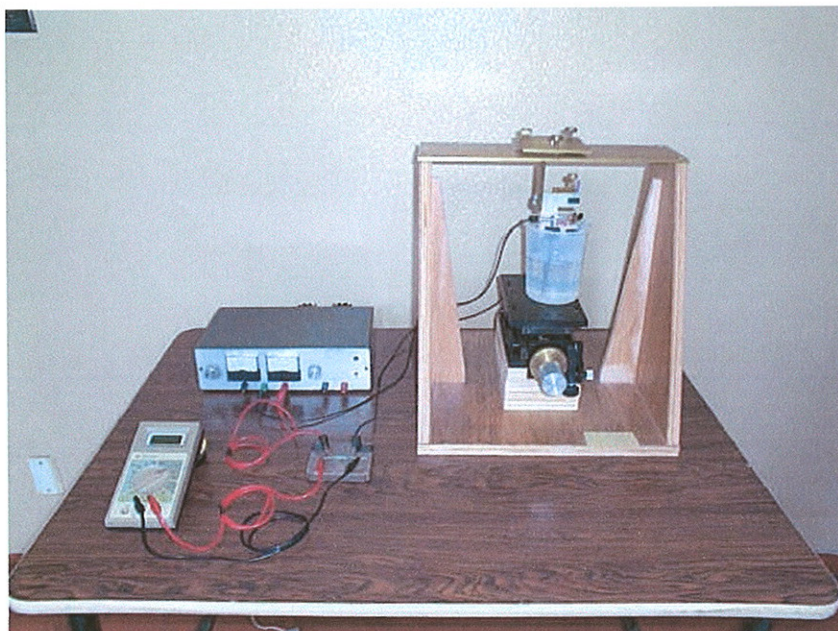


Figura 17 – Foto da bancada de corrosão eletrolítica

Entre a fonte de tensão e o fio de tungstênio é colocada uma resistência de 10Ω , cujos terminais são utilizados para monitorar a corrente de corrosão por meio de um voltímetro. A cuba eletrolítica, com capacidade para 500 ml de solução, posiciona-se sobre uma mesinha com ajuste vertical que, com o auxílio de um micrômetro, permite o ajuste da posição de corrosão no fio de tungstênio. A mesinha com ajuste vertical, sustentando a cuba eletrolítica situa-se numa bancada de madeira que através de uma moldura rígida e um sistema de posicionamento acomoda o fio de tungstênio (figura 18a). Este sistema, especialmente desenvolvido pela autora, é constituído de um suporte de Nylon em formato de “C” preso a uma cantoneira, que por sua vez é presa a uma mesinha de cobre contendo parafusos de ajuste angular (figura 18b). Com o auxílio destes parafusos de ajuste angular e de um fio de prumo é possível ajustar a verticalidade do suporte e, por conseguinte, do fio de tungstênio. O suporte em formato de “C” foi projetado para acomodar fios de tungstênio de pequenos diâmetros ($\leq 500\mu\text{m}$), que são acomodados em furações internas do suporte e tracionados com o auxílio de um parafuso preso a uma alavanca (figura 18b). Este parafuso permite que o fio de tungstênio, de pequeno diâmetro, ao ser tracionado, fique na posição vertical. Os fios de tungstênio de $500\mu\text{m}$ de diâmetro são acomodados em canaletas na região externa do suporte e não necessitam ser tracionados para permanecerem na posição vertical pois possuem resistência mecânica suficiente para ficarem nesta posição. O bastão de aço-inox com 5 mm

de diâmetro e 140 mm de comprimento, quando utilizado, é colocado a 30 mm do fio de tungstênio na região externa do suporte. O anel de aço-inox com 35 mm de diâmetro e 1,8 mm de espessura, quando utilizado, é fixado pela sua haste com 3mm de diâmetro em uma barra de acrílico presa na cuba eletrolítica. O anel de aço-inox fica totalmente submerso na solução a aproximadamente 2 mm da superfície. O fio de tungstênio é colocado no centro do anel de aço-inox de forma que a distância entre eles seja de 17,5 mm.

3.4 Pré-tratamento da superfície do fio de tungstênio

O pré-tratamento da superfície do fio de tungstênio consiste em banho com suspensão de pó de diamante, utilizando um equipamento de ultra-som. A finalidade deste pré-tratamento de superfície é promover uma dispersão uniforme de partículas de diamante na superfície, que posteriormente servirão como sementes para a nucleação do filme de diamante no processo de deposição [61, 62]. O equipamento utilizado na semeadura de partículas de diamante na superfície dos fios de tungstênio é um ultra-som T-14 da *Thornton*, operando com frequência de 25 KHz.

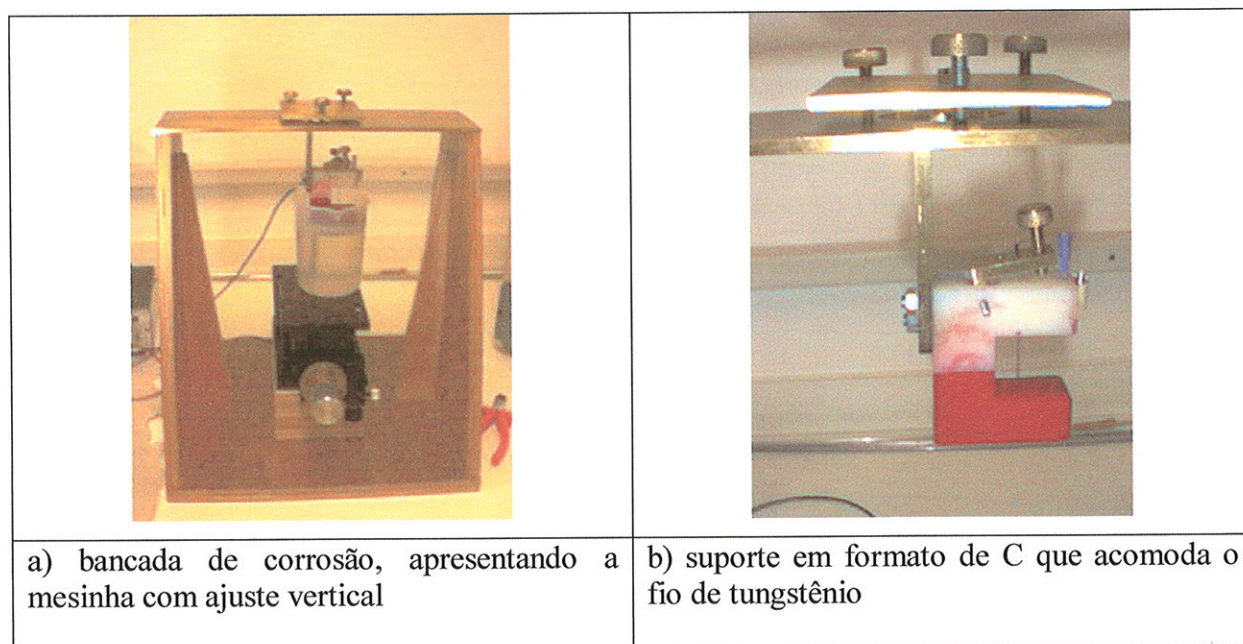


Figura 18 – Detalhes da bancada de corrosão eletrolítica

3.5 Equipamento de deposição de filme de diamante CVD

A técnica de deposição de filme de diamante utilizada no recobrimento dos fios de tungstênio consiste em *plasma enhanced chemical vapor deposition*, ou PECVD, com plasma gerado por microondas [63, 39]. O processo de crescimento de diamante a partir da fase vapor envolve a ativação de uma mistura de gases, em geral, composta por um hidrocarboneto e hidrogênio. O gás hidrocarboneto normalmente utilizado é o metano e sua concentração em hidrogênio é da ordem de 1%. O processo de ativação da mistura pode ser feito por radiação de microondas e as principais espécies formadas após o processo de ativação são o acetileno, o radical metila e o hidrogênio atômico. Durante o processo de deposição ocorre a formação de carbono na forma da grafite e na forma de diamante. O hidrogênio atômico presente na fase vapor promove uma corrosão da grafite depositada no processo, propiciando um maior percentual de diamante depositado. Após a nucleação, a deposição de filme de diamante apresenta um estágio de coalescência, em que cristais isolados aumentam de tamanho até se tocarem, e em seguida passa para um estágio de crescimento colunar, aumentando a espessura do filme depositado. Tratamentos da superfície dos substratos como o polimento ou a semeadura com pó de diamante são utilizados para aumentar a densidade de nucleação de cristais de diamante no estágio inicial do processo de deposição do filme [61, 62]. A taxa de deposição do filme de diamante por meio da técnica de deposição química a vapor gerada por microondas é de aproximadamente 1 μ m/h. O equipamento utilizado nesta técnica de deposição foi inteiramente construído no Instituto de Física de USP [63]. O processo CVD, neste equipamento, ocorre no interior de uma câmara de reação delimitada por uma campânula de quartzo (figura 19a) situada no interior de uma cavidade ressonante de microondas com simetria cilíndrica (figura 19b). O porta-amostras é constituído por um tubo de latão colado a um tubo de quartzo onde a amostra é apoiada. É colocado um anel de grafite ao redor da amostra, o que otimiza a distribuição de campo local, auxiliando no processo de deposição do filme (figura 19a). A excitação da cavidade é efetuada por uma válvula de microondas *magnetron* de 2,45 GHz. O filme de diamante depositado por esta técnica apresenta cristais facetados, caracterizando um filme de boa qualidade.

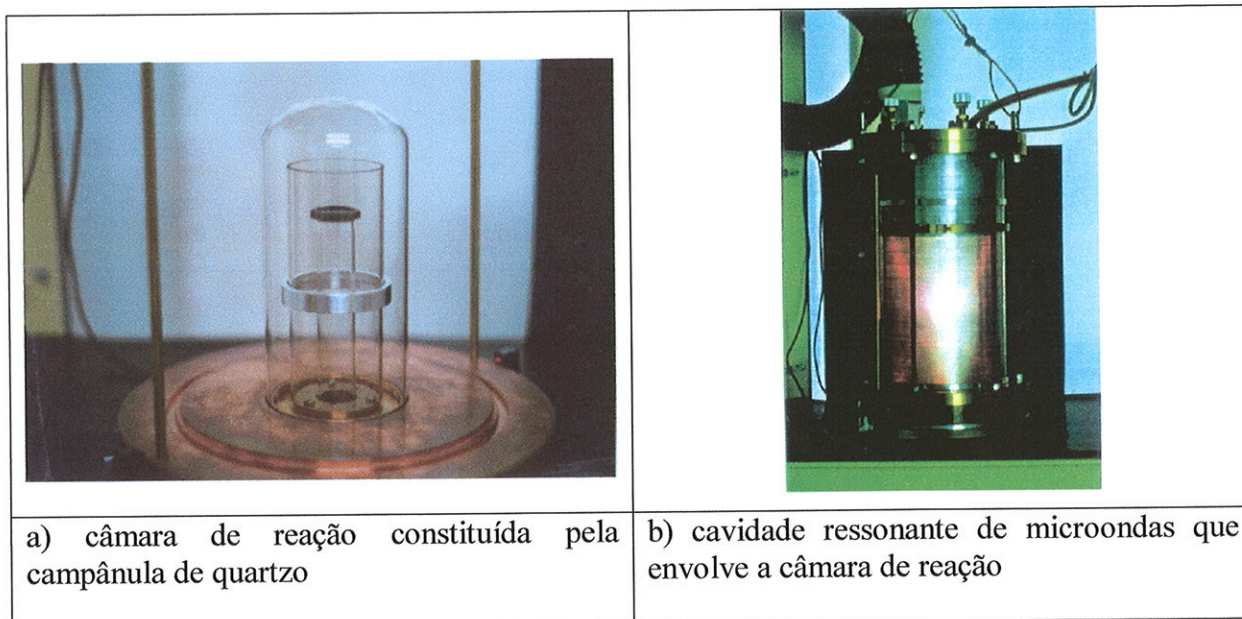


Figura 19 – Equipamento de deposição química a vapor de filme de diamante

3.6 Técnica de corte a laser dos fios de tungstênio

O corte dos fios de tungstênio recobertos com filme de diamante é feito utilizando um processo a laser. O corte ocorre devido à interação do material com o laser provocar fusão e vaporização de material na região de corte. No caso de corte de diamante trata-se de um processo de combustão do material. Movendo-se a amostra em relação ao feixe de laser e utilizando um jato de gás direcionado à região de corte pode-se obter um corte limpo e preciso. Uma descrição do processamento de materiais, utilizando processo a laser, pode ser encontrada na referência [64]. O equipamento utilizado no corte dos fios de tungstênio recobertos com filme de diamante é um laser de neodímio:YAG acoplado a um comando numérico computadorizado que se encontra instalado no Centro de Laser e Aplicações do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

3.7 Técnicas de caracterização de superfície

3.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Uma das técnicas de caracterização de superfície utilizadas para monitorar as várias etapas de processo de fabricação dos microbocais de diamante é a microscopia eletrônica de varredura. Nesta técnica, um feixe de elétrons varre a superfície da amostra e sinais provenientes da interação do feixe com a amostra, como elétrons retroespalhados, elétrons secundários e raios-x podem ser coletados, permitindo a análise topográfica ou composicional da amostra. Maiores detalhes sobre esta técnica podem ser encontrados em [65]. O microscópio utilizado no monitoramento das etapas de processo da fabricação dos microbocais de diamante é um JSM 5900 LV que se encontra no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LME-LNLS).

3.7.2 Microscopia de Força Atômica (AFM)

Outra técnica de caracterização de superfície utilizada no processo de fabricação dos microbocais de diamante é a Microscopia de Força Atômica (AFM – *Atomic Force Microscopy*) [51]. A Microscopia de Força Atômica (AFM) utiliza uma ponta muito fina, ligada à extremidade livre de um cantilever, como sonda para varrer a superfície da amostra. Durante a varredura essa ponta irá tocar a superfície, onde a força de interação será a de van der Waals. Para pequenas distâncias, a força de van der Waals é repulsiva e aumenta rapidamente com a diminuição da distância. Assim, quando a ponta varre a superfície da amostra, passa por pontos de diferentes alturas, gerando variação na deflexão do cantilever. Esta deflexão é medida através de um feixe de laser refletido na extremidade do cantilever, chegando até um fotodiodo. Através de um *feedback* com um computador, a deflexão do cantilever é mantida constante durante a varredura, movendo o cantilever verticalmente, a cada ponto. A posição vertical do cantilever, juntamente com a posição (x,y) correspondente, é armazenada em computador, formando a imagem topográfica da superfície da amostra. Este sistema de medida ótica de variações de altura tem sensibilidade para detectar até fração de angström. Esta técnica permite também obter a rugosidade RMS (*Root Mean Square*) da superfície da amostra. A rugosidade RMS é definida como a raiz quadrada do valor médio do quadrado das alturas dos pontos que compõem a superfície da amostra. O microscópio

utilizado na análise dos fios de tungstênio e dos microbocais de diamante é um *NanoScope III-A* da Digital que se encontra no Laboratório de Filmes Finos do Instituto de Física da USP.

3.7.3 Espectroscopia de Raios-X (PIXE)

Um dos métodos de análise de materiais por feixe iônico utilizado neste trabalho, para caracterizar a superfície de fios de tungstênio, foi o método PIXE (Proton Induced X-Ray Emission), que se baseia na espectroscopia de raios-x [67]. No método PIXE, a emissão de raios-x característicos pela amostra é induzida com a irradiação de partículas (prótons ou alfas) de um feixe iônico (H^+ , He^+ , He^{2+} , ...). O feixe de íons ioniza as camadas eletrônicas internas (K ou L) dos átomos da amostra, produzindo vacâncias nas camadas. Quando as vacâncias são preenchidas por elétrons mais periféricos ocorre a emissão de raios-x característicos pelos átomos da amostra. Os raios-x característicos são detectados com um detector de Si(Li) e o sinal é armazenado em um analisador multicanal, possibilitando identificar e quantificar os elementos constituintes da amostra. A energia das partículas do feixe de íons é da ordem de alguns MeV, limitando a profundidade analisada a alguns microns, caracterizando este método como de análise de superfície. O equipamento, utilizado para caracterizar a superfície de fios de tungstênio, consiste num acelerador eletrostático *Pelletron-Tandem*, modelo 5SDH, fornecido pela NEC (*National Electrostatic Corporation*), que alcança 1,7MV de tensão máxima no terminal. Este equipamento se encontra no Laboratório LAMFI do Instituto de Física da USP.

3.8 Bancada de testes de vazão de gás

Foram utilizadas duas configurações de bancadas de testes de vazão de gás pertencentes ao Laboratório de Vazão de Gás do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT). A descrição detalhada da montagem destas bancadas pode ser vista em [66].

Uma das configurações de bancadas de testes utilizada na caracterização dos microbocais de diamante consiste em estabelecer regimes de alta pressão na região de montante dos

microbocais e regime de pressão atmosférica na região de jusante. O teste de vazão realizado na bancada com esta configuração é denominado de teste de alta pressão à montante. A outra configuração de bancada de testes utilizada na caracterização dos microbocais de diamante consiste em estabelecer regime de pressão atmosférica na região de montante dos microbocais e regimes de baixa pressão na região de jusante. Este teste de vazão é denominado de teste de baixa pressão à jusante.

Um esquema da configuração da bancada de testes de vazão de alta pressão à montante pode ser visto na figura 20. O gás de teste utilizado é ar comprimido, fornecido por um compressor situado na entrada da linha de testes. O suprimento de ar comprimido pode fornecer pressões de gás de até 900 kPa. O ar comprimido é isento de umidade devido à utilização de um secador posicionado logo após o compressor.

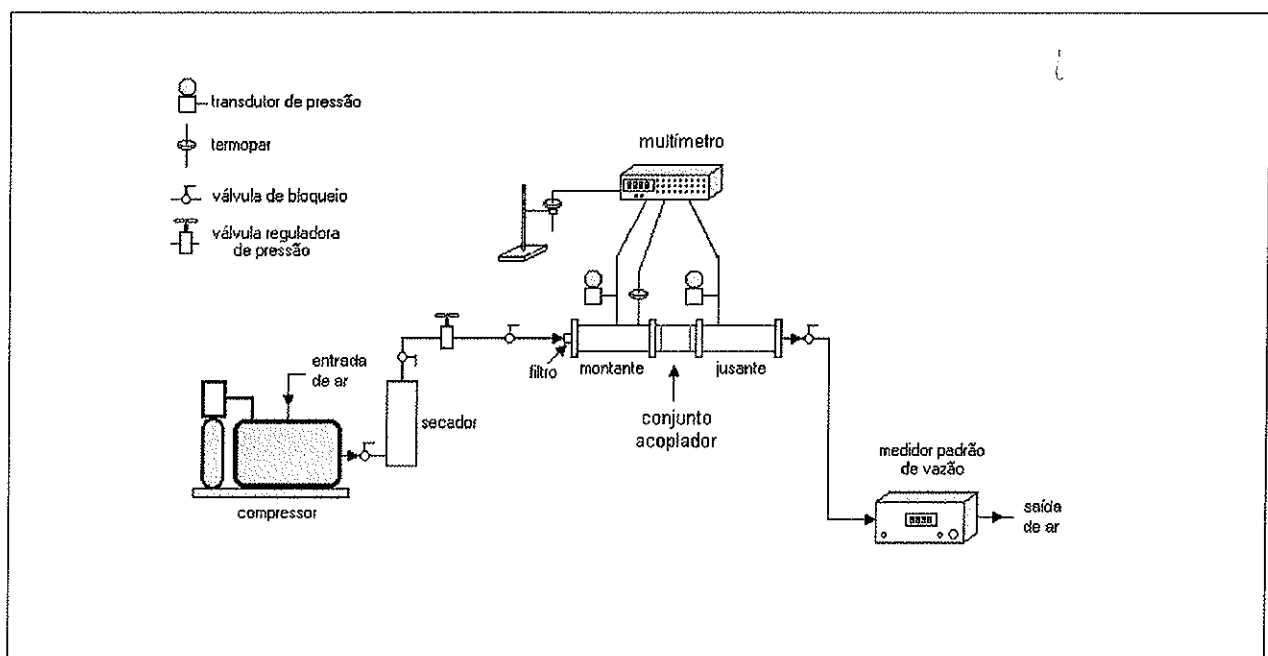


Figura 20 – Esquema da bancada de testes de vazão para regimes de alta pressão à montante

A linha de testes, vista na figura 20, mostra uma válvula reguladora de pressão na entrada da bancada de testes que regula a pressão de montante em valores que variam entre 100 e 800 kPa. Seguindo a linha de testes observa-se uma válvula de bloqueio após a válvula reguladora de pressão que serve para isolar partes da linha de testes para testar possíveis vazamentos. Ao lado da válvula de bloqueio existe um filtro de gás, de metal sinterizado, que não permite a

passagem de partículas com dimensão maior que 3 μm . Na sequência da linha, encontra-se o conjunto acoplador (figura 21a), que consiste num tubo de diâmetro interno de 25 mm composto de um reservatório de montante, de um cilindro fixador de amostras (figura 21b) e de um reservatório de jusante. O cilindro fixador de amostras é preso ao conjunto acoplador através de presilhas.

No reservatório de montante existe uma tomada de pressão e uma de temperatura. No reservatório de jusante existe uma única tomada de pressão. As tomadas de pressão são feitas utilizando transdutores de pressão do tipo capacitivo. As tomadas de temperatura são feitas utilizando termopares do tipo T, de cobre-constantan. Nas dependências da bancada de testes são feitas medidas de temperatura ambiente e de pressão atmosférica. Na saída do conjunto acoplador existe outra válvula de bloqueio para isolar partes da linha de testes com a finalidade de detectar possíveis vazamentos.

No final da linha de testes encontra-se o medidor padrão de vazão mássica. Este equipamento é da marca *Volumetrics* e o modelo é 14351. O procedimento de medida da vazão mássica, feita por este equipamento consiste no aquecimento elétrico de uma pequena porção de gás, que é desviada para um tubo capilar. Medindo-se continuamente a temperatura em dois pontos deste capilar é possível se obter a quantidade de calor trocada e calcular a vazão de gás por meio de equações de troca de calor. A faixa de operação deste equipamento vai desde 2 sccm até 20000 sccm. O medidor padrão de vazão mássica possui um microprocessador que indica diretamente a vazão volumétrica de gás (Q_r) tomada nas condições de referência de pressão (P_r) e de temperatura (T_r) do medidor. As condições de referência utilizadas no medidor padrão de vazão mássica correspondem a 101,325 kPa e a 294,15 K (21 °C).

A figura 22 mostra o esquema da bancada de testes de vazão de baixa pressão à jusante. A linha de testes é bastante semelhante à descrita anteriormente (figura 20) com a ressalva de que o medidor padrão de vazão mássica neste caso se encontra na entrada da linha de testes e uma bomba de vácuo é posicionada no final da linha.

A válvula reguladora de pressão desta linha é posicionada numa ramificação da bomba de vácuo. Quando esta válvula está totalmente aberta, a maior parte do ar bombeado vem da atmosfera, que entra pela ramificação da bomba, e somente uma pequena quantidade do ar

bombeado vem da linha de testes, que passa pelo dispositivo. O ar que passa pela linha de testes é aspirado por uma entrada do medidor padrão de vazão mássica. À medida que a válvula reguladora vai sendo fechada, diminui o ar da atmosfera bombeado através da ramificação da bomba e aumenta o ar proveniente da linha de testes. Este procedimento faz com que a pressão na região de jusante diminua à medida que a válvula reguladora de pressão vai sendo fechada. Esta diminuição na pressão de jusante serve como elemento motor do escoamento. Os valores de pressão de jusante medidos variam entre 10 e 90 kPa. Os dados de pressão e de temperatura são registrados como mencionado anteriormente na descrição da bancada de testes de vazão de alta pressão a montante (figura 20).

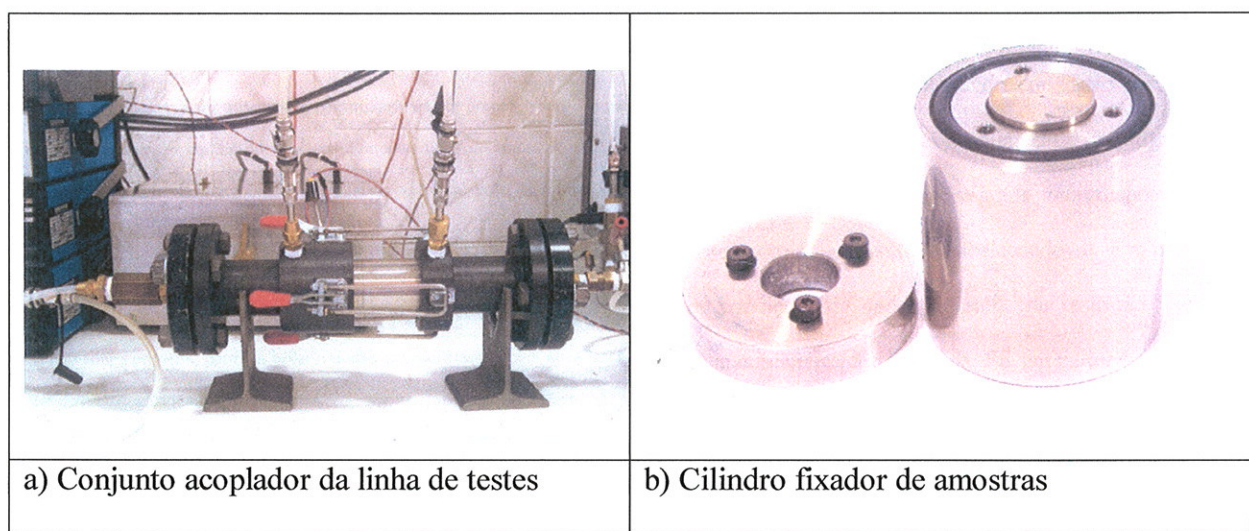


Figura 21 – Detalhes do porta-amostras da linha de testes de vazão [66]

3.9 Procedimento Experimental

3.9.1 Fabricação do perfil convergente-divergente de bocal

Os primeiros perfis de bocal fabricados nos fios de tungstênio foram feitos utilizando ajustes manuais no processo de corrosão. O ajuste da verticalidade do fio e o controle da área de corrosão eram feitos manualmente. Quando a bancada de corrosão projetada para controlar o processo passou a ser utilizada, o controle destes ajustes foi bastante facilitado devido a utilização do micrômetro acoplado a mesinha com o ajuste vertical.

O primeiro passo do procedimento para fabricar o perfil de bocal no fio de tungstênio, utilizando a bancada de corrosão, era ajustar a verticalidade do suporte que acomodava o fio de tungstênio. Para isto, um fio de prumo era fixado numa furação interna do suporte que era paralela à outra canaleta posicionada na região externa do suporte que acomodava o fio de tungstênio (figura 23a). Com o auxílio do fio de prumo e dos parafusos de ajuste horizontal, situados na mesinha que sustentava o suporte, era possível ajustar a verticalidade do suporte que acomodava o fio de tungstênio. Após o ajuste da verticalidade do suporte, o fio de prumo era retirado das proximidades da região de corrosão.

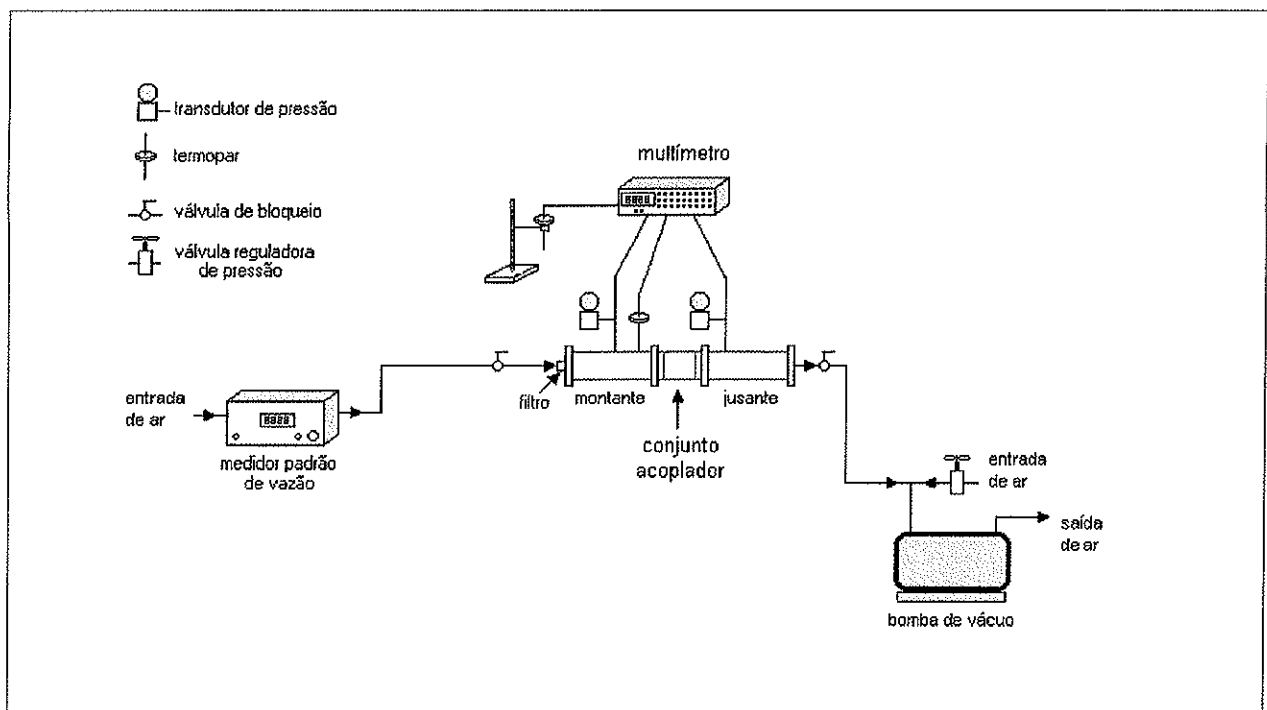


Figura 22 – Esquema da bancada de testes de vazão para regimes de baixa pressão à jusante

O passo seguinte era fixar o fio de tungstênio no suporte já ajustado na posição vertical. Quando o catodo utilizado na célula eletrolítica era o bastão de aço-inox, este era fixado a 30mm do fio de tungstênio na região externa do suporte. Quando era utilizado o anel de aço-inox, este era fixado na barra de acrílico presa na cuba eletrolítica de forma que o fio de tungstênio ficasse no centro do anel.

Um experimento inicial de corrosão eletrolítica foi realizado, neste trabalho, com a finalidade de diminuir a rugosidade da superfície dos fios de tungstênio. Um conjunto de fios de

tungstênio foi submetido a um processo de polimento, utilizando o processo de corrosão eletrolítica, com o fio completamente imerso na solução e sem mascaramento. Neste experimento, uma fonte de tensão DC era utilizada na célula eletrolítica para fornecer um potencial externo ao processo de corrosão. Os parâmetros de corrosão utilizados neste experimento foram: 425 ml de solução (2M de NaOH), 40mm de comprimento de fio, tempo de corrosão de 3 min e tensão externa do circuito variável. Outro objetivo deste experimento inicial era determinar qual a tensão de trabalho a ser utilizada nos processos de corrosão eletrolítica, que consistia na tensão que fornecia os melhores parâmetros de redução de rugosidade da superfície do fio de tungstênio.

O passo seguinte do processo de fabricação do perfil de bocal, foi submeter um conjunto de fios de tungstênio originais a um polimento eletrolítico para remover a camada de óxido da superfície dos fios. A célula eletrolítica, deste experimento, não possuía potencial externo, operando com a tensão padrão da célula (1,43V). O tempo de duração do experimento era de 30 seg. Imediatamente após o polimento, os fios de tungstênio eram submetido a banhos com água deionizada para neutralizar os efeitos da solução e eram secados com papel absorvente. Vale ressaltar que esta leve corrosão não era suficiente para alterar a rugosidade da superfície do fio, como se verá em maiores detalhes no próximo capítulo deste trabalho.

Em seguida, os fios de tungstênio, sem a camada de óxido na superfície, foram submetidos ao processo de mascaramento. Este processo consistia no recobrimento da parte do fio, que ficava submersa na solução eletrolítica, com uma tinta resistente à solução. Para recobrir com tinta o fio de tungstênio, de 500 μm de diâmetro, este era fixado na posição vertical na canaleta externa do suporte da bancada de corrosão (figura 23a). Um recipiente com a tinta era apoiado na mesa que possuía ajuste vertical onde normalmente era colocada a cuba eletrolítica (figura 23b). A tinta utilizada era um esmalte comercial composto por uma mistura de nitrocelulose, tolueno sulfonamida formaldeído, acetato de butila e etila, toluol, cânfora, álcool etílico e isopropílico e pantotenato de cálcio. A posição vertical da mesa era ajustada através de um parafuso de controle até submergir aproximadamente 20mm do fio de tungstênio. Para fios de tungstênio com diâmetro menor do que 500 μm , o suporte também precisava ser mergulhado no esmalte devido ao fato do fio estar fixado em furações internas do suporte (figura 18b). O procedimento de submergir o fio ou o conjunto fio-suporte era repetido até que a camada de tinta ao redor do fio ficasse espessa o suficiente para protegê-lo

da solução eletrolítica. Durante a repetição deste processo o comprimento do fio submerso era menor do que 20mm para não danificar a região da interface da tinta ao redor do fio. Em seguida o fio era deixado na posição vertical para a completa secagem da tinta.

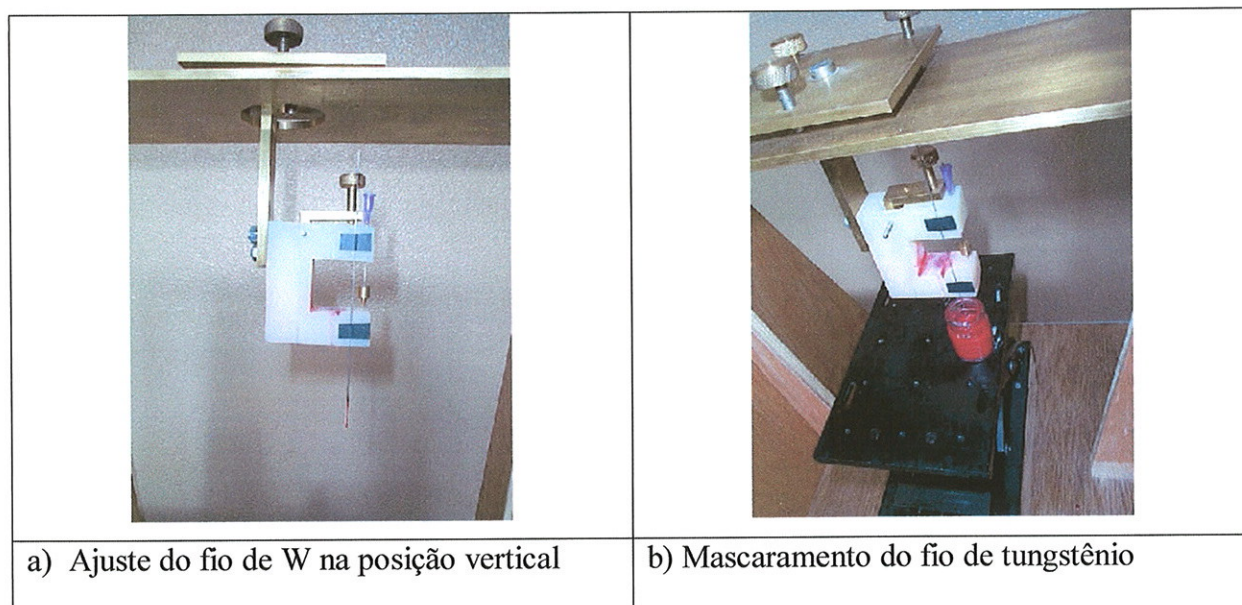


Figura 23 – Detalhes do procedimento de corrosão do fio de tungstênio

Antes de dar início ao processo de corrosão eletrolítica para fabricar o perfil de bocal em fios de tungstênio, foi realizado um experimento para determinar a taxa de corrosão dos fios de tungstênio. Este experimento consistiu em diferentes tempos de corrosão eletrolítica de fios de tungstênio submetidos anteriormente ao processo de mascaramento. Um dos objetivos deste experimento foi determinar também o comportamento da corrente com relação ao tempo de corrosão. Os parâmetros de corrosão utilizados neste experimento foram: 420 ml de solução (2M de NaOH), 20mm de comprimento de fio submerso na solução, 10V de tensão no circuito e tempo de corrosão variável.

Nesta etapa do processo, o experimento de corrosão eletrolítica para fabricar o perfil de bocal estava pronto para ser realizado, uma vez que os fios já estavam recobertos com a tinta resistente à solução e os parâmetros de corrosão, como o potencial e os tempos de corrosão, já estavam definidos. Para realizar a corrosão, visando fabricar o perfil de bocal, a célula eletrolítica era ativada com um potencial externo de 10V e a cuba preenchida com um volume de 420ml de solução (2M de NaOH). Para que o perfil de bocal se formasse na região de

interface da tinta ao redor do fio, esta região precisava coincidir com a superfície da solução eletrolítica, mantendo apenas um pequeno comprimento do fio exposto à corrosão. O menisco que se formava na superfície da solução ao redor do fio, associado às taxas de corrosão nas diferentes direções, produzia o formato de bocal no fio de tungstênio. Para fazer este ajuste da interface da tinta com a superfície da solução, a cuba eletrolítica era colocada sobre a mesa com ajuste vertical e parte do fio protegido com a tinta era submersa na solução. Nesta etapa, o circuito da célula eletrolítica estava aberto porque nenhuma corrente passava pelo circuito devido ao fato da tinta proteger o fio da solução corrosiva. A posição vertical da mesa que sustentava a cuba eletrolítica era então ajustada até a aproximação da interface da tinta ao redor do fio à superfície da solução. A partir desta posição, o ajuste vertical da mesa era feito pelo micrômetro da mesa até que fosse observada a passagem de uma corrente elétrica pelo circuito. Quando ocorria o início da passagem de corrente pelo circuito, a posição vertical da mesa era fixada e dava-se início à contagem do tempo de corrosão. O tempo de corrosão determinava o diâmetro da garganta do perfil de bocal fabricado e por este motivo era um parâmetro variável para ser possível obter vários diâmetros de garganta. Após o término de cada corrosão, o fio de tungstênio era submetido a banhos com água deionizada para neutralizar os efeitos da solução e era secado com papel absorvente. Em seguida a tinta era removida da superfície do fio utilizando banhos com acetona pura. Após esta etapa do processo o fio de tungstênio possuía o perfil convergente-divergente de bocal desejado.

3.9.2 Pré-tratamento da superfície do fio de tungstênio

Os fios de tungstênio com o perfil de bocal foram submetidos a um banho de ultra-som utilizando uma suspensão de diamante composta de 150mg de pó de diamante de 1 μm , 15 ml de água destilada e posteriormente deionizada e 15 ml de etanol. O tempo de duração do banho foi de 5 min e após o seu término o fio de tungstênio foi colocado na posição vertical para secar ao ar livre. Após a secagem, o excesso de pó de diamante foi removido com um pincel de cerdas finas. Com este pré-tratamento de superfície, o fio de tungstênio estava pronto para ser submetido ao processo de deposição de filme de diamante.

3.9.3 Deposição de filme de diamante CVD

As extremidades do fio de tungstênio com a superfície pré-tratada com suspensão de diamante eram apoiadas sobre dois suportes de silício (figura 24a), que por sua vez eram apoiadas sobre uma lâmina de silício submetida ao mesmo pré-tratamento de superfície. A altura do fio de tungstênio em relação à lâmina de silício era da ordem de 0.8 mm. A lâmina de silício que sustentava o fio de tungstênio era apoiada sobre o porta-amostras de quartzo do reator. Apoiado no porta-amostras de quartzo existia também um anel de grafite que envolvia o fio de tungstênio posicionado sobre a lâmina de silício (figura 24b). Os parâmetros de deposição utilizados no processo de deposição do filme de diamante foram: fluxo de hidrogênio=300 sccm, fluxo de metano=3 sccm, pressão=90 torr, temperatura do substrato=800 °C e tempo de deposição=24 horas.

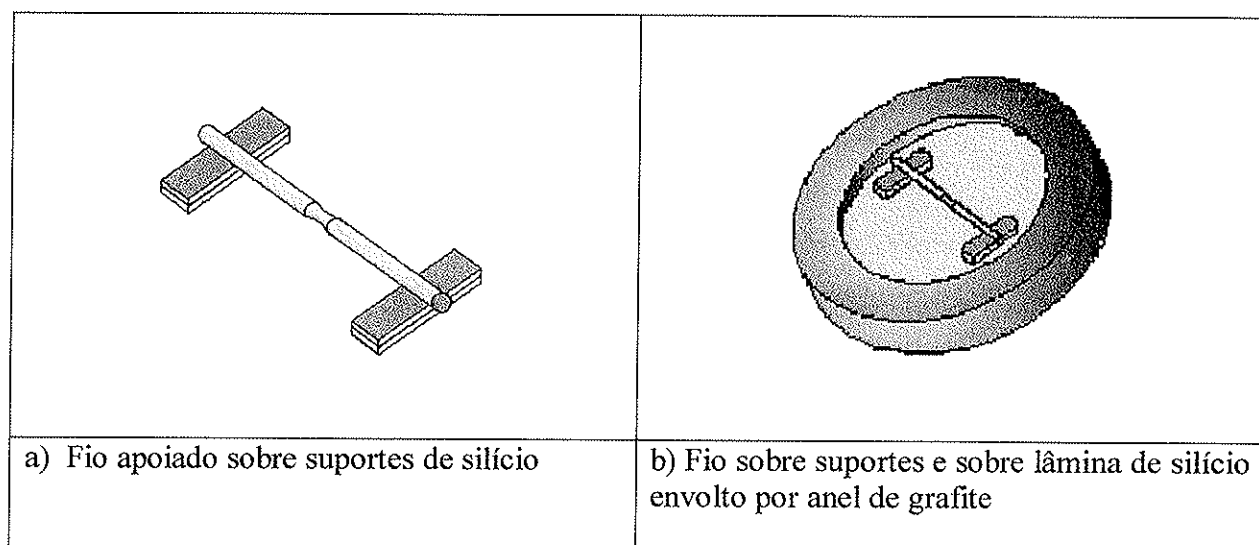


Figura 24 – Detalhes da configuração do fio sobre o porta-amostras do reator CVD

3.9.4 Corte a laser dos fios de tungstênio

Para realizar o corte dos fios de tungstênio recobertos com filme de diamante, nas dimensões desejadas, utilizando processo a laser, foi fabricado um porta-amostras que consistia numa placa de aço-inox contendo diversas fendas. As distâncias entre as fendas eram diferentes para que fosse possível cortar fios com comprimentos de 3, 5 e 7 mm. Os fios de tungstênio eram apoiados sobre as fendas de forma que o laser cortasse os fios na região das fendas, onde não

existiria nenhum obstáculo ao feixe (figura 25). Os parâmetros utilizados no processo de corte dos fios foram: energia por pulso=0.6 J, largura temporal=0.4 ms, taxa de repetição=119 Hz, velocidade de corte= 300 mm/min, gás de processo=O₂ e diâmetro do feixe≈150µm. O gás O₂ foi escolhido, como gás de trabalho, para facilitar o processo de combustão do diamante, durante o processo de corte a laser.

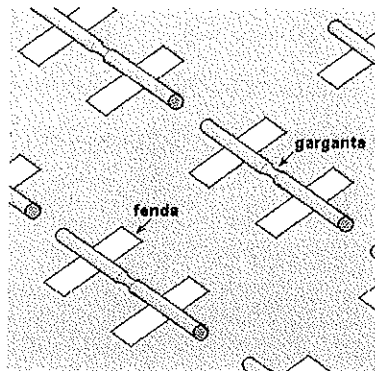


Figura 25 – Esquema do posicionamento dos fios sobre as fendas da placa de aço-inox

3.9.5 Preparação das amostras para os testes de vazão de gás

O fio de tungstênio recoberto com filme de diamante, cortado nas dimensões desejadas era embutido numa matriz de cera de abelha para adquirir maior resistência mecânica e ser acoplado na linha de testes de vazão. A cera de abelha foi escolhida para fabricar a matriz porque era resistente ao processo de corrosão ácida do tungstênio para abrir a passagem do microbocal. Para montar a matriz, utilizava-se uma seringa de plástico com a extremidade cortada, contendo um diâmetro de 12 mm e um volume que fornecia uma altura correspondente ao comprimento do fio de tungstênio. A cera quente era colocada dentro da seringa e o fio era posicionado no centro da seringa, na posição vertical. Após o esfriamento, a cera endurecia e a matriz contendo o fio era expulsa da seringa utilizando o seu próprio êmbolo. Um esquema da matriz de cera de abelha contendo o fio de tungstênio pode ser visto na figura 26a. A matriz era deslizada sobre uma placa quente até que a extremidade do fio de tungstênio ficasse totalmente exposta. Este procedimento era feito nos dois lados da matriz para expor as duas extremidades do fio.

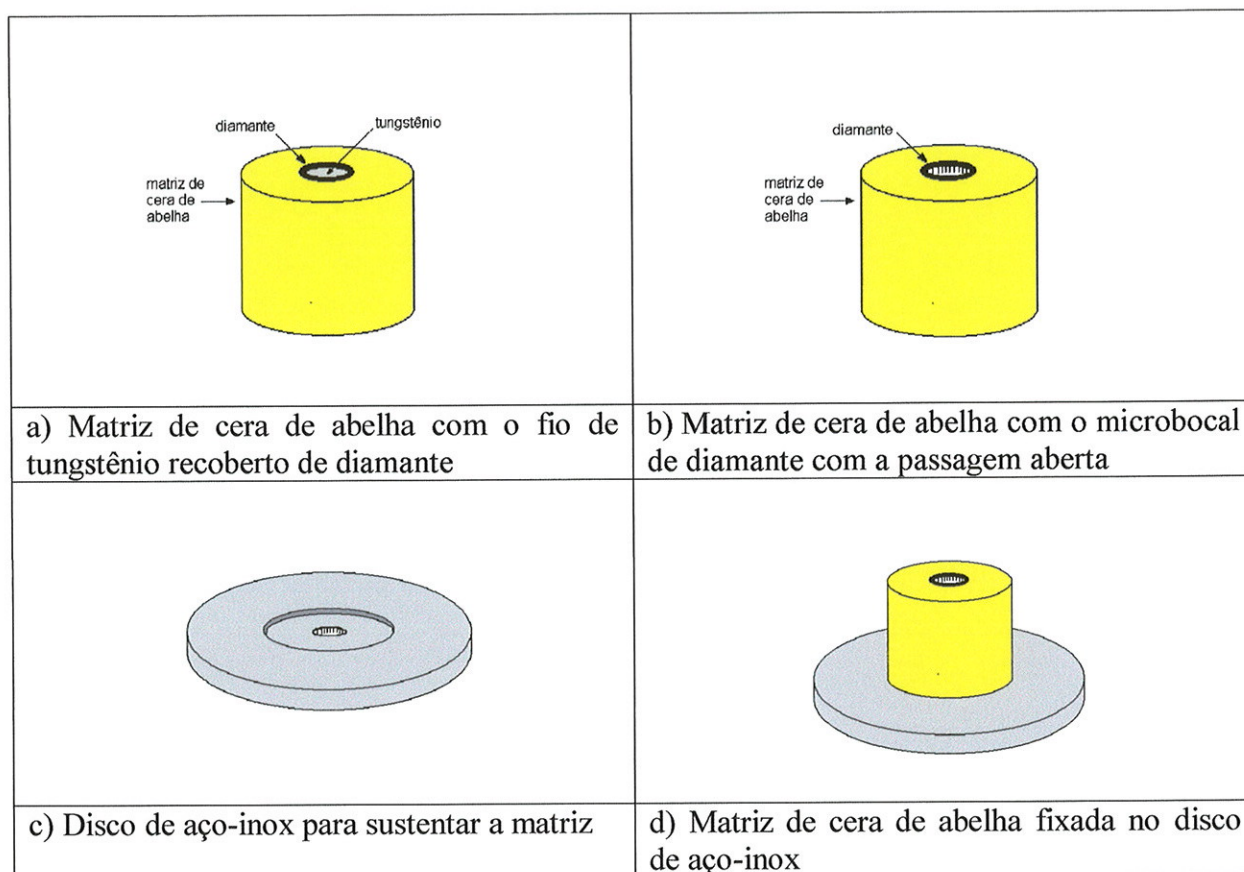


Figura 26 – Detalhes do procedimento de preparação da amostra para linha de testes

Em seguida a matriz era submetida ao processo de corrosão ácida do tungstênio que servia de molde para a fabricação do microbocal de diamante. Uma mistura de ácido fluorídrico e ácido nítrico, numa proporção de 1:1 em volume, era utilizada para corroer o material. A matriz era colocada num recipiente plástico, contendo a solução ácida, durante 24 horas em temperatura ambiente. Após esta etapa do processo, tínhamos o microbocal de diamante envolvido na matriz de cera de abelha com a passagem aberta, pois o tungstênio, material que preenchia o seu interior, era completamente corroído (figura 26b). A etapa seguinte consistia em fixar a matriz, contendo o bocal de diamante com a passagem aberta, num disco de aço-inox que continha um rebaixamento cilíndrico com o mesmo diâmetro da seringa utilizada para fabricar a matriz (figura 26c). A montagem da matriz de cera, contendo o bocal de diamante, no disco de aço-inox era feita fixando a matriz no rebaixamento cilíndrico do disco. O processo de fixação da matriz no disco utilizava a própria cera como material adesivo. A matriz era apoiada no rebaixamento cilíndrico do disco e este era levemente aquecido o suficiente para que a cera ficasse semilíquida. A temperatura amena da cera fazia com que a matriz se acomodasse no rebaixamento e se fixasse ao disco após o resfriamento (figura 26d). Esta

etapa do processo era crítica pois existia o risco de aquecimento excessivo, tornando-a muito líquida a ponto de entrar dentro do bocal e obstruir a sua passagem. Por outro lado, a fixação da matriz ao disco de aço-inox devia ser completa para garantir que durante o teste de vazão, o gás passasse somente através da passagem do microbocal. Para garantir a vedação da matriz ao disco de aço-inox era colocada uma grossa camada de cola de prata na região da base da matriz fixada ao disco. O disco de aço-inox contendo a matriz com o microbocal de diamante (figura 26d), com a passagem aberta, era acomodado dentro do cilindro fixador de amostras (figura 21b), que fazia parte do conjunto acoplador da linha de testes de vazão.

3.9.6 Testes de vazão de gás

Os procedimentos de testes de vazão de gás utilizados em ambos os casos de alta pressão à montante e de baixa pressão à jusante eram bastante semelhantes. Para realizar os testes de vazão, primeiramente escolhia-se a configuração de bancada desejada, alta pressão à montante (figura 20) ou baixa pressão à jusante (figura 22). Em seguida a amostra era colocada no cilindro fixador de amostras e este era fixado no conjunto acoplador da linha de testes. O passo seguinte era fazer testes para encontrar possíveis vazamentos. Para isto, introduzia-se ar na linha e fechavam-se as duas válvulas de bloqueio que isolavam o conjunto acoplador do restante da linha. Monitorando a pressão por um determinado tempo era possível detectar a existência de possíveis vazamentos na região do conjunto acoplador onde se encontrava a amostra a ser testada. Evidenciando a ausência de vazamento na linha, a válvula reguladora de pressão era acionada para fixar o primeiro valor de pressão de montante no caso de teste de alta pressão à montante ou o primeiro valor de pressão de jusante no caso de teste de baixa pressão à jusante. Após ajustar o valor de pressão da linha, aguardava-se a estabilização do escoamento de gás, monitorando o valor da pressão. Constatada a estabilização do escoamento, era realizada a tomada de dados registrando o valor da pressão de montante, de jusante, de temperatura de jusante e da vazão volumétrica de ar nas condições de referência do medidor padrão de vazão mássica. Para cada conjunto de dados obtidos, a pressão e a temperatura ambiente eram registradas. Em seguida, um novo valor de pressão da linha era ajustado, utilizando a válvula reguladora de pressão. Todo procedimento de teste era repetido até percorrer toda a faixa de variação de pressão fornecida pela linha de testes.

3.10 Descrição das amostras submetidas aos testes de vazão de gás

Foram feitos testes de vazão de ar num conjunto de amostras, composto de um microtubo e de três microbocais de diamante, tanto no regime de alta pressão à montante como no regime de baixa pressão à jusante. Um esquema da geometria dos microbocais de diamante pode ser visto na figura 27. Os parâmetros geométricos do microtubo e dos microbocais de diamante utilizados nos testes de vazão estão relacionados na tabela 03.

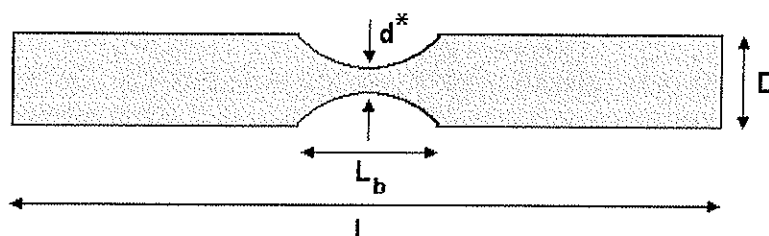


Figura 27 – Esquema das características geométricas dos microbocais de diamante

Tabela 03 – Características geométricas do microtubo e dos microbocais de diamante

Amostra	Comprimento (L)	Diâmetro inicial (D)	Comprimento do bocal (L _b)	Diâmetro da garganta (d*)	Razão de áreas (A*/A)
	(μm)	(μm)	(μm)	(μm)	
Tubo	≈ 5000	(500±6)	—	—	—
Bocal-01	(474±3)x10	(500±6)	(49±2)x10	(41 ± 1)x10	(0,68±0,04)
Bocal-02	(477±3)x10	(500±6)	(76±2)x10	(24 ± 1)x10	(0,23±0,02)
Bocal-03	(481±3)x10	(500±6)	(70±2)x10	(16 ± 1)x10	(0,10±0,02)

3.11 Procedimento de análise dos dados de escoamento

Para efetuar a análise do escoamento de gás através dos microbocais de diamante, os parâmetros experimentais do escoamento, obtidos nos testes de vazão, foram lançados numa planilha eletrônica para serem manipulados com a finalidade de obter os parâmetros

relevantes para a análise do escoamento. As incertezas relacionadas aos parâmetros de escoamento experimentais, utilizadas nos cálculos efetuados, são relacionadas na tabela 04. A seguir é feita uma descrição das equações utilizadas pela planilha para calcular estes parâmetros de escoamento relevantes, como também das equações que apresentam a propagação das incertezas experimentais [70].

Tabela 04 – Incertezas experimentais relacionadas aos parâmetros de escoamento

Parâmetro de escoamento	Incerteza experimental
Vazão volumétrica nas condições de referência (Q_r)	1%
Temperatura (T)	0.5 °C
Altas pressões ($P > P_{atm}$)	2 kPa
Pressões ($P \approx P_{atm}$)	1 kPa
Baixas pressões ($P < P_{atm}$)	20 Pa

Um dos parâmetros de escoamento obtido nos cálculos realizados pela planilha era a vazão volumétrica de gás (Q_0) referenciada às condições de estagnação (condições de montante ou de reservatório). Para obter a vazão volumétrica nas condições de estagnação utilizando a vazão volumétrica experimental nas condições de referência do equipamento utilizado foi feito o seguinte procedimento de cálculo

$\rho_0 Q_0 = \rho_r Q_r$ (equação da continuidade para as condições de estagnação e as de referência)

$$Q_0 = \frac{\rho_r}{\rho_0} Q_r$$

mas as densidades são dadas por $\rho_r = \frac{P_r}{R T_r}$ e $\rho_0 = \frac{P_0}{R T_0}$

assim, a vazão volumétrica referenciada as condições de estagnação era calculada utilizando a seguinte expressão

$$Q_0 = Q_r \frac{P_r}{T_r} \frac{T_0}{P_0} \quad (\text{Eq-28})$$

onde a incerteza era dada pela seguinte expressão

$$\sigma_{Q_0}^2 = \left(\frac{P_r T_0}{T_r P_0} \right)^2 \sigma_{Q_r}^2 + \left(Q_r \frac{P_r}{T_r P_0} \right)^2 \sigma_{T_0}^2 + \left(Q_r \frac{P_r T_0}{T_r P_0^2} \right)^2 \sigma_{P_0}^2 \quad (\text{Eq-28a})$$

Freqüentemente os parâmetros de escoamento relevantes eram analisados em função da relação de pressão de jusante pela pressão de montante (estagnação) $\left(\frac{P}{P_0} \right)$. A incerteza associada a esta relação de pressão era dada pela seguinte expressão

$$\sigma_{\frac{P}{P_0}}^2 = \left(\frac{1}{P_0} \right)^2 \sigma_P^2 + \left(\frac{P}{P_0^2} \right)^2 \sigma_{P_0}^2 \quad (\text{Eq-29})$$

Outro parâmetro de escoamento calculado pela planilha era a vazão mássica experimental (q_{me}) de gás dada pela seguinte expressão

$$(q_{me} = Q_0) \Rightarrow q_{me} = \frac{P_0}{R T_0} Q_0 \quad \text{ou} \quad q_{me} = \frac{1}{R} Q_r \frac{P_r}{T_r} \quad (\text{Eq-30})$$

onde a incerteza era dada pela seguinte expressão

$$\sigma_{q_{me}}^2 = \left(\frac{Q_0}{R T_0} \right)^2 \sigma_{P_0}^2 + \left(\frac{P_0}{R T_0^2} Q_0 \right)^2 \sigma_{T_0}^2 + \left(\frac{P_0}{R T_0} \right)^2 \sigma_{Q_0}^2 \quad (\text{Eq-30a})$$

O parâmetro de escoamento dado pelo número de Reynolds era calculado utilizando a seguinte expressão

$$Re_d = \frac{4 q_{me}}{\pi d \mu_0} \quad \text{ou} \quad Re_d = \frac{4}{\pi d \mu_0} \frac{1}{R} Q_r \frac{P_r}{T_r} \quad (\text{Eq-31})$$

onde μ_0 é dado pela equação (Eq-21a) e a incerteza era dada pela seguinte expressão

$$\sigma_{Re_d}^2 = \left(\frac{4}{\pi d \mu_0} \right)^2 \sigma_{q_{me}}^2 \quad (\text{Eq-31a})$$

O parâmetro de escoamento dado pelo coeficiente de descarga do microbocal era calculado utilizando a seguinte expressão

$$C_d = \frac{q_{me}}{q_{mi}} \quad \text{ou} \quad C_d = \frac{1}{\left(\frac{R}{M}\right)^{\frac{1}{2}} A^* C_i^*} Q_r \frac{P_r}{T_r} \frac{(T_0)^{\frac{1}{2}}}{P_0} \quad (\text{Eq-32})$$

onde a incerteza era dada pelas seguintes expressões

$$\sigma_{C_d}^2 = \left(\frac{1}{q_{mi}}\right)^2 \sigma_{q_{me}}^2 + \left(\frac{q_{me}}{q_{mi}^2}\right)^2 \sigma_{q_{mi}}^2 \quad (\text{Eq-32a})$$

$$\sigma_{q_{mi}}^2 = \left(\frac{C_i^* P_0}{\left(\frac{R}{M} T_0\right)^{\frac{1}{2}}}\right)^2 \sigma_{A^*}^2 + \left(\frac{A^* C_i^*}{\left(\frac{R}{M} T_0\right)^{\frac{1}{2}}}\right)^2 \sigma_{P_0}^2 + \left(\frac{1}{2} \frac{A^* C_i^* P_0}{\left(\frac{R}{M} T_0\right)^{\frac{3}{2}}} \frac{R}{M}\right)^2 \sigma_{T_0}^2 \quad (\text{Eq-32b})$$

$$\sigma_{A^*}^2 = (2 \pi r^*)^2 \sigma_r^2 \quad (\text{Eq-32c})$$

$$\sigma_r^2 = \left(\frac{1}{2}\right)^2 \sigma_{d^*}^2 \quad (\text{Eq-32d})$$

Toda a análise do escoamento através dos microbocais de diamante foi feita avaliando gráficos que apresentam o comportamento dos parâmetros de escoamento citados acima. Os resultados obtidos são mostrados com detalhes no capítulo seguinte deste trabalho.

Capítulo 4

Resultados e Análise

Neste capítulo será feita a descrição dos resultados obtidos nas várias etapas do processo de fabricação dos microbocais sônicos de diamante. Inicialmente é feita uma análise dos resultados obtidos referentes ao processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal em fios de tungstênio originais e polidos. Em seguida são discutidos os resultados relacionados à deposição de filmes de diamante sobre fios de tungstênio, contendo o perfil de bocal. Os resultados obtidos relacionados à preparação dos microbocais de diamante para serem submetidos aos testes de vazão de gás são analisados e discutidos. Finalmente são apresentados e discutidos os dados obtidos referentes aos testes de controle e de medida de vazão de gás através dos microbocais sônicos de diamante fabricados, neste trabalho.

4.1 Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal em fios de tungstênio

4.1.1 Polimento da superfície do fio de tungstênio

A morfologia da superfície do fio de tungstênio utilizado como molde para fabricar os microbocais de diamante é mostrada na micrografia da figura 28. A micrografia tirada, utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura, mostra a presença de estrias ao longo do fio, provenientes do seu processo de fabricação, produzindo um padrão de rugosidade na superfície do fio. Com a finalidade de efetuar um polimento da superfície dos fios de tungstênio, foi feito um experimento de corrosão eletrolítica, utilizando um tempo de corrosão de 3 min e variando a tensão aplicada ao circuito da célula eletrolítica. A configuração da célula eletrolítica, utilizada neste experimento, possuía como catodo um bastão de aço-inox e os parâmetros de corrosão foram ajustados manualmente.

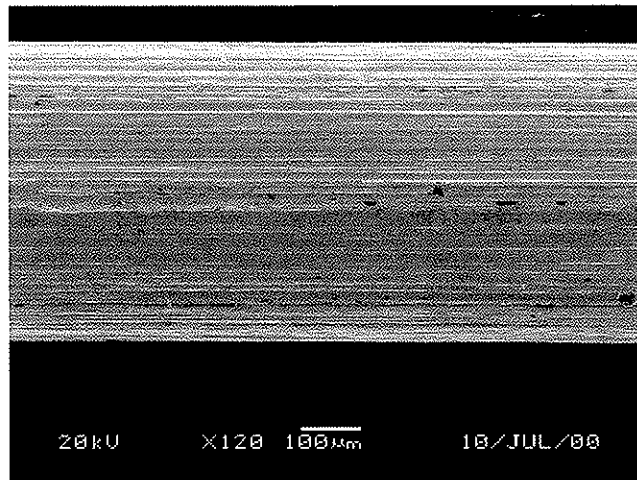


Figura 28 – Morfologia original da superfície do fio de tungstênio ($D = 500 \pm 6$) μm

A figura 29 mostra a região da interface de corrosão do fio de tungstênio para três valores de tensão aplicada ao circuito. A morfologia da superfície do fio, para a tensão aplicada de 10 V, apresenta uma acentuada diminuição do padrão de rugosidade como mostram as figuras 29c e 29d. Devido a este fato, a tensão de 10V será considerada, em geral, como a tensão de trabalho para os processos de corrosão eletrolítica utilizados neste trabalho. Com a diminuição da rugosidade da superfície do fio ocorre também uma redução do seu diâmetro em aproximadamente 10% do valor do diâmetro inicial [$D=(500 \pm 6)\mu\text{m}$].

Para obter uma medida aproximada do valor da rugosidade RMS das superfícies, original e polida, dos fios de tungstênio, foram feitas medidas de rugosidade, utilizando Microscopia de Força Atômica. Uma visão tridimensional da morfologia das superfícies, original e polida, do fio de tungstênio, pode ser vista na figura 30.

É possível observar uma sensível mudança na morfologia da superfície do fio após o polimento da superfície, utilizando o processo de corrosão eletrolítica (figura 30b). Este resultado está em perfeito acordo com os resultados obtidos por Microscopia Eletrônica de Varredura, mostrados anteriormente (Figura 29c). Medidas da distância vertical nas superfícies, original e polida, do fio, em direções perpendiculares ao eixo do fio, foram feitas utilizando as facilidades do AFM. A distância vertical, medida na superfície original do fio, corresponde aproximadamente à altura da estria. O valor medido para a altura da estria na superfície original do fio é de 770 nm. A rugosidade RMS, medida na superfície original do

fio, numa direção paralela à direção da estria é de 272 nm. Este valor de rugosidade (272 nm) corresponde a rugosidade na superfície do fio na direção do escoamento do fluido através do bocal de diamante que será fabricado utilizando este fio como molde. Portanto, a rugosidade de 272 nm, é o valor interessante a considerar no escoamento do fluido através do bocal.

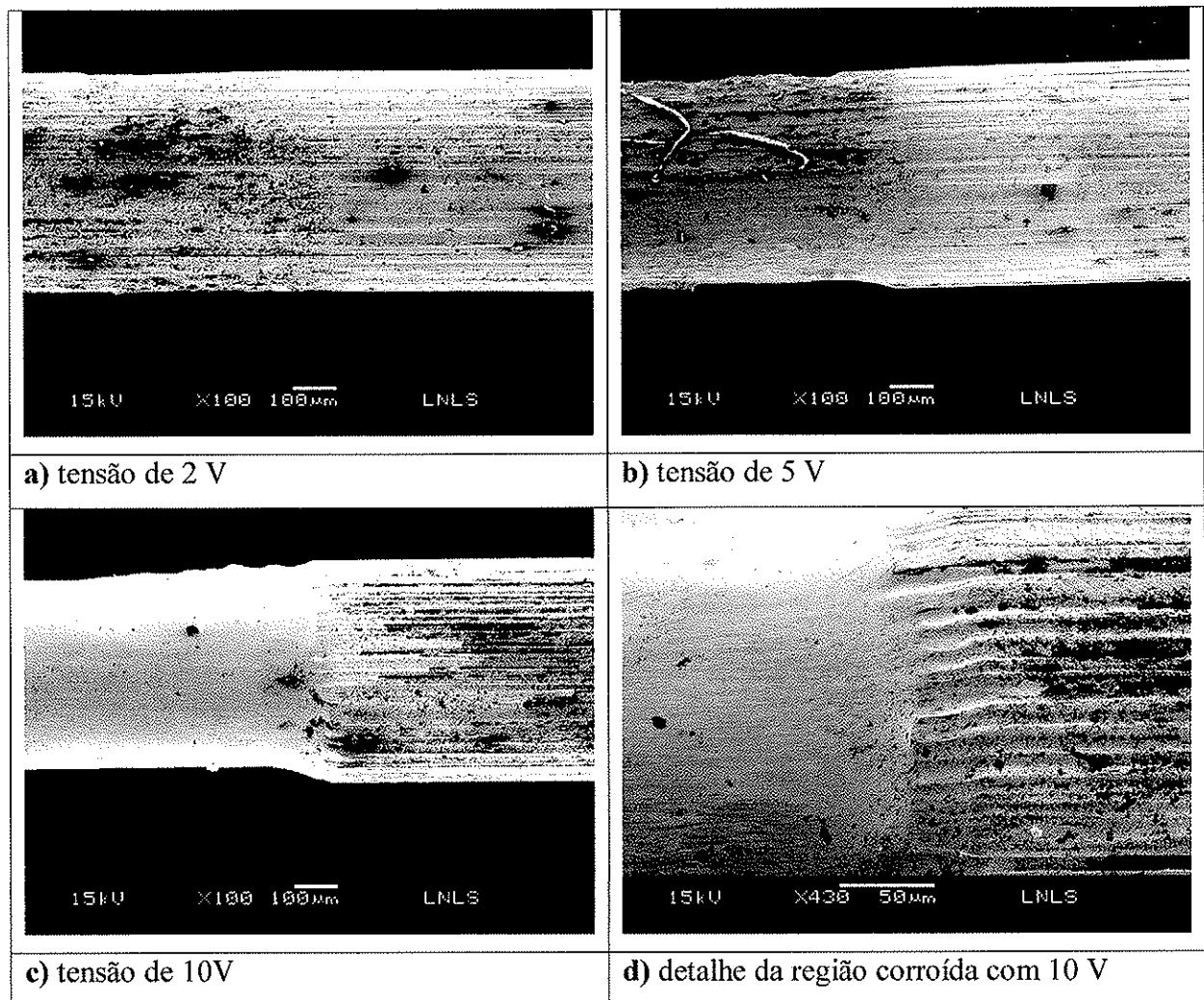


Figura 29 – Região da interface de corrosão eletrolítica do fio de tungstênio

A distância vertical, medida na superfície polida do fio, é de 118 nm. O processo de medida, utilizando o AFM, mostrou que a distância de 118 nm corresponde ao desnível provocado pela curvatura do fio e não devido às estrias provenientes da superfície original do fio de tungstênio. A rugosidade RMS medida, na direção ao longo do eixo, do fio polido é de 37 nm. Estes resultados mostram que o polimento do fio de tungstênio foi eficiente, pois removeu as

estrias da superfície original do fio e reduziu a rugosidade da sua superfície na direção do escoamento do fluido.

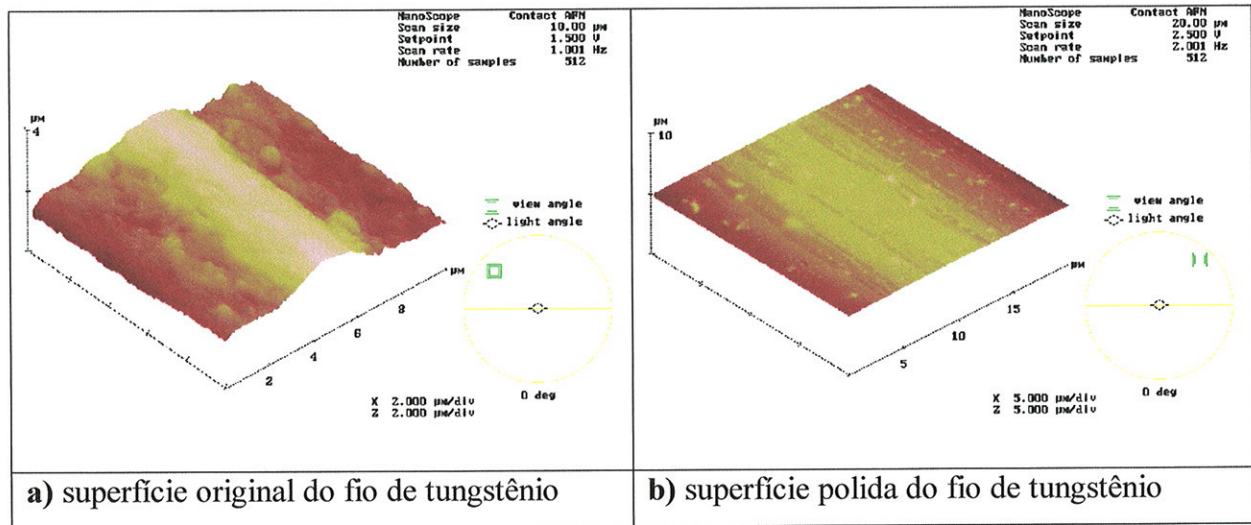


Figura 30 – Imagem tridimensional das superfícies, original e polida, do fio de tungstênio

4.1.2 Comportamento da corrente de corrosão eletrolítica

Uma análise do comportamento da corrente de corrosão eletrolítica foi feita realizando um experimento de corrosão do fio de tungstênio até seu rompimento, separando a parte superior da inferior. A configuração da célula eletrolítica, utilizada neste experimento, possuía como catodo um anel de aço-inox e o processo de corrosão foi realizado, utilizando a bancada de corrosão. A finalidade deste experimento era evidenciar a ordem de grandeza do tempo de corrosão necessário para romper o fio de tungstênio e a ordem de grandeza da corrente de corrosão eletrolítica, como também o seu comportamento durante o processo de corrosão. Para realizar este experimento de corrosão, primeiramente o fio de tungstênio foi submetido ao processo de mascaramento utilizado para fabricar o perfil de bocal nos fios de tungstênio. O processo de mascaramento do fio de tungstênio foi utilizado para que a área de corrosão do fio compreende-se somente a área envolvida pelo menisco de solução, simulando as condições de corrosão reais utilizadas no processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal. Resultados do processo de mascaramento do fio de tungstênio serão mostrados na seção seguinte deste trabalho.

Após o processo de mascaramento, o fio de tungstênio foi submetido ao processo de corrosão eletrolítica até seu rompimento, separando a parte superior da inferior. A figura 31 mostra uma micrografia do perfil do fio de tungstênio após este ter sido submetido a este processo de corrosão. Nota-se que a parte inferior do fio desprende-se da parte remanescente do fio, que possui um perfil convergente.

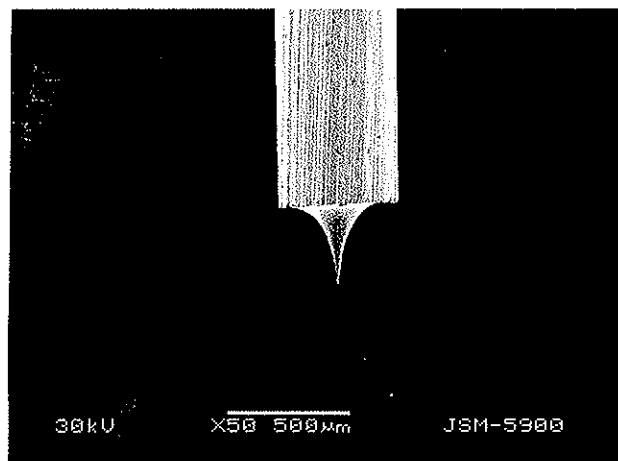


Figura 31 – Perfil do fio de tungstênio após um processo de corrosão até seu rompimento

A figura 32 mostra um gráfico da corrente eletrolítica em função do tempo de corrosão para este processo de corrosão do fio de tungstênio. É possível perceber que o comportamento da corrente é crescente até um ponto de corrente máxima seguido de um comportamento decrescente até o final do processo de corrosão. Nota-se que o comportamento de subida da corrente é mais acentuado do que o de queda. Este comportamento da corrente de corrosão é semelhante ao comportamento da variação da área de corrosão do fio, durante o processo de corrosão eletrolítica, como o previsto na seção 2.2 deste trabalho.

A ordem de grandeza da corrente de corrosão é mA, onde a corrente máxima de corrosão é de aproximadamente 16 mA, para as condições utilizadas neste experimento. O tempo de corrosão para rompimento do fio de tungstênio utilizado (500 μm) é de aproximadamente 24 min. Estes valores podem sofrer pequenas variações com os parâmetros utilizados nos processos de corrosão eletrolítica realizados neste trabalho.

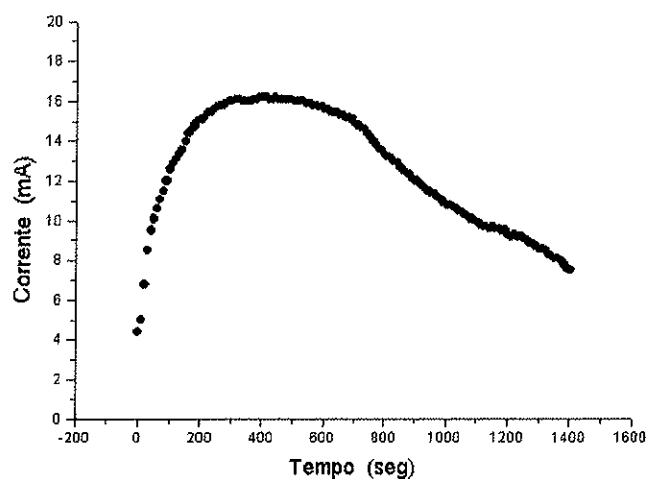


Figura 32 – Comportamento da corrente de corrosão eletrolítica em função do tempo

4.1.3 Processo de mascaramento do fio de tungstênio

Para analisar a eficiência do processo de mascaramento dos fios de tungstênio, alguns fios originais foram submetidos ao processo de mascaramento e em seguida ao processo de corrosão eletrolítica parcial (antes de ocorrer à ruptura das duas partes do fio) para fabricar o perfil convergente-divergente de bocal. A configuração da célula eletrolítica, utilizada neste experimento, possuía como catodo um bastão de aço-inox e o processo de corrosão foi realizado, utilizando a bancada de corrosão.

Um dos fios de tungstênio submetido ao processo de mascaramento, utilizando uma tinta resistente ao processo de corrosão eletrolítica, e em seguida submetido ao processo de corrosão eletrolítica parcial pode ser visto na figura 33. É possível perceber que a tinta recobriu completamente parte do fio de tungstênio e que a região da interface de mascaramento é bem delineada, contornando o fio num plano perpendicular ao seu eixo (figura 33a). A região de interface do mascaramento ficou bem delineada devido ao ajuste da perpendicularidade do fio, com a utilização da bancada de corrosão.

A figura 33b mostra o perfil convergente-divergente de bocal fabricado após o processo de corrosão eletrolítica do fio. Nota-se que o perfil de bocal se forma na parte superior da região de interface do mascaramento devido à formação do menisco de solução nesta região (Figura

33b). Nota-se também que a região do fio protegida com a tinta não sofreu corrosão eletrolítica e que o perfil de bocal apresenta boa simetria axial e baixa rugosidade na região de estrangulamento do fio.

Com a remoção da tinta, após o processo de corrosão eletrolítica, nota-se que não ocorre infiltrações de solução na região de interface de mascaramento, delineando bem o final do perfil de bocal (figura 33c). A parte superior do perfil de bocal, mostrado na figura 33c, que corresponde à parte do fio que fica fora da solução eletrolítica, fica muito bem delineada devido a simetria do menisco de solução. A parte superior do perfil de bocal será, em geral, considerada como sendo o plano de entrada do bocal, segundo a direção de escoamento do fluido. A parte inferior do perfil (região da interface de mascaramento) será considerada como sendo o plano de saída do bocal. O diâmetro da garganta do bocal (d^*), mostrado na figura 33c, é de $(27 \pm 1) \times 10 \mu\text{m}$ e o comprimento do bocal (L_b) é de $(65 \pm 3) \times 10 \mu\text{m}$.

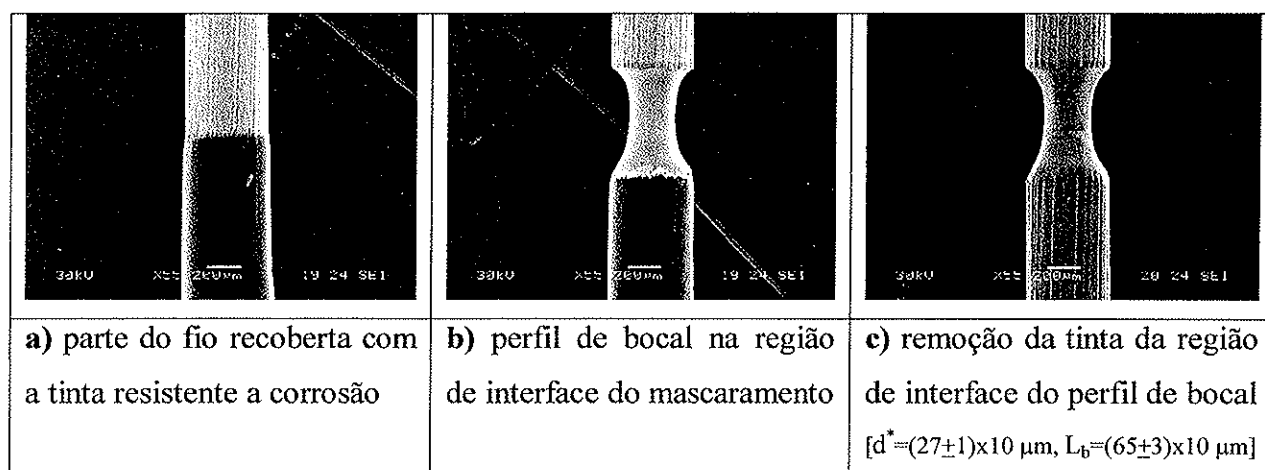


Figura 33 – Processo de mascaramento para a fabricação do perfil de bocal no fio de W

4.1.4 Processo de fabricação do perfil convergente-divergente de bocal

A figura 34 mostra perfis convergente-divergente de bocal fabricados em fios de tungstênio polidos, utilizando o processo de mascaramento e o processo de corrosão eletrolítica parcial, para diferentes tempos de corrosão. A configuração da célula eletrolítica, utilizada no processo de corrosão deste experimento, possuía como catodo um bastão de aço-inox e os parâmetros de corrosão foram ajustados manualmente. Os perfis convergente-divergente,

mostrados na figura 34, apresentam boa simetria axial, mesmo tendo sido feito um ajuste manual dos parâmetros de corrosão. A rugosidade dos perfis é baixa na região do estrangulamento e em toda a extensão dos fios devido à utilização do processo de polimento. A figura 34f mostra a formação de uma segunda garganta, na região de estrangulamento do fio, devido a instabilidade da posição do menisco durante o processo de corrosão.

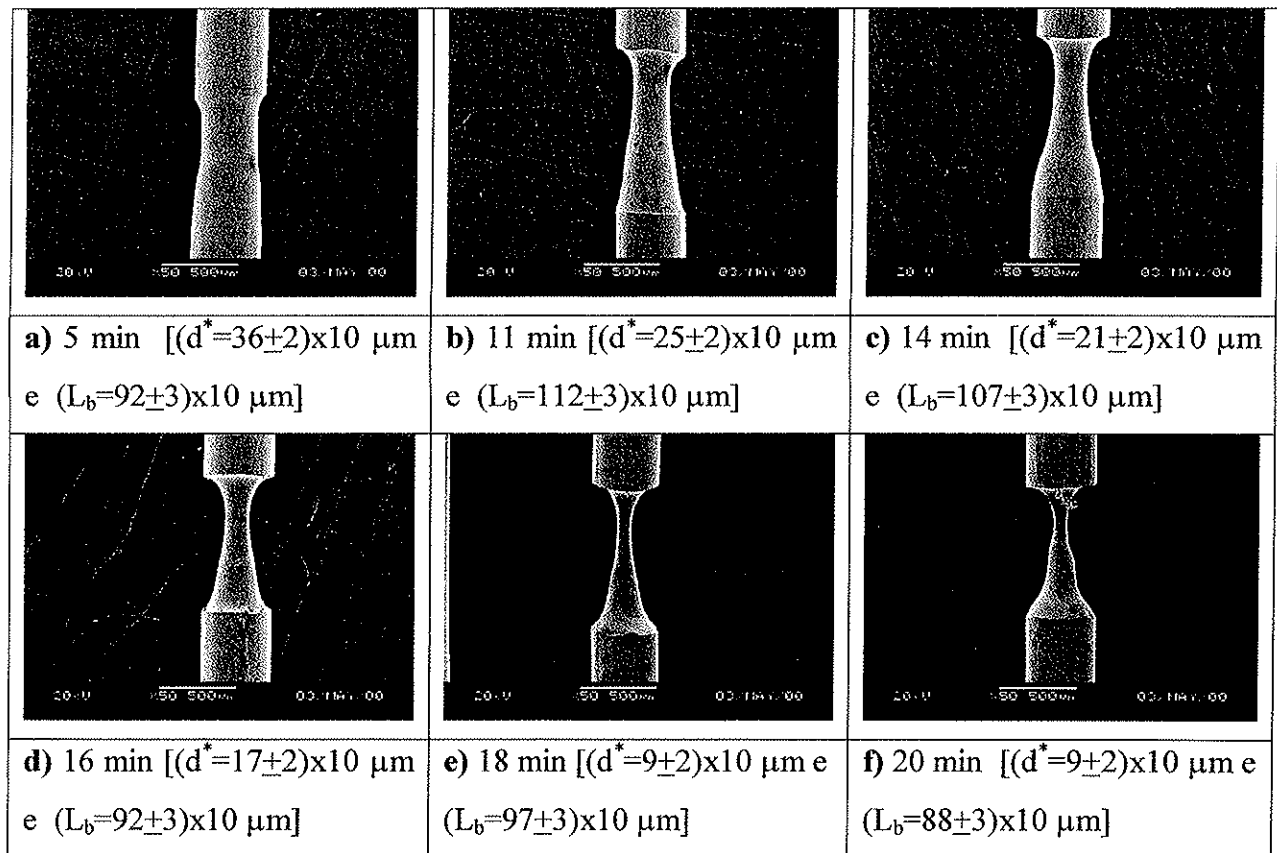


Figura 34 – Perfis convergente-divergente de bocal fabricados em fios de tungstênio polidos

O diâmetro das gargantas dos perfis de bocal, mostrados na figura 34, apresentam uma redução gradual com o aumento do tempo de corrosão. Construindo uma curva do diâmetro da garganta do bocal em função do tempo de corrosão (figura 35) tem-se uma taxa de corrosão média da garganta do bocal de aproximadamente 18,7 $\mu\text{m}/\text{min}$.

O comprimento dos perfis de bocal apresentam uma variação de aproximadamente 25% nos valores medidos. O comprimento do perfil de bocal esta relacionado com a altura do menisco de solução ao redor do fio com relação a interface do mascaramento. Qualquer alteração,

como por exemplo, nas propriedades da solução, infiltrações de solução na interface de mascaramento e principalmente no ajuste da posição de corrosão no mesmo local para todos os fios, pode também provocar uma alteração no comprimento do perfil de bocal fabricado. Vale ressaltar que o ajuste da posição de corrosão do fio foi feito manualmente, o que torna difícil ajustar a posição de corrosão exatamente no mesmo local para todos os fios. Esta limitação de ajuste manual da posição de corrosão do fio pode ter sido o fator principal que provocou a variação observada no comprimento dos bocais (figura 34).

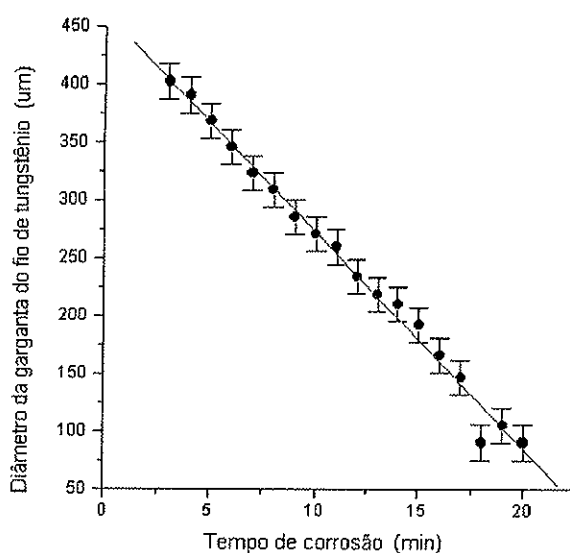


Figura 35 – Taxa de corrosão da garganta do perfil de bocal para fio polido ($\approx 18,7 \mu\text{m}/\text{min}$)

A figura 36 mostra perfis de bocal fabricados em fios de tungstênio originais. Os perfis convergente-divergente, mostrados na figura 36, apresentam também boa simetria axial e baixa rugosidade de superfície na região do estrangulamento. Fora da região do estrangulamento, a rugosidade da superfície dos fios apresenta a rugosidade original com a presença das estrias. A figura 36d mostra uma rugosidade adicional na região de estrangulamento provavelmente devido a falhas no processo de neutralização da solução após o processo de corrosão.

Novamente é possível observar uma variação no comprimento do perfil de bocal, para os bocais mostrados na figura 36, de aproximadamente 25 % nos valores medidos. Nota-se

também que os valores do comprimento do perfil de bocal, neste caso, são inferiores àqueles observados para o caso dos perfis de bocal fabricados em fios polidos, mostrados na figura 34.

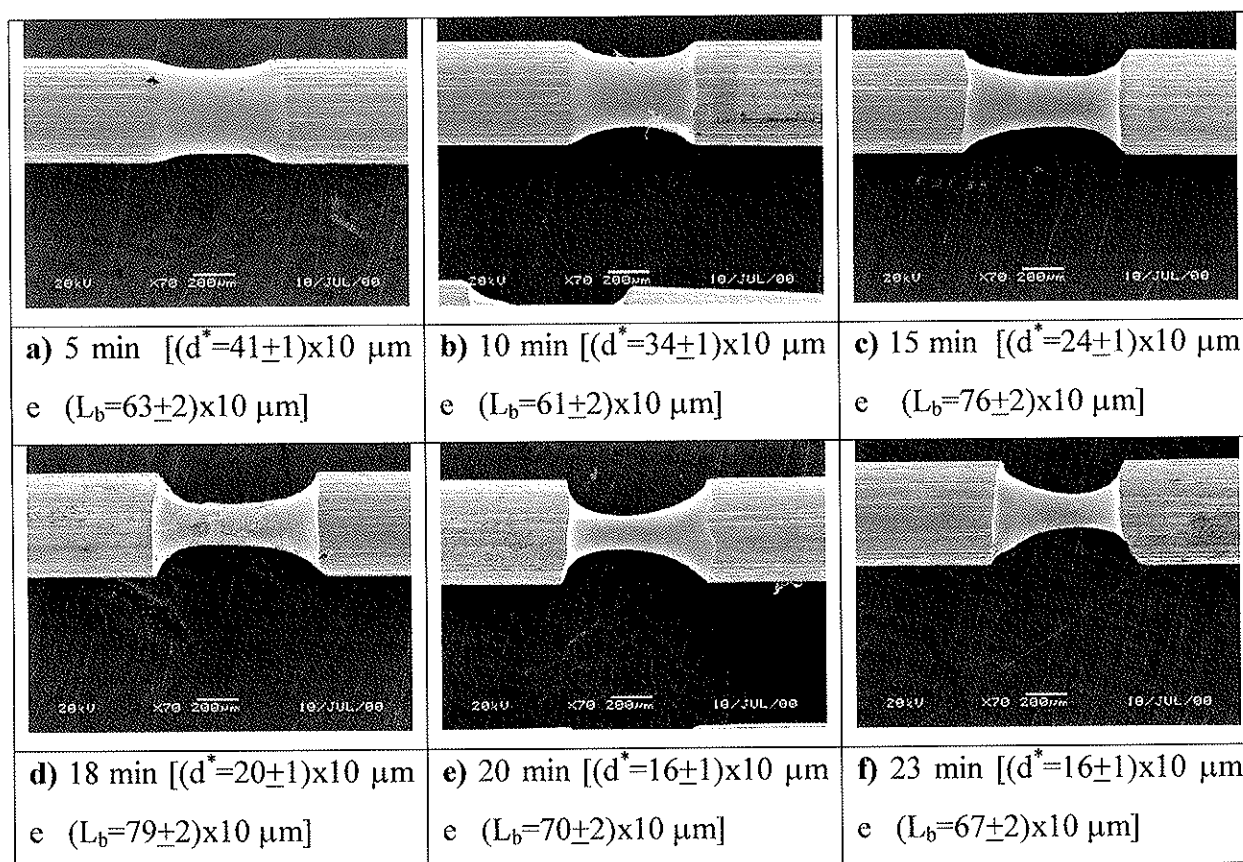


Figura 36 - Perfis convergente-divergente de bocal fabricados em fios de tungstênio originais

4.1.5 Estudo da reprodutibilidade das características do bocal

Foi realizado um estudo da reprodutibilidade dos parâmetros geométricos dos perfis convergente-divergente de bocal fabricados em fios de tungstênio originais. Especificamente, foi estudado a reprodutibilidade do diâmetro da garganta e do comprimento do bocal, fixando os parâmetros de corrosão. A configuração da célula eletrolítica, utilizada neste experimento, possuía como catodo um anel de aço-inox e o processo de corrosão foi realizado, utilizando a bancada de corrosão. A figura 37 mostra quatro perfis de bocal fabricados em fios de tungstênio originais, utilizando um tempo de corrosão de 15 minutos.

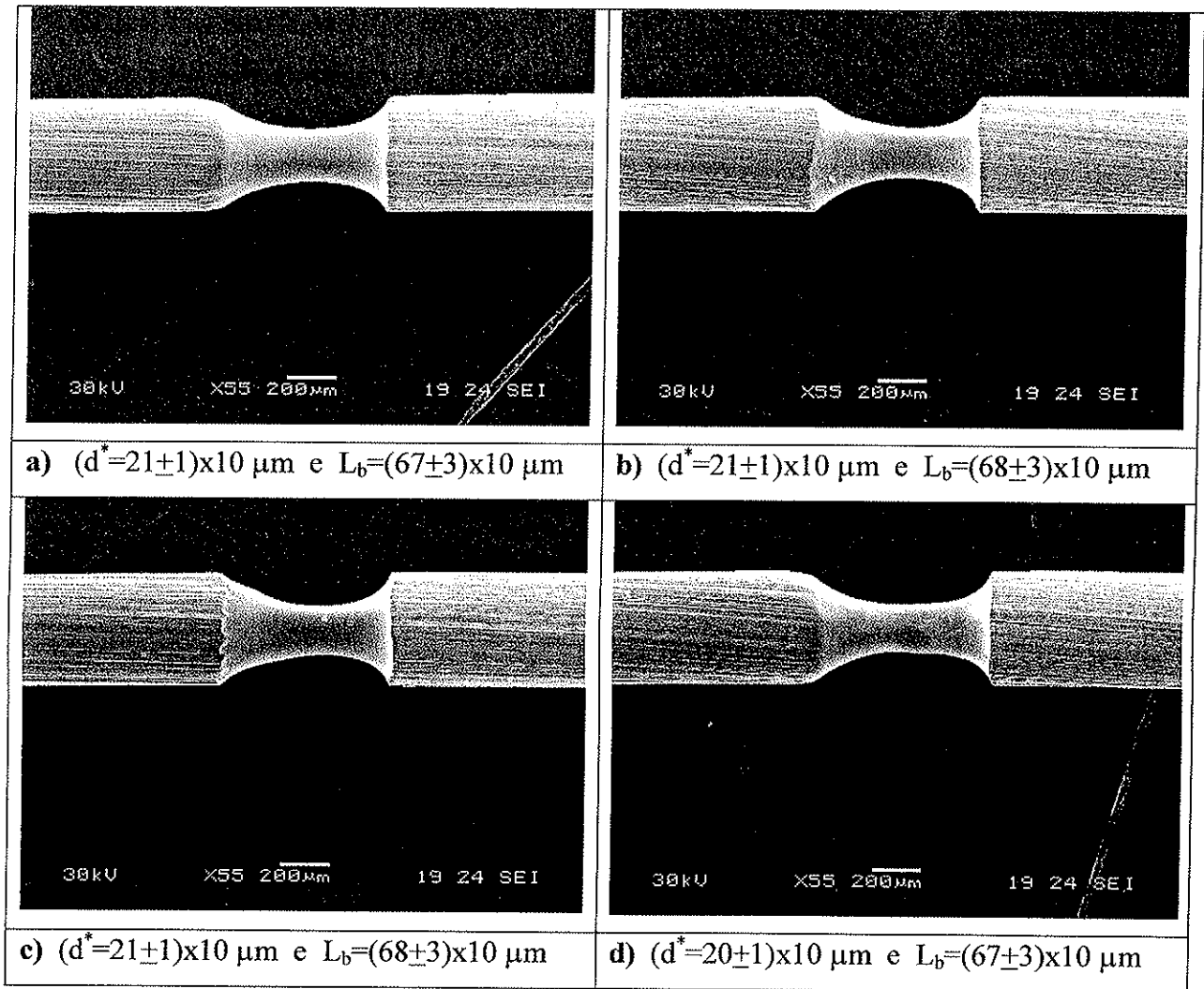


Figura 37 – Perfis convergente-divergente fabricados com tempo de corrosão de 15min

O diâmetro da garganta dos bocais, mostrados na figura 37, possui o mesmo valor, dentro da incerteza da medida experimental, para todas as amostras fabricadas. O mesmo acontece para a medida do comprimento dos bocais, onde se pode perceber que dentro dos erros da medida experimental todos os bocais possuem o mesmo comprimento. Estes resultados mostram uma reprodutibilidade do perfil de bocal do ponto de vista do diâmetro e do comprimento do perfil. Note que a utilização da bancada de corrosão, onde temos o auxílio de micrômetros para ajustar a posição de corrosão nos fios de tungstênio, foi de grande importância para a obtenção da reprodutibilidade dos resultados.

4.2 Processo de deposição de filme de diamante CVD

4.2.1 Pré-tratamento da superfície dos fios de tungstênio

A superfície de fios de tungstênio, originais e polidos, foi submetida ao processo de pré-tratamento, utilizando banho de ultra-som com suspensão de pó de diamante, para ser submetida ao processo de deposição de filme de diamante. A distribuição dos grãos de diamante na superfície de um fio de tungstênio original e de um polido, após o pré-tratamento de superfície, pode ser vista na figura 38.

É possível perceber que, além da alteração na morfologia da superfície do fio de tungstênio original e polido (figuras 38a e 38c), a quantidade de grãos de diamante na superfície polida é menor do que a da superfície original (figuras 38b e 38d). Estes resultados mostram que as estrias, presentes na superfície original do fio, tem a função de proporcionar um melhor ancoramento dos grãos de diamante da suspensão, que provocam um aumento na quantidade de sítios de nucleação no processo de deposição do filme de diamante. Este aumento na quantidade de sítios de nucleação de cristais de diamante altera a taxa de nucleação do filme de diamante e as propriedades da interface do filme com o fio de tungstênio.

4.2.2 Deposição de filme de diamante CVD

Alguns fios de tungstênio, originais e polidos, com a superfície pré-tratada, com grãos de diamante, foram submetidos ao processo de deposição de filme de diamante. A morfologia e a qualidade do filme de diamante depositado, sobre uma superfície de fio de tungstênio original submetida ao pré-tratamento, podem ser vistas na figura 39. O filme de diamante depositado é contínuo ao longo do contorno do fio, recobrando completamente sua superfície, como mostra a figura 39a. Um detalhe da morfologia da superfície do filme de diamante, mostrada na figura 39b, apresenta cristais de diamante facetados, formando um padrão de rugosidade na superfície. O filme de diamante depositado apresenta boa qualidade, como mostra o espectro Raman da figura 39c. O espectro Raman apresenta um pico proeminente de diamante (1333 cm^{-1}), sobre uma banda de carbono amorfo. Considerando que a seção de choque do espalhamento Raman do carbono amorfo é cerca de 50 vezes maior do que a do diamante,

pode-se concluir que existe um baixo teor de carbono amorfo no filme de diamante depositado, o que representa diamante de boa qualidade.

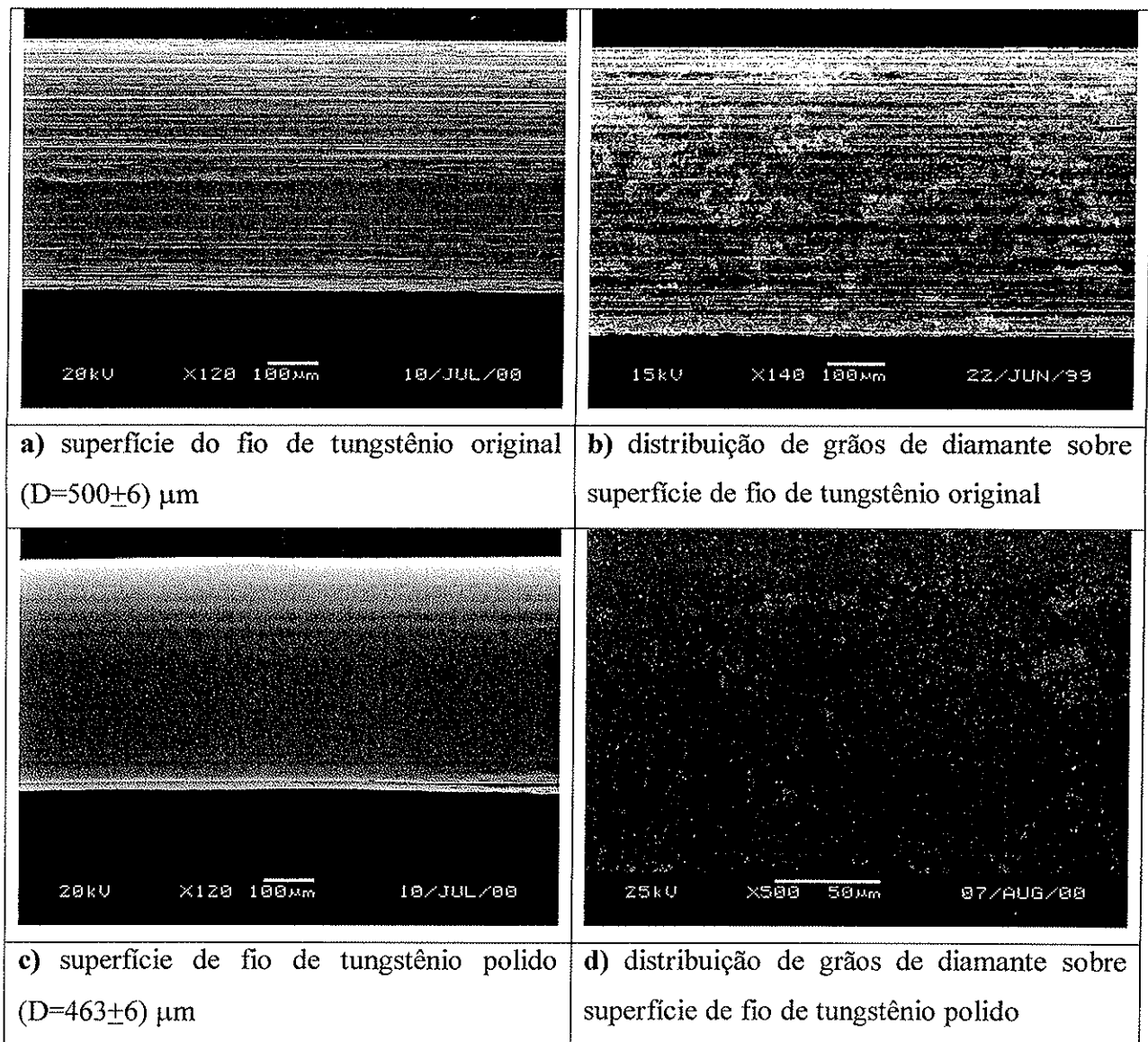


Figura 38 – Morfologia e distribuição de grãos de diamante sobre superfície original e polida de fio de tungstênio

A figura 40 mostra a morfologia de filmes de diamante depositados, sobre superfícies de fios de tungstênio originais, contendo o perfil convergente-divergente de bocal. Os filmes de diamante são contínuos ao longo dos fios de tungstênio, incluindo as regiões de interface dos planos de entrada e de saída do bocal, que apresentam cantos vivos. Estes resultados mostram que o processo de deposição de filme de diamante CVD foi eficiente para recobrir os perfis convergente-divergente de bocal, fabricados nos fios de tungstênio originais.

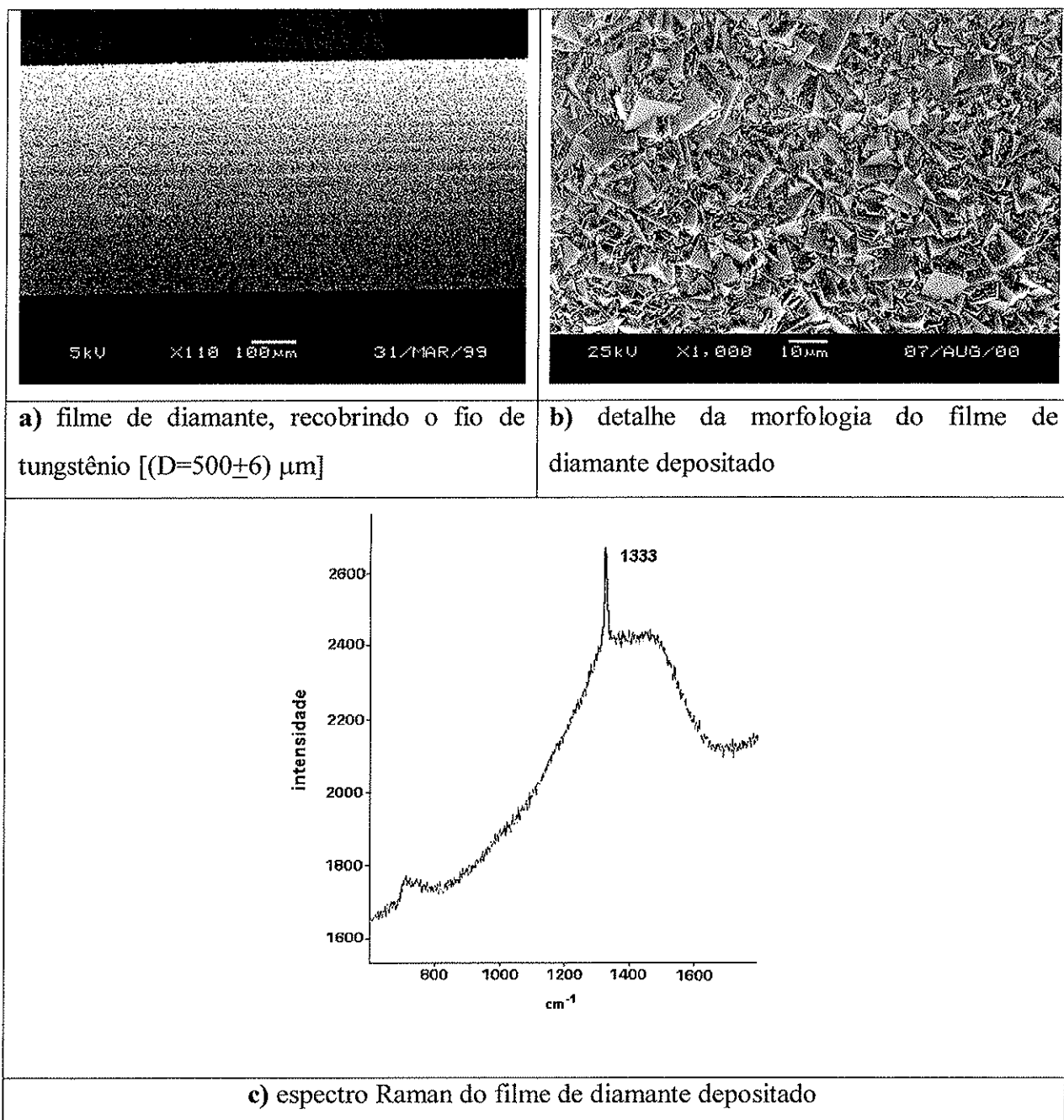


Figura 39 – Morfologia e qualidade do filme de diamante depositado sobre fio de W original

É possível notar também, na figura 40, a presença das estrias, da superfície original dos fios, superposta à rugosidade dos filmes de diamante depositados. A superfície do filme de diamante de interesse, para o escoamento de fluidos através de bocais de diamante, é aquela que está em contato com o fio de tungstênio, que será corroído (denominada de *back* do filme de diamante), e não aquela que corresponde a superfície do filme. A rugosidade do *back* do filme de diamante será analisada mais adiante nesta seção do trabalho.

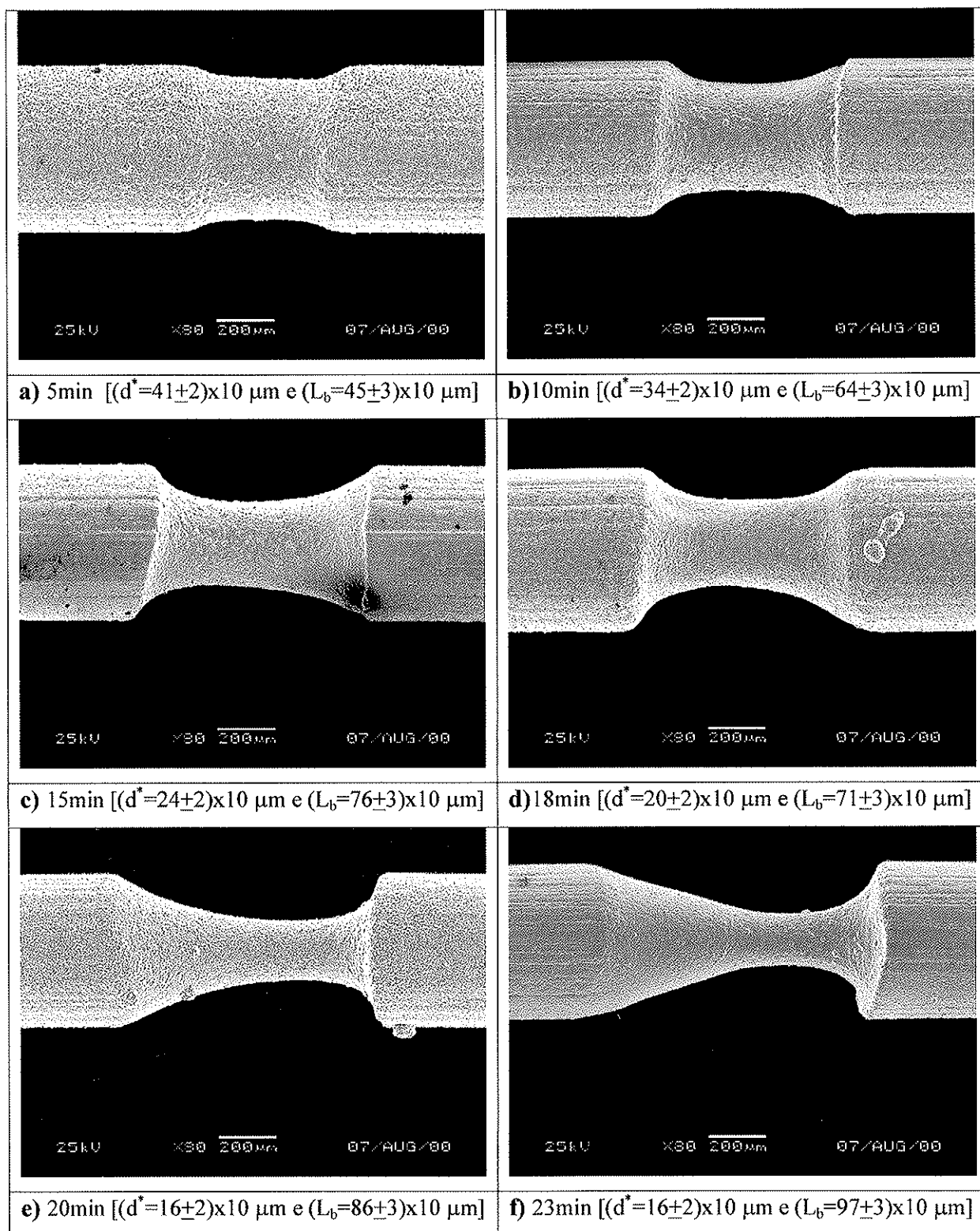


Figura 40 – Filme de diamante depositado sobre perfis de bocal em fios originais. Os tempos relacionados a cada bocal correspondem ao tempo de corrosão dos fios de tungstênio

A morfologia de filmes de diamante depositados sobre superfícies de fios de tungstênio polidos, contendo o perfil convergente-divergente de bocal, é mostrada na figura 41.

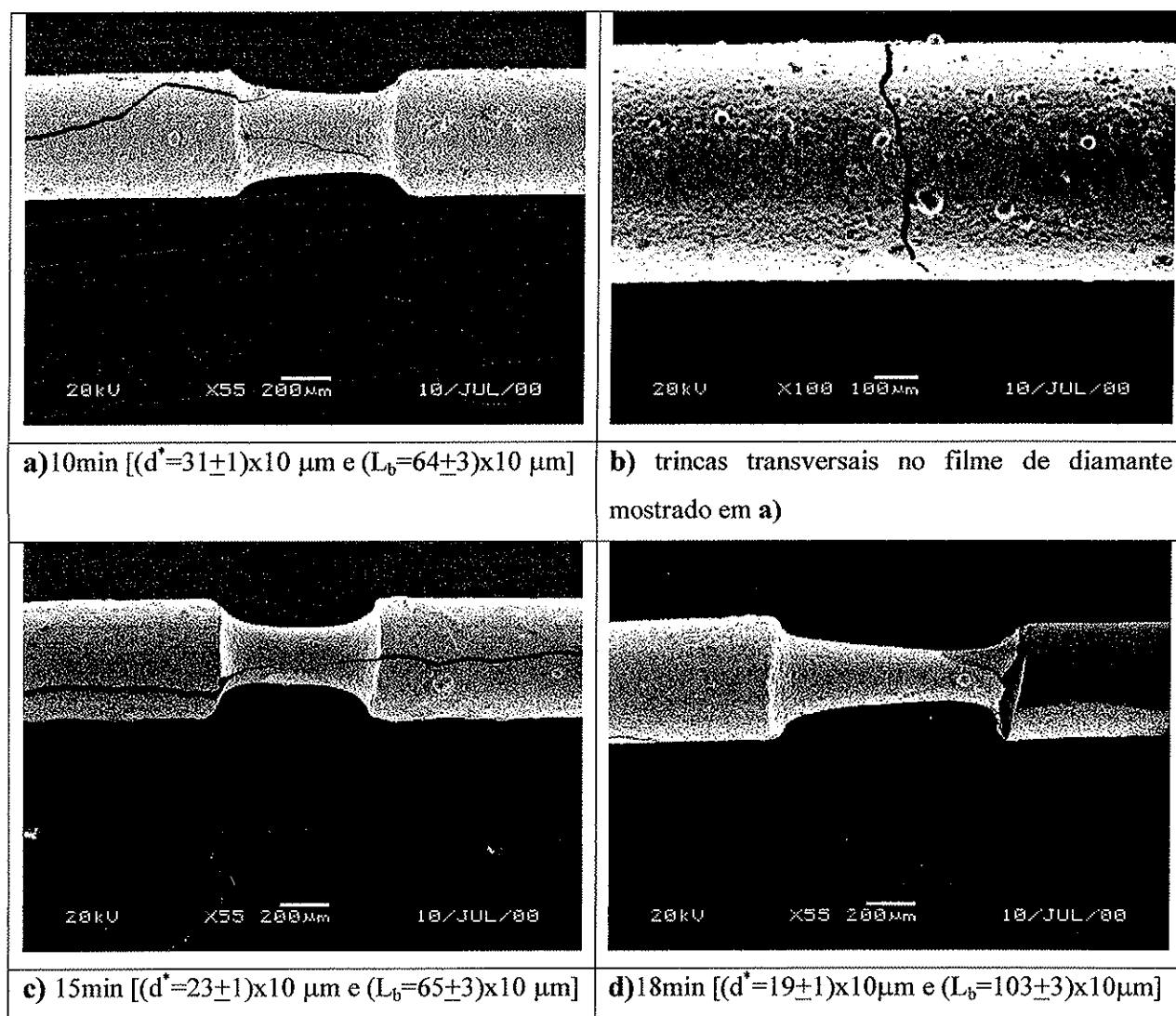


Figura 41 – Filme de diamante depositado sobre perfis de bocal em fios polidos. Os tempos relacionados a cada bocal correspondem ao tempo de corrosão dos fios de tungstênio

O filme de diamante, depositado sobre fios polidos, mostrado na figura 41, apresenta a formação de trincas longitudinais e transversais. A figura 41a mostra a formação de duas trincas longitudinais. A figura 41b mostra um detalhe de uma trinca transversal no filme de diamante mostrado na figura 41a. A figura 41c mostra uma trinca longitudinal e duas trincas transversais (uma na região da interface do plano de entrada do bocal e outra na do plano de

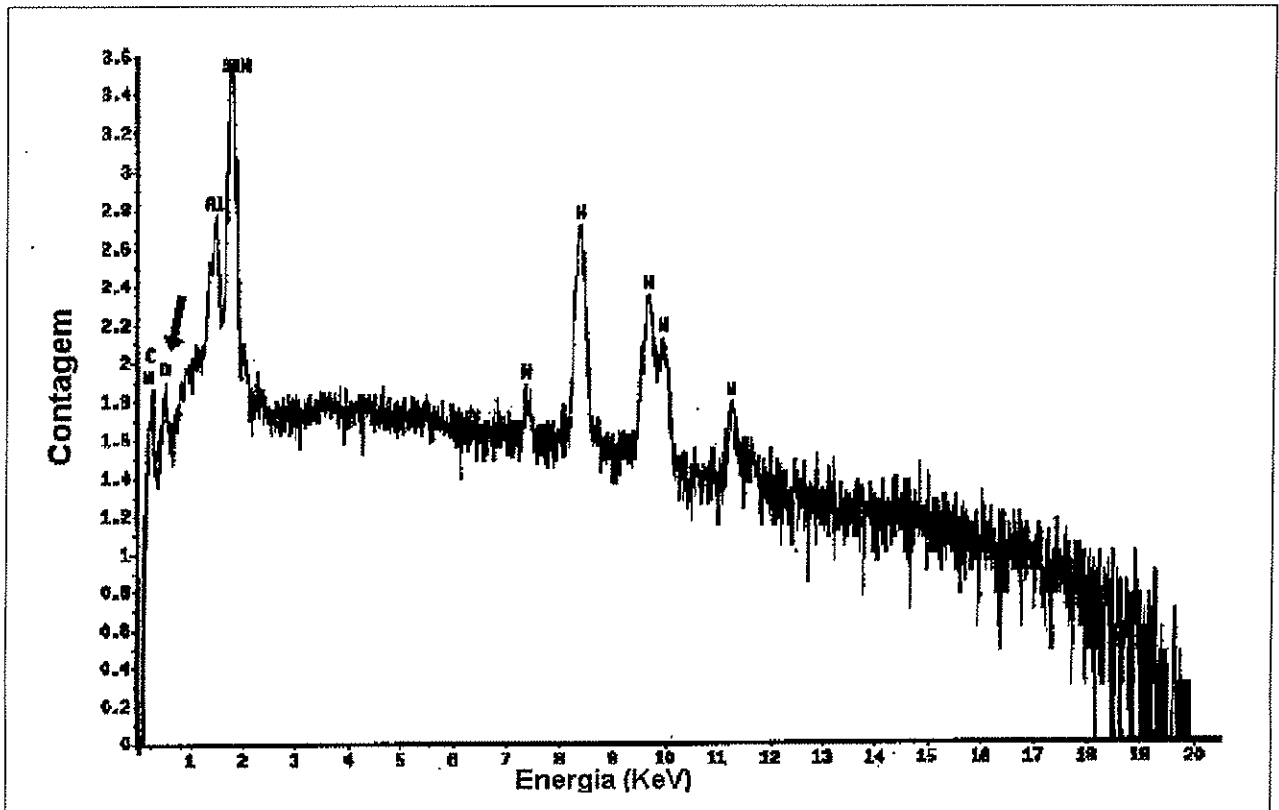
saída). A figura 41d mostra uma ruptura e descolamento de parte do filme de diamante devido à presença de trincas longitudinal e transversal no filme na região.

As trincas, que aparecem no filme de diamante, são causadas pela presença de um *stress* residual no filme depositado [68]. Uma das causas do *stress* residual, presente no filme de diamante, é a diferença entre o coeficiente de dilatação térmica do tungstênio ($4,5 \times 10^{-6} \text{ k}^{-1}$) e do diamante ($1,1 \times 10^{-6} \text{ k}^{-1}$) [33, 34, 71]. Esta diferença no coeficiente de dilatação térmica dos dois materiais provoca, após o resfriamento, uma tensão no filme de diamante depositado, acarretando na formação das trincas e na possível ruptura do filme.

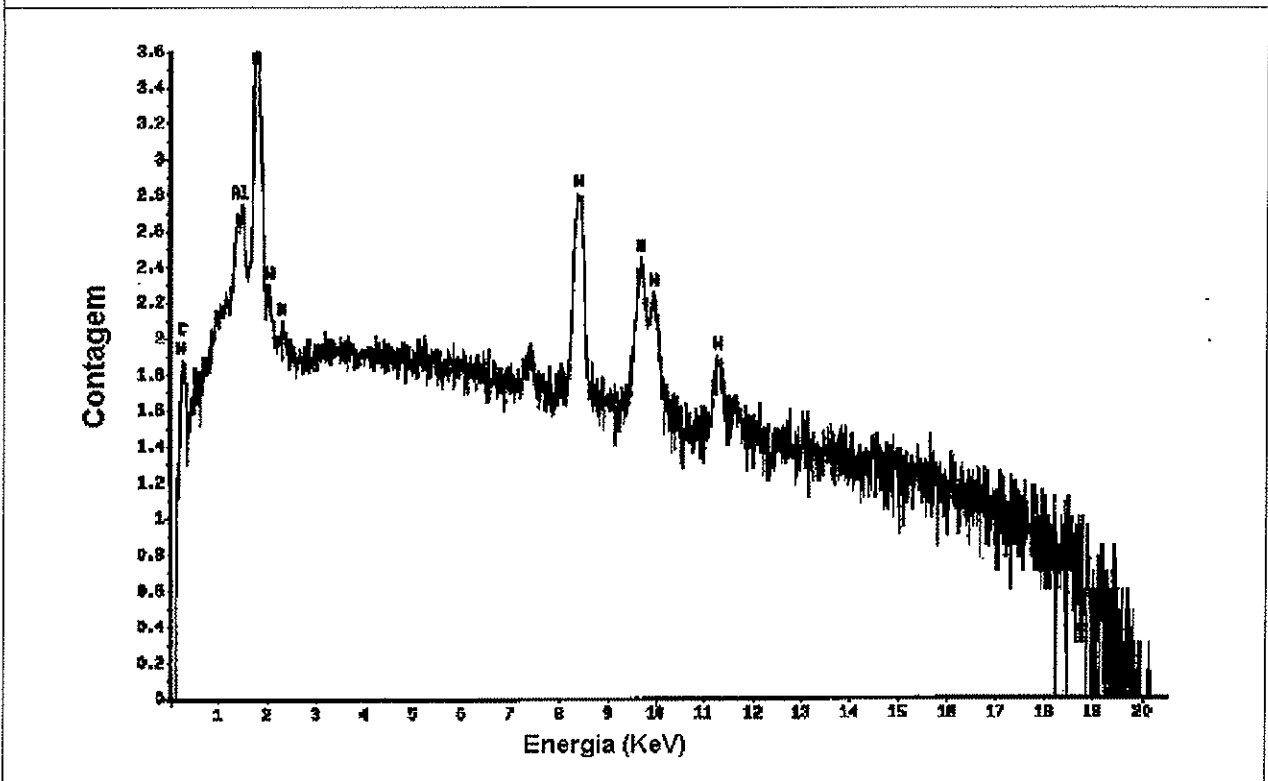
Nota-se que no caso da deposição de filme de diamante sobre fios de tungstênio originais (figura 40), não ocorre a formação de trincas no filme depositado. Este resultado mostra que as estrias presentes na superfície do fio original podem ter um papel importante na adesão do filme de diamante à superfície do fio de tungstênio. As estrias da superfície do fio de tungstênio original podem estar auxiliando na distribuição da tensão do filme de diamante, causada pelo *stress* intrínseco e térmico provocado pela diferença no coeficiente de dilatação térmica dos dois materiais, provocando boa adesão do filme de diamante à superfície do fio de tungstênio.

Para analisar melhor as propriedades da interface entre a superfície do fio de tungstênio e o filme de diamante, foram feitas medidas da composição da superfície de fios de tungstênio, original e polido.

A figura 42 mostra uma microanálise da superfície de um fio de tungstênio original e de um polido. Nota-se, somente uma decapagem química da camada de óxido da superfície do fio original. Isto pode ser visto, observando a redução da quantidade de oxigênio no espectro do fio polido (figura 42b), quando comparado com a do espectro do fio original (figura 42a). O terceiro pico do espectro do fio original (figura 42a), que corresponde à quantidade de oxigênio presente, não ocorre no espectro do fio polido (figura 42b), evidenciando a redução do oxigênio na superfície do fio polido.



a) espectro de microanálise da superfície do fio de tungstênio original



b) espectro de microanálise da superfície do fio de tungstênio polido

Figura 42 – Espectros de microanálise das superfícies, original e polida, do fio de W

A figura 43 mostra dois espectros PIXE superpostos, um da superfície de um fio de tungstênio original e outro de um fio polido. Os espectros mostram na composição dos fios, além do tungstênio, um pequeno percentual de ferro e de enxofre, provavelmente provenientes do processo de fabricação dos fios. É possível notar, na superposição dos espectros PIXE dos fios original e polido, que a composição das superfícies são idênticas. Este resultado está de acordo com o resultado obtido na microanálise da superfície dos fios de tungstênio original e polido, mostrado na figura 42. O oxigênio, presente na figura 42a, não aparece nos espectros PIXE (figura 43) devido ao fato do método PIXE identificar e quantificar somente elementos, na amostra, com número atômico maior do que 10 [67].

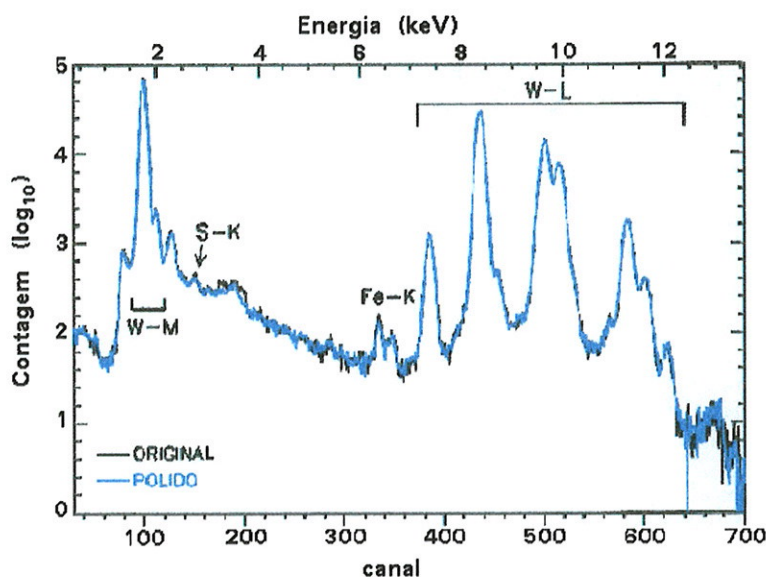


Figura 43 – Espectros PIXE da superfície dos fios de tungstênio original e polido

A constatação de que as composições das duas superfícies dos fios, original e polido são basicamente iguais, garante que o processo de corrosão eletrolítica, utilizado para reduzir a rugosidade do fio, simplesmente é um processo de polimento (decapagem) da superfície do fio, não alterando a sua composição. Caso alguma alteração de composição fosse constatada, esta poderia também estar prejudicando a adesão do filme de diamante à superfície do fio de tungstênio. Como não foi constatada nenhuma alteração de composição na superfície dos fios, original e polido, pode-se afirmar que as estrias da superfície do fio original são as responsáveis pela redução da tensão no filme, evitando o aparecimento de trincas no filme depositado sobre fios originais. Isto ocorre provavelmente devido a uma melhor acomodação

do filme de diamante na superfície do fio de tungstênio original. Portanto, todos os microbocais de diamante são fabricados, neste trabalho, utilizando fios de tungstênio originais. Desta forma, as regiões dos microbocais de diamante, que não sofreram corrosão eletrolítica, apresentam, no *back* do filme, a mesma rugosidade da superfície dos fios de tungstênio originais.

A figura 44 mostra a rugosidade do *back* de fragmentos de filme de diamante depositado sobre um fio de tungstênio original e um polido. Estes fragmentos de filme de diamante foram obtidos com a corrosão ácida do tungstênio, utilizado como substrato (molde). Nota-se que o filme de diamante é uma réplica da superfície do fio de tungstênio, utilizado como substrato [69]. As figuras 44a e 44b mostram uma morfologia que contém as estrias, presentes na superfície do fio original, provenientes do processo de fabricação do fio. Ao passo que as figuras 44c e 44d apresentam uma morfologia do filme de diamante bem mais lisa, condizente com a superfície polida do fio de tungstênio.

A morfologia do *back* do filme de diamante, mostrada nas figuras 44a e 44b, corresponde a morfologia, das regiões de entrada e de saída, dos microbocais de diamante fabricados neste trabalho. A rugosidade da superfície do fio de tungstênio original, na direção do escoamento do fluido, que é da ordem de 272 nm (seção 4.1), correspondendo a aproximadamente 0,05% do valor do diâmetro do fio de tungstênio original $[(500 \pm 6) \mu\text{m}]$. A rugosidade do *back* do filme de diamante deve apresentar aproximadamente a mesma relação (0,05%) com o diâmetro do microbocal, nas regiões de entrada e de saída do dispositivo.

A morfologia do *back* do filme de diamante, mostrada nas figuras 44c e 44d, corresponde a morfologia, na região da garganta, dos microbocais de diamante. A rugosidade da superfície do fio de tungstênio polido, na direção do escoamento, é da ordem de 37 nm (seção 4.1). No caso do microbocal de diamante, fabricado neste trabalho, com o menor diâmetro de garganta (160 μm), os efeitos da rugosidade do *back* do filme na região da garganta corresponderiam a 0,02% do valor do diâmetro da garganta do microbocal.

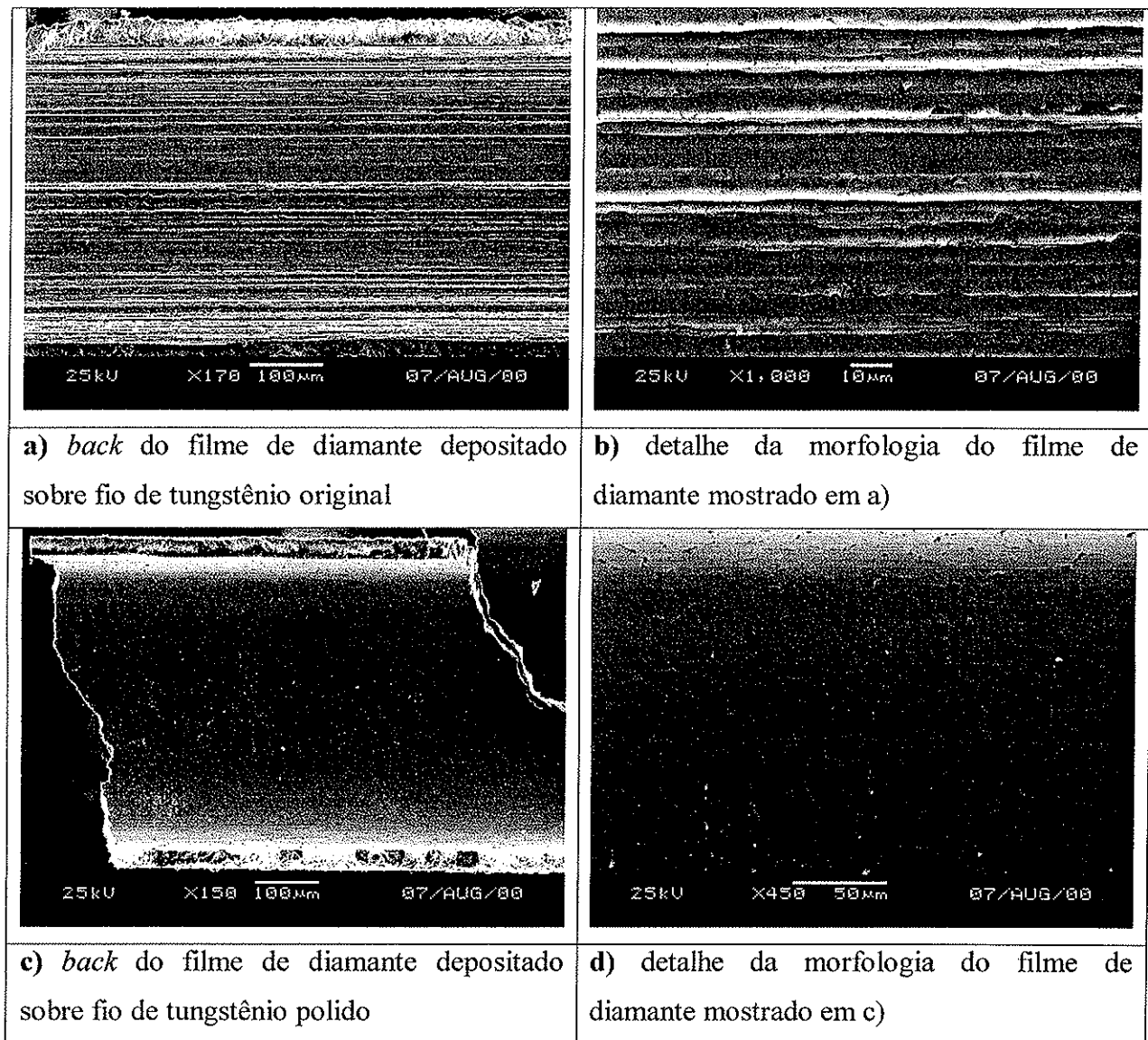


Figura 44 – Rugosidade do *back* de fragmentos de filme de diamante depositado sobre fio de tungstênio original e polido

4.3 Preparação do microbocal de diamante para os testes de vazão de gás

4.3.1 Corte a laser dos microbocais de diamante

Fios de tungstênio, recobertos com filme de diamante, foram submetidos ao processo de corte a laser, adquirindo as dimensões desejadas. Os fios de tungstênio foram cortados com um comprimento de aproximadamente 5mm, onde a região do estrangulamento do fio era ajustada para se posicionar na parte central do comprimento cortado.

A figura 45 mostra um microbocal e um microtubo de diamante, ainda com os fios de tungstênio em seus interiores, cortados, utilizando o processo a laser. É possível notar, na figura 45, que o processo de corte a laser não danificou o filme de diamante. Não ocorreu a formação e nem a propagação de trincas, ao longo do fio, durante o processo de corte, principalmente na região de estrangulamento do dispositivo.

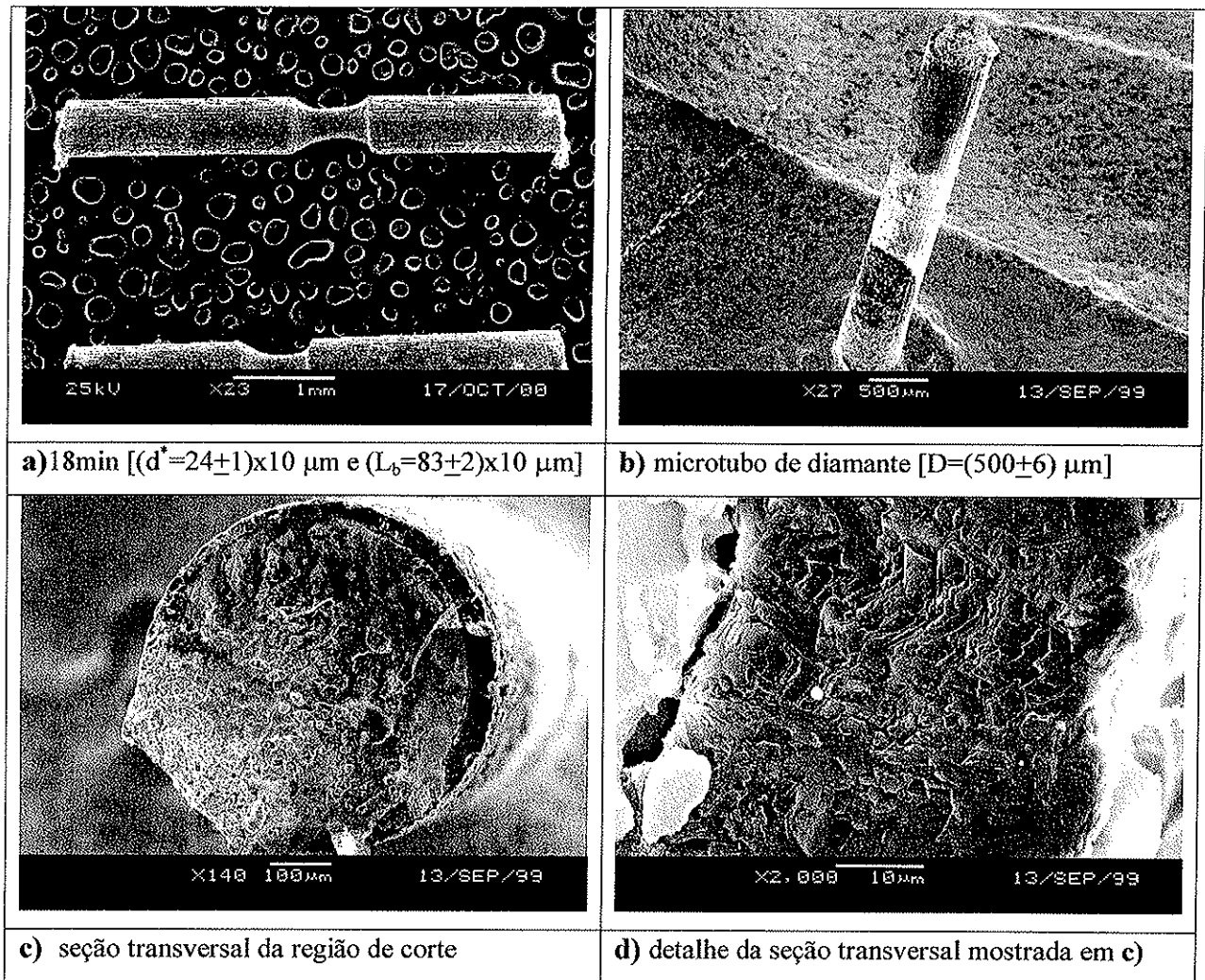


Figura 45 – Microbocal e microtubo de diamante cortados, utilizando o processo a laser

A figura 45c mostra um detalhe da seção transversal, na região de corte, do microtubo de diamante cortado a laser. Nota-se a presença do tungstênio fundido sobre o filme de diamante na região de corte. É possível perceber também que ocorre uma não uniformidade na espessura do filme de diamante depositado ao longo do contorno do fio. A menor espessura do filme de diamante é da ordem de 25 μm e a maior é de 45 μm . Esta diferença na espessura

é devido ao fato de ocorrer um crescimento maior do filme de diamante na parte superior do fio de tungstênio, apoiado pelas extremidades sobre pedaços de silício, no porta-amostras do reator CVD.

Na região inferior do fio, apoiado por pedaços de silício, existe uma lâmina de silício, pré-tratada, no porta-amostras do reator CVD. Existe uma altura ótima, que corresponde à 0,8 mm, que fornece filme de diamante contínuo sobre o fio de tungstênio. O fato da parte inferior do fio estar mais próxima da lâmina do que a parte superior, o filme de diamante apresenta uma diferença de espessura ao longo do contorno do fio de tungstênio. Porém, esta diferença na espessura do filme não é fator importante para os microbocais de diamante, pois a simetria cilíndrica interna dos dispositivos, que é fator fundamental, é perfeitamente mantida, dependendo unicamente do fio de tungstênio, utilizado como molde.

A figura 45d mostra a boa qualidade do corte do filme de diamante. A morfologia do filme de diamante na seção transversal de corte mostra que a qualidade do corte do filme está limitada pelo contorno dos cristais de diamante depositados.

4.3.2 Processo de corrosão ácida do tungstênio

Um conjunto de fios de tungstênio, recobertos com diamante e cortados a laser, foram submetidos ao processo de corrosão ácida do tungstênio (molde). A finalidade deste processo era corroer o tungstênio, utilizado como molde para o microbocal de diamante, e abrir a passagem do dispositivo.

Antes do processo de corrosão ácida do tungstênio, os fios foram embutidos numa matriz de cera de abelha para adquirirem maior estabilidade mecânica e viabilizar sua adaptação na linha de testes após o processo de corrosão ácida. A figura 46 mostra um microtubo de diamante, embutido em cera de abelha e já sem o tungstênio, que foi removido pelo processo de corrosão ácida. O plano de entrada do microtubo de diamante, com a passagem aberta e embutido na matriz de cera de abelha, é mostrado na figura 46a. Nota-se que a matriz de cera de abelha não tenciona o microtubo de diamante, proporcionando somente sustentação e estabilidade mecânica ao microtubo. A figura 46b mostra que a cera de abelha envolveu completamente o contorno do microtubo, fator importante para garantir a passagem do fluido somente através da passagem do dispositivo.

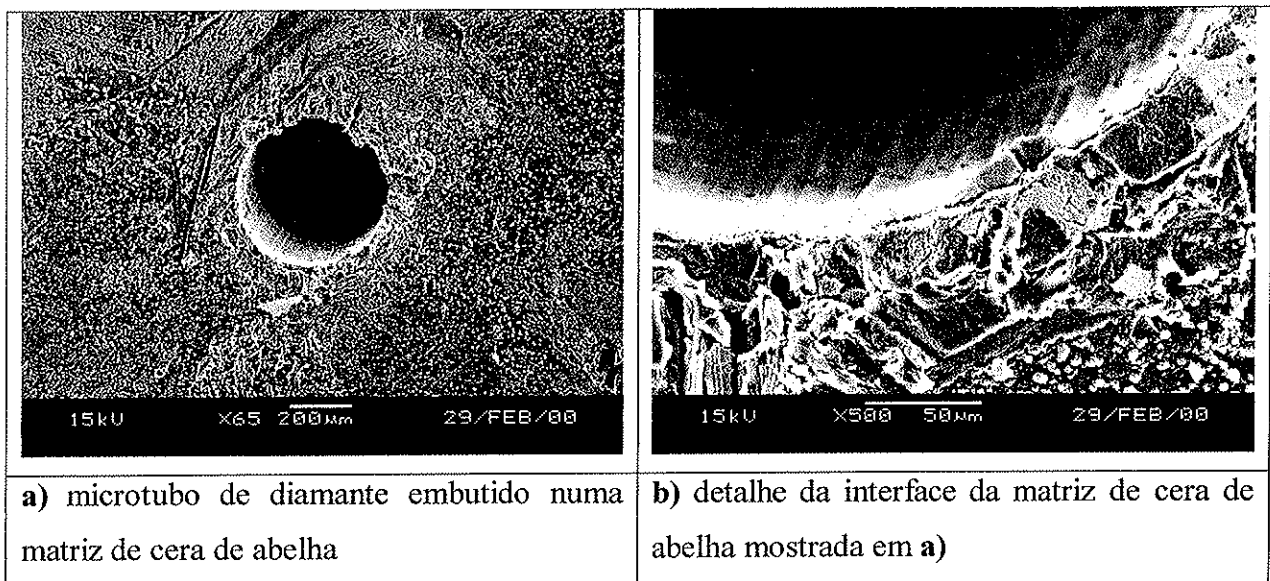


Figura 46 – Microtubo de diamante embutido numa matriz de cera de abelha após o processo de corrosão ácida do tungstênio (molde)

As figuras 47a e 47b mostram uma micrografia de um microtubo de diamante auto-sustentado após ter sido submetido ao processo de corrosão ácida do tungstênio. Este microtubo de diamante não foi embutido em cera de abelha, permanecendo auto-sustentado após o processo de corrosão ácida, comprovando que sua integridade física não é propriamente dependente da matriz de cera de abelha. De qualquer maneira, a matriz de cera se faz necessária para a sustentação do dispositivo na linha de testes.

As figuras 47c e 47d mostram uma micrografia óptica de um microbocal de diamante, embutido em cera de abelha, após o processo de corrosão ácida do tungstênio. A micrografia óptica, mostrada na figura 47c, foi focalizada, a uma certa distância do plano de entrada do dispositivo, tendo a iluminação posicionada no plano de saída (parte inferior do dispositivo). Desta forma, a luz penetra pela passagem aberta do microbocal e é registrada na outra extremidade. A região clara, mostrada na figura 47c, corresponde à passagem cilíndrica do microbocal na região do plano de entrada do microdispositivo.

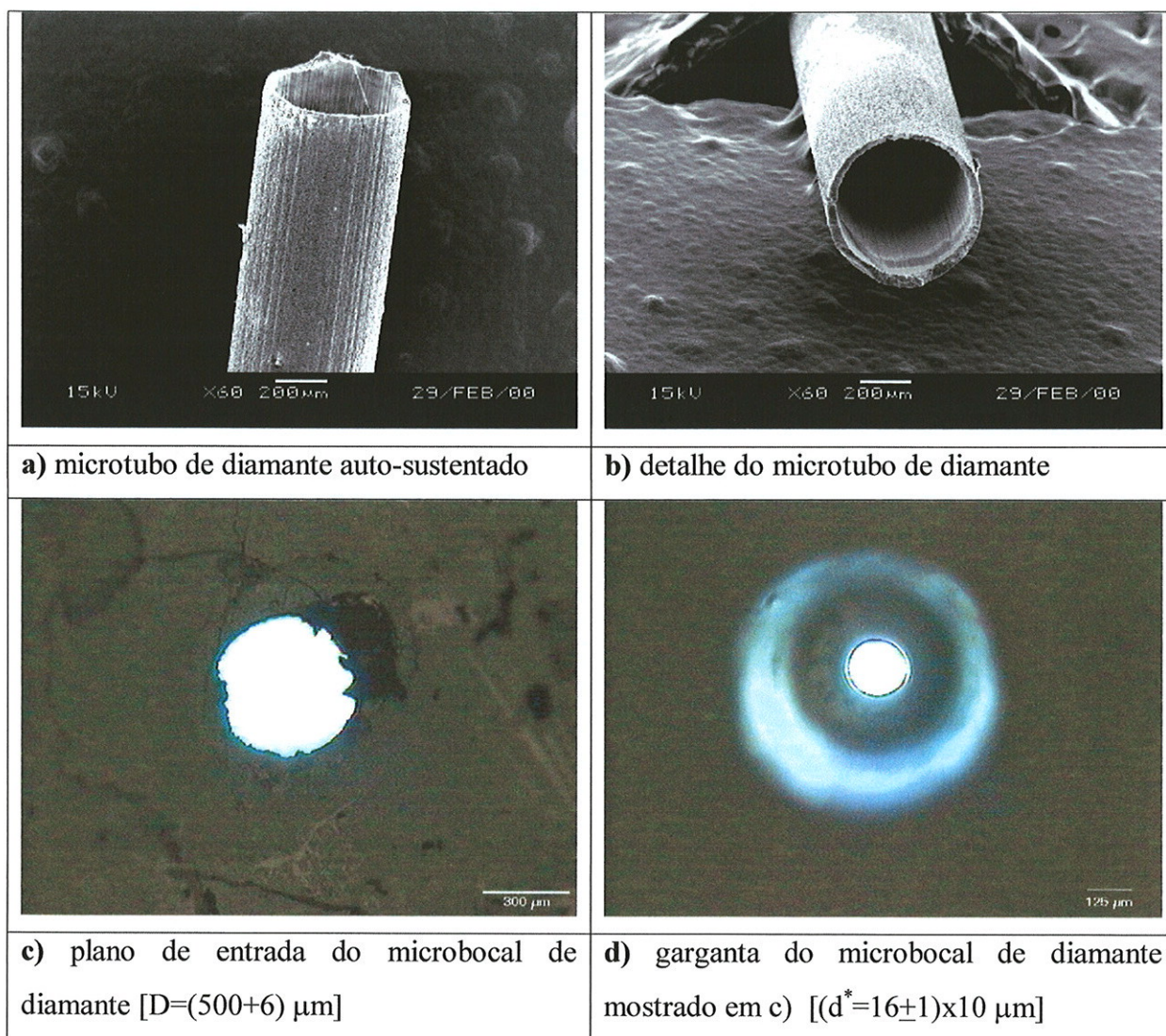


Figura 47 – Passagens abertas de um microtubo de diamante auto-sustentado [**a**] e **b**] e de um microbocal de diamante embutido em cera de abelha [**c**] e **d**]

Não se observa obstruções na abertura do bocal da figura 47c, que corresponderia a resquícios de tungstênio dentro do microbocal. Este fato evidencia que a corrosão do tungstênio se deu ao longo de todo o interior do microbocal. As irregularidades na borda da passagem do microbocal (figura 47c), correspondem a resquícios de cera de abelha, que permaneceram na região, após o processo de embutimento. A figura 47d corresponde a uma micrografia obtida com focalização na garganta do bocal (região clara circular menor), onde também não se observa resquícios de tungstênio, evidenciando a integridade desta região crítica do dispositivo após o processo de corrosão do tungstênio.

4.3.3 Fixação do microbocal de diamante no porta-amostras da linha de testes de vazão de gás

Os microbocais de diamante, embutidos em cera de abelha e com a passagem aberta, foram fixados num disco de aço-inox, que faz parte do porta-amostras da linha de testes, para serem submetidos aos testes de vazão de fluido. A figura 48a mostra uma fotografia de um dos discos de aço-inox, que faz parte do cilindro fixador de amostras (figura 21b) da linha de testes de vazão.

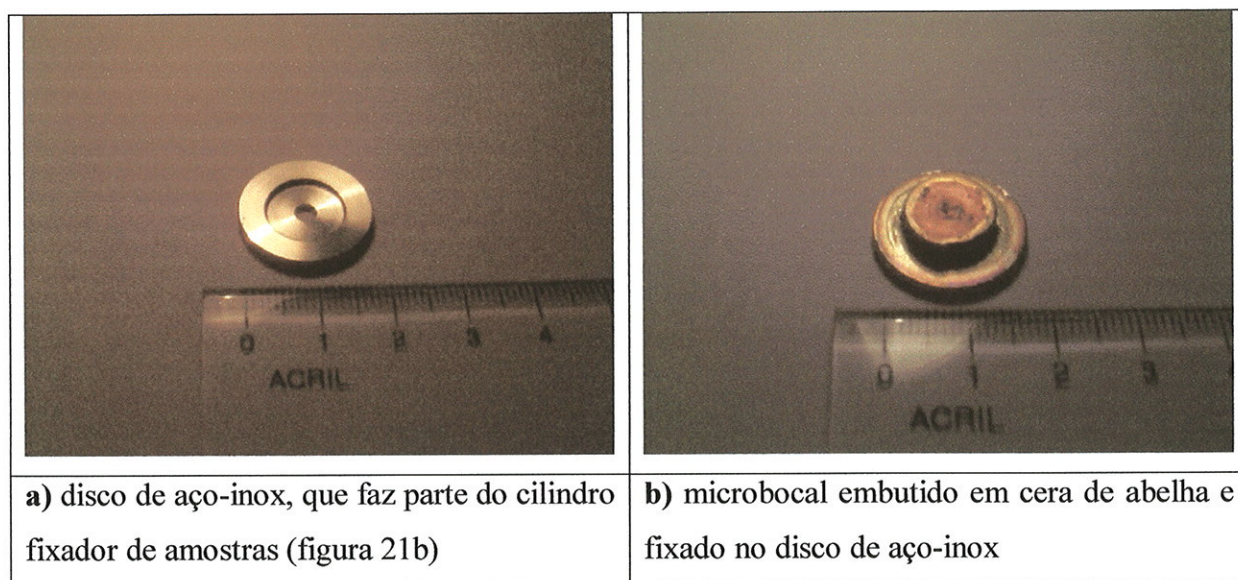


Figura 48 – Fixação do microbocal de diamante, embutido em cera de abelha, no disco de aço-inox do porta-amostras da linha de testes de vazão

Nota-se, na figura 48a, o rebaixamento no disco, utilizado para acomodar a matriz de cera de abelha, e o furo central para a passagem do fluido. Um dos microbocais de diamante, submetido ao teste de vazão de fluido, pode ser visto na figura 48b. É possível perceber a presença da cola de prata, na base e no contorno da matriz de cera de abelha, utilizada para auxiliar na vedação da matriz ao disco de aço-inox.

4.3.4 Características das amostras submetidas ao teste de vazão de gás

Um conjunto de amostras, composto de um microtubo e de três microbocais de diamante, foi submetido aos testes de vazão de gás. As características geométricas e morfológicas das amostras utilizadas, nos testes de vazão de gás, são mostradas na figura 49.

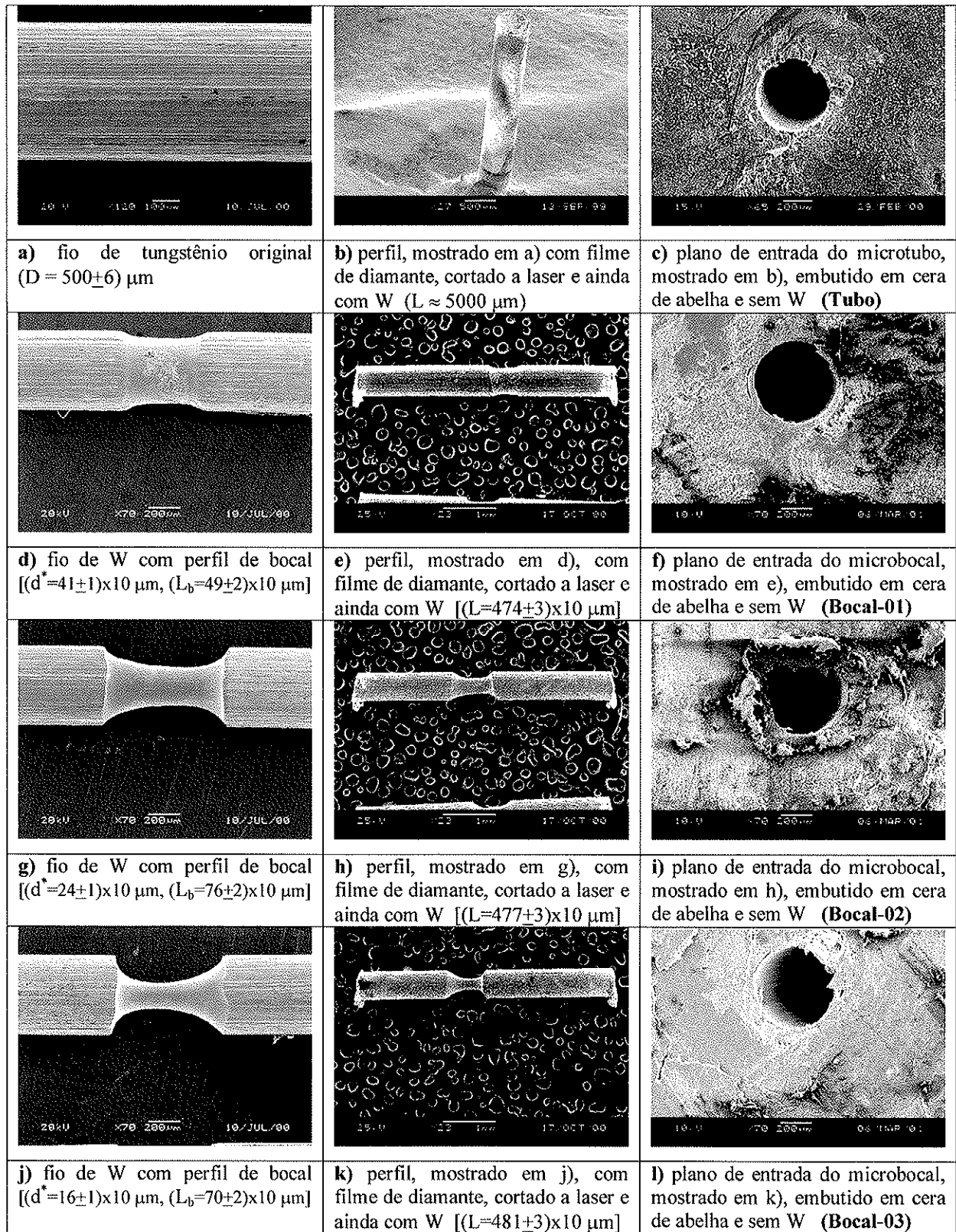


Figura 49 – Características geométricas e morfológicas do microtubo e dos microbocais de diamante submetidos ao testes de vazão de gás

4.4 Análise dos parâmetros de escoamento obtidos nos testes de vazão de gás

4.4.1 Análise do comportamento da vazão mássica de gás (q_{me})

A vazão mássica de gás (q_{me}), através do microtubo e dos microbocais de diamante, foi determinada através dos dados experimentais obtidos nos dois regimes de testes de vazão (regime de alta pressão à montante e regime de baixa pressão à jusante). O cálculo da vazão mássica de gás e das incertezas associadas foram determinados, utilizando as equações **Eq-29**, **Eq-30** e **Eq-30a** (seção 3.11).

A figura 50 mostra gráficos da vazão mássica de gás em função da razão de pressão de jusante pela de montante (P/P_0), para o conjunto de amostras submetido ao teste de vazão no regime de baixa pressão à jusante. A figura 50a mostra o comportamento da vazão mássica para o microtubo de diamante e as figuras 50b, 50c e 50d mostram para os microbocais. O comportamento das curvas, mostradas na figura 50, evidencia que a vazão mássica de gás tende a um valor crítico (q_{me}^*) com a diminuição da razão de pressão, para todos os microdispositivos. Isto ocorre devido ao fato das condições críticas de escoamento terem sido atingidas, tornando o escoamento do gás bloqueado através dos microdispositivos. O escoamento se tornou bloqueado, em todos os microdispositivos, devido ao fato de que, além das condições críticas de escoamento terem sido atingidas, as condições de montante (estagnação) do gás permaneceram constantes, próximo às condições atmosféricas, no regime de testes de baixa pressão à jusante utilizado.

O valor crítico da vazão mássica de gás (vazão mássica crítica de gás) é de $(1,91 \pm 0,04)$ g/min, para o microtubo de diamante, como pode ser visto na figura 50. É possível observar, na figura 50, que o valor da vazão mássica crítica de gás decresce com a redução do diâmetro da garganta dos microbocais de diamante. Os valores de vazão mássica crítica são de $(1,64 \pm 0,03)$ g/min para bocal-01, de $(0,68 \pm 0,01)$ g/min para o bocal-02 e de $(0,344 \pm 0,006)$ g/min para o bocal-03.

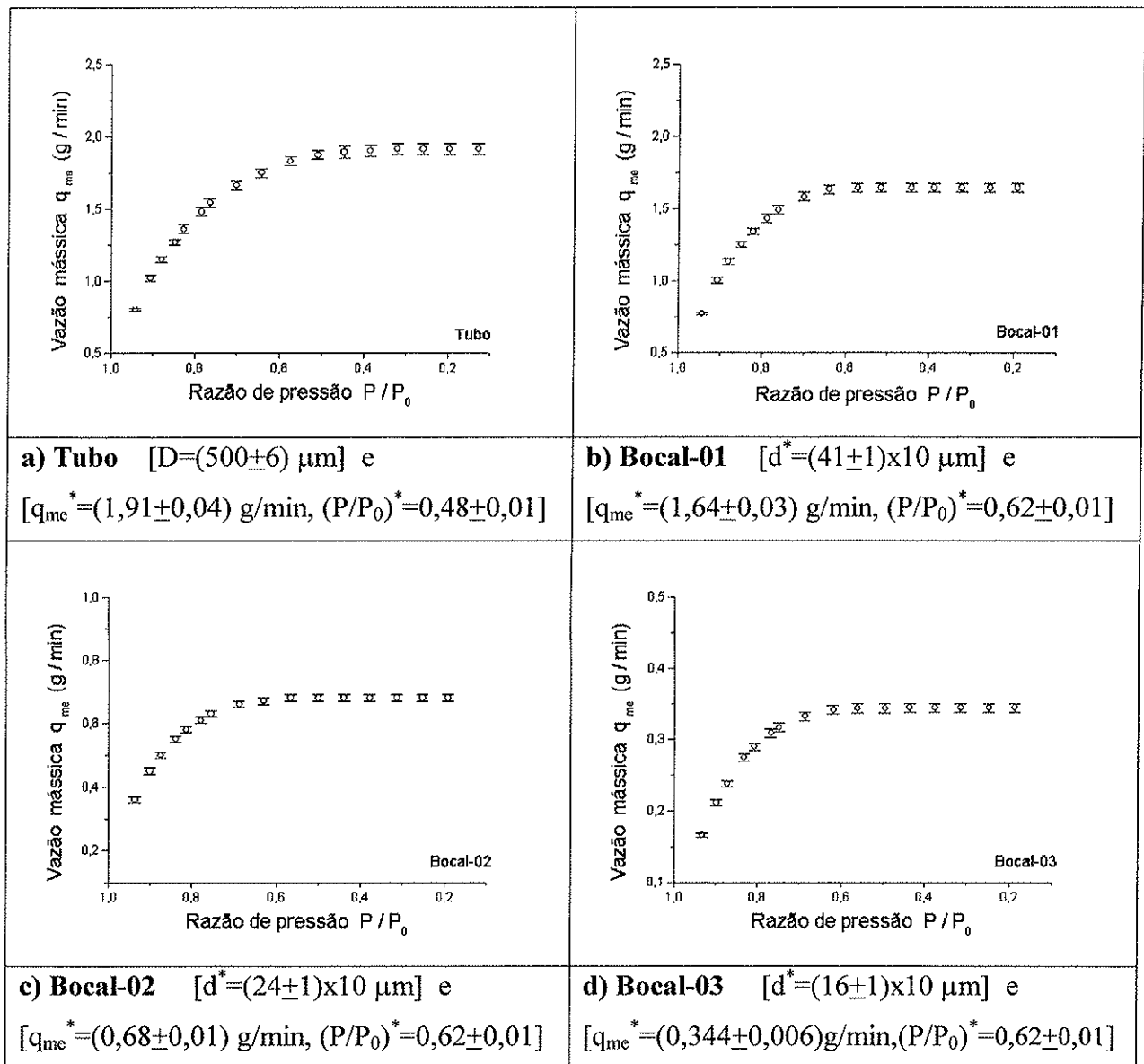


Figura 50 – Gráficos de vazão mássica de gás (q_{me}) pela razão de pressão (P/P_0) para o regime de teste de baixa pressão à jusante

A figura 50a mostra que a vazão mássica crítica do microtubo de diamante é atingida para uma razão crítica de pressão $(P/P_0)^*$ de $(0,48\pm 0,01)$. A razão crítica de pressão determina as condições a partir das quais o escoamento se torna bloqueado. No caso dos microbocais de diamante (figuras 50b, 50c e 50d), a razão crítica de pressão é a mesma para todos os microbocais, apresentando um valor de $(0,62\pm 0,01)$. Este fato mostra que a variação da razão de áreas dos microbocais não afeta os respectivos valores da razão crítica de pressão dos microbocais, nas condições de testes utilizadas.

A figura 51 mostra os gráficos da vazão mássica de gás em função da razão de pressão para o conjunto de amostras submetido ao teste de vazão no regime de alta pressão à montante. O comportamento da vazão mássica para o microtubo de diamante é mostrado na figura 51a e para os microbocais de diamante nas figuras 50b, 50c e 50d.

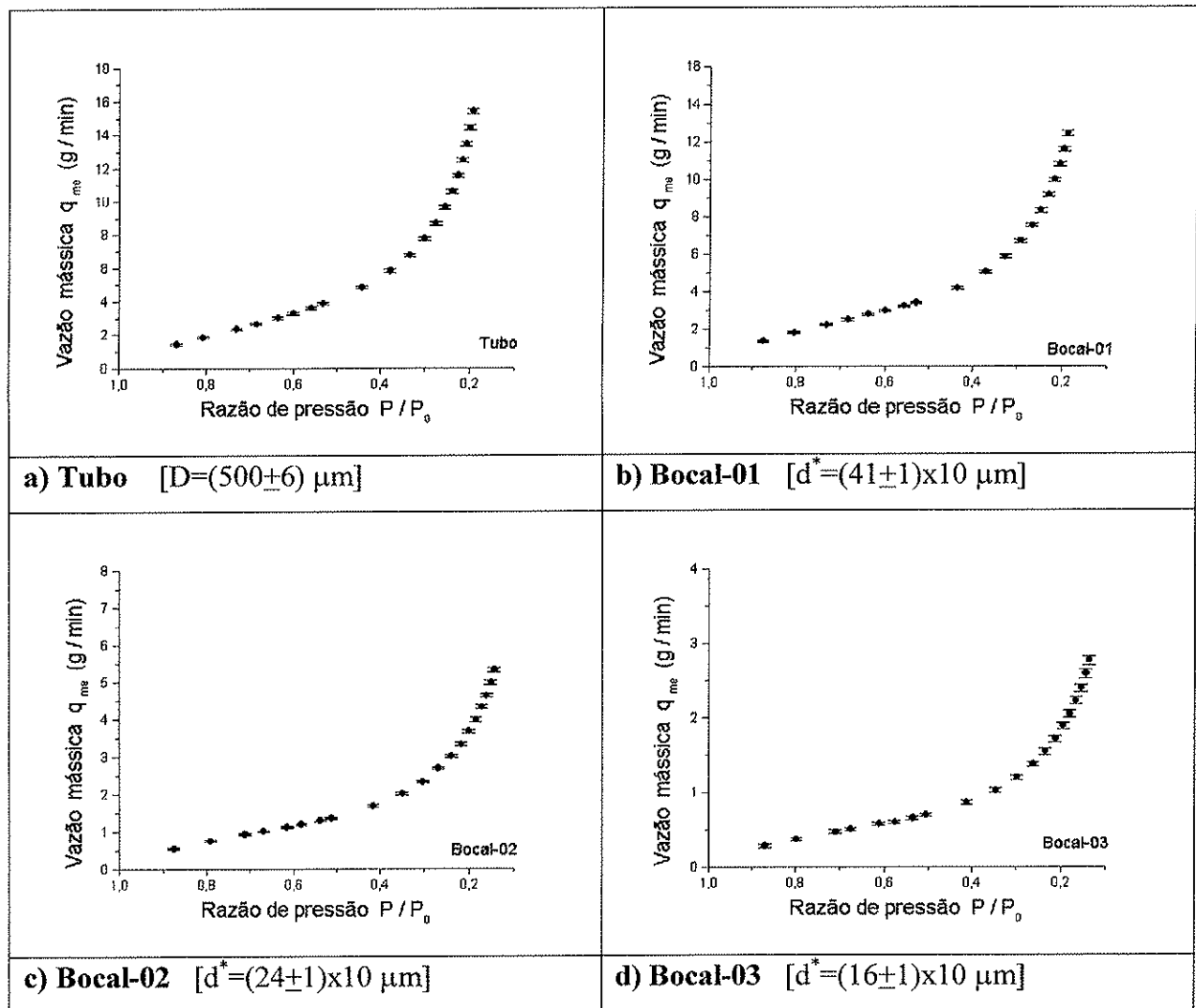


Figura 51 – Gráficos de vazão mássica de gás (q_{me}) pela razão de pressão (P/P_0) para o regime de teste de alta pressão à montante

As curvas, mostradas na figura 51, evidenciam que a vazão mássica de gás cresce indefinidamente com a diminuição da razão de pressão, para todos os microdispositivos testados. Este comportamento da vazão mássica ocorre devido ao fato das condições de montante (estagnação) do gás apresentarem grandes variações no regime de testes de alta

pressão à montante. As altas pressões de montante do gás acabam provocando grandes alterações de densidade do gás, devido aos efeitos de compressibilidade do escoamento através dos microdispositivos. No entanto, este comportamento de crescimento contínuo da vazão mássica, no regime de testes de alta pressão à montante, não significa que as condições críticas de escoamento não tenham sido atingidas, como será mostrado a seguir na análise do comportamento da vazão volumétrica de gás (Q_0).

4.4.2 Análise do comportamento da vazão volumétrica de gás (Q_0)

A vazão volumétrica de gás (Q_0), através do microtubo e dos microbocais de diamante, e as incertezas associadas foram determinadas a partir dos dados experimentais, obtidos nos dois regimes de testes de vazão, utilizando as equações Eq-28, Eq-28a e Eq-29 (seção 3.11).

Os gráficos da vazão volumétrica de gás em função da razão de pressão de jusante pela de montante são mostrados nas figuras 52 e 53. A figura 52 mostra o comportamento da vazão volumétrica para o regime de baixa pressão à jusante e a figura 53 para o regime de alta pressão à montante.

As curvas, mostradas nas figuras 52 e 53, mostram que a vazão volumétrica de gás tende a um valor crítico (Q_0^*), com a diminuição da razão de pressão, nos dois regimes de testes utilizados. Este fato indica que as condições críticas de escoamento foram atingidas para todos os microdispositivos, nos dois regimes de testes diferentes, indicando que o escoamento se tornou bloqueado. Porém, no caso do regime de testes de alta pressão à montante, o parâmetro bloqueado no escoamento corresponde somente à vazão volumétrica de gás (figuras 51 e 53). No caso do regime de testes de baixa pressão à jusante, a bloqueagem do escoamento é efetiva pois apresenta tanto a vazão mássica como a vazão volumétrica de gás bloqueadas no escoamento (figuras 50 e 52).

A figura 53d mostra um pequeno crescimento da vazão volumétrica do bocal de menor diâmetro (bocal-03), para baixos valores de razão de pressão, mesmo após as condições críticas de escoamento terem sido atingidas. Este aumento na vazão volumétrica, em escoamento bloqueado, pode ser atribuído a alterações na área efetiva de passagem do fluido, provocadas pelos efeitos de turbulência causados pela camada limite nas paredes internas do dispositivo [66]. Outra possibilidade seria o fato de termos pressões (P_0) muito elevadas

(≈ 6 atm), no regime de alta pressão à montante, o que começa a afetar a aproximação de gás ideal utilizada.

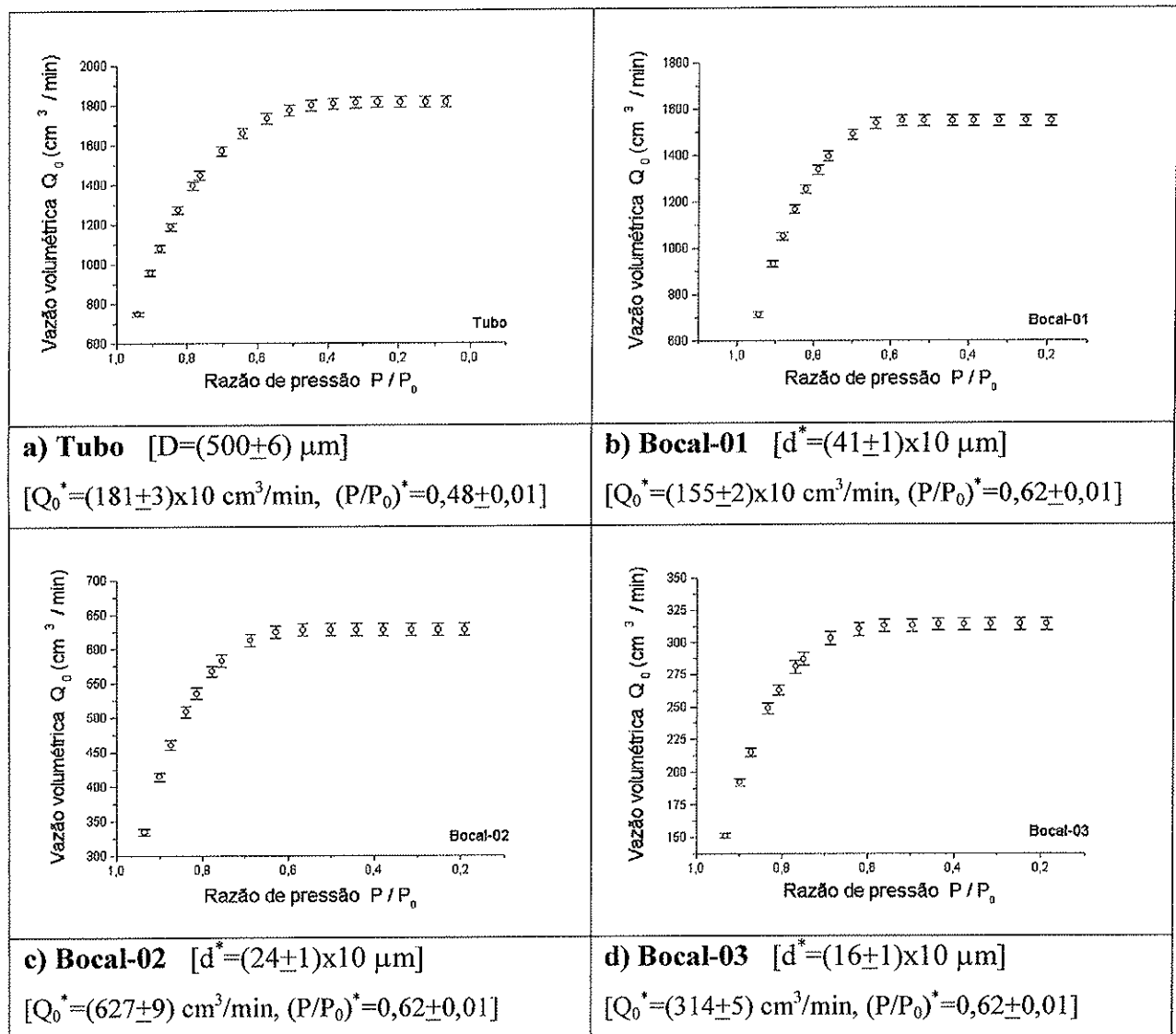


Figura 52 – Gráficos de vazão volumétrica de gás (Q_0) pela razão de pressão (P/P_0) para o regime de teste de baixa pressão à jusante

Os gráficos das figuras 52 e 53 mostram que a vazão volumétrica crítica de gás (vazão volumétrica crítica de gás), apresenta o mesmo valor, nos dois regimes de testes utilizados, para cada microdispositivo respectivamente. Este comportamento condiz com o fato de que, alcançada a razão crítica de pressão, que proporciona a bloqueio do escoamento, a vazão

volumétrica crítica deve ser a mesma, para cada microdispositivo, independente do regime de testes utilizado.

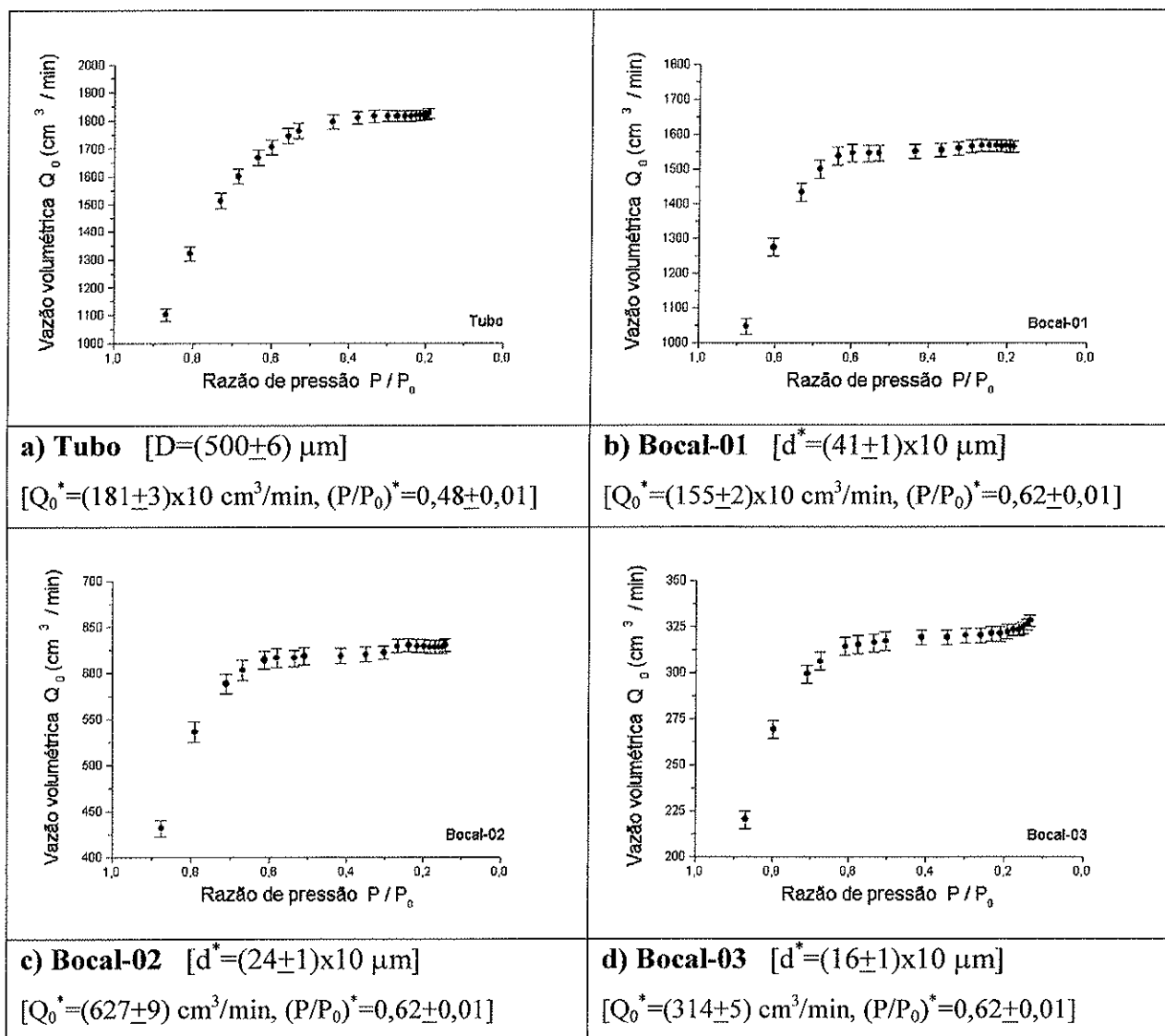


Figura 53 – Gráficos de vazão volumétrica de gás (Q_0) pela razão de pressão (P/P_0) para o regime de teste de alta pressão à montante

As figuras 52a e 53a mostram que a vazão volumétrica crítica de gás apresenta um valor de $(181\pm 3)\times 10\ \text{cm}^3/\text{min}$, para o microtubo de diamante, nos dois regimes de testes utilizados. As figuras 52b-d e 53b-d apresentam valores da vazão volumétrica crítica de gás de $(155\pm 2)\times 10\ \text{cm}^3/\text{min}$ para o bocal-01, de $(627\pm 9)\ \text{cm}^3/\text{min}$ para o bocal-02 e de $(314\pm 5)\ \text{cm}^3/\text{min}$ para o

bocal-03, evidenciando que a vazão volumétrica crítica de gás decresce com a redução do diâmetro dos microbocais.

A vazão volumétrica crítica do microtudo de diamante é atingida para um mesmo valor de razão crítica de pressão ($0,48 \pm 0,01$), para os dois regimes de testes utilizados, como mostram as figuras 52a e 53a. O valor da razão crítica de pressão para os microbocais de diamante é mostrado nas figuras 52b-d e 53b-d. Novamente, é possível afirmar que a razão crítica de pressão possui o mesmo valor para todos os microbocais ($0,62 \pm 0,01$), nos dois regimes de testes utilizados. Estes resultados mostram que a razão crítica de pressão independe das condições dos regimes de testes realizados e independe também da variação da razão de áreas dos microbocais testados.

Uma superposição das curvas de vazão volumétrica, para os dois regimes de testes de vazão de gás diferentes, pode ser vista na figura 54. Observando as curvas (figura 54), realmente é possível confirmar que, dentro das incertezas associadas aos parâmetros de escoamento medidos, a razão crítica de pressão independe das condições dos regimes de testes utilizados e da variação da razão de áreas dos microbocais, nas condições de testes realizados.

A tabela 05 mostra um resumo das propriedades dos microdispositivos, nas condições críticas de escoamento, referentes à vazão mássica, vazão volumétrica e a razão de pressão para os dois regimes de testes de vazão utilizados neste trabalho.

4.4.3 Determinação do número de Reynolds do escoamento (R_{ed})

O número de Reynolds na garganta dos microdispositivos (R_{ed}) e as incertezas associadas foram calculados a partir dos dados experimentais obtidos nos dois regimes de testes de vazão, utilizando as equações **Eq-29**, **Eq-31** e **Eq-31a**. Curvas do número de Reynolds em função da razão de pressão, para todos os microdispositivos testados, podem ser observadas nas figuras 55 e 56.

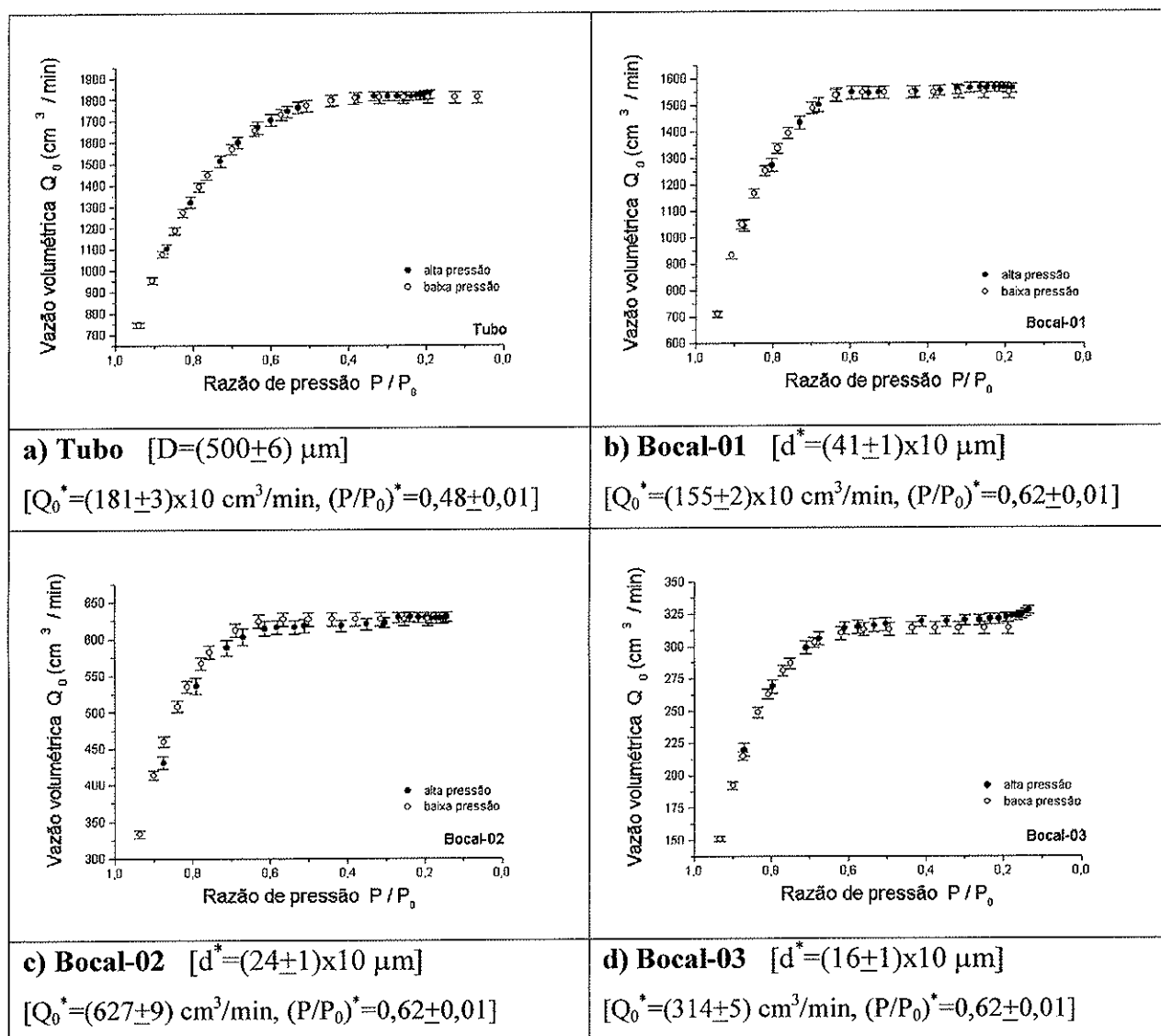


Figura 54 – Superposição das curvas de vazão volumétrica de gás (Q_0) pela razão de pressão (P/P_0) para os dois regimes de testes de vazão

A tendência das curvas do número de Reynolds do escoamento em função da razão de pressão (figuras 55 e 56) é semelhante à tendência das curvas correspondentes à vazão mássica de gás (figuras 50 e 51), para cada microdispositivo respectivamente. Isto se deve ao fato de que estes dois parâmetros de escoamento, o número de Reynolds e a vazão mássica estão relacionados apenas por uma constante, como mostra a equação **Eq-31** (seção 3.11).

Tabela 05 – Vazão mássica, vazão volumétrica e razão de pressão, nas condições críticas de escoamento, para os dois regimes de testes realizados

Dispositivo	Regime de testes de vazão					
	Baixa pressão à jusante			Alta pressão à montante		
	Vazão mássica crítica q_{me}^* (g/min)	Vazão volumétrica crítica Q_0^* (cm ³ /min)	Razão crítica de pressão (P/P ₀) [*]	Intervalo da vazão mássica q_{me} (g/min)	Vazão volumétrica crítica Q_0^* (cm ³ /min)	Razão crítica de pressão (P/P ₀) [*]
Tubo	(1,91±0,04)	(181±3)x10	(0,48±0,01)	1,4 - 15,5	(181±3)x10	(0,48±0,01)
Bocal-01	(1,64±0,03)	(155±2)x10	(0,62±0,01)	1,3 - 12,4	(155±2)x10	(0,62±0,01)
Bocal-02	(0,68±0,01)	(627 ± 9)	(0,62±0,01)	0,5 – 5,5	(627 ± 9)	(0,62±0,01)
Bocal-03	(0,344±0,006)	(314 ± 5)	(0,62±0,01)	0,2 – 2,8	(314 ± 5)	(0,62±0,01)

Como já observado anteriormente para o caso da vazão mássica, o comportamento do número de Reynolds em função da razão de pressão, no caso do regime de testes de baixa pressão à jusante, tende a um valor limite (R_{ed}^*), como mostram os gráficos da figura 55. Isto ocorre devido às condições de montante, no regime de testes de baixa pressão à jusante, permanecerem constantes no escoamento. A figura 55 apresenta valores do número de Reynolds crítico de $(7\pm 1)\times 10^3$ para o tubo, de $(8\pm 1)\times 10^3$ para o bocal-01, de $(6\pm 1)\times 10^3$ para o bocal-02 e de $(4\pm 1)\times 10^3$ para o bocal-03. A ordem de grandeza do número de Reynolds, para o regime de teste de baixa pressão à jusante, é 10^3 e sua variação no escoamento vai desde 1×10^3 até 8×10^3 .

No caso do regime de testes de alta pressão à montante, o número de Reynolds cresce indefinidamente com a diminuição da razão de pressão, como mostra a figura 56. Este comportamento é semelhante ao da vazão mássica devido ao fato das condições de montante sofrerem grandes variações no escoamento. As ordens de grandeza do número de Reynolds, para o regime de teste de alta pressão à montante, são 10^3 e 10^4 e sua variação no escoamento vai desde 3×10^3 até 7×10^4 .

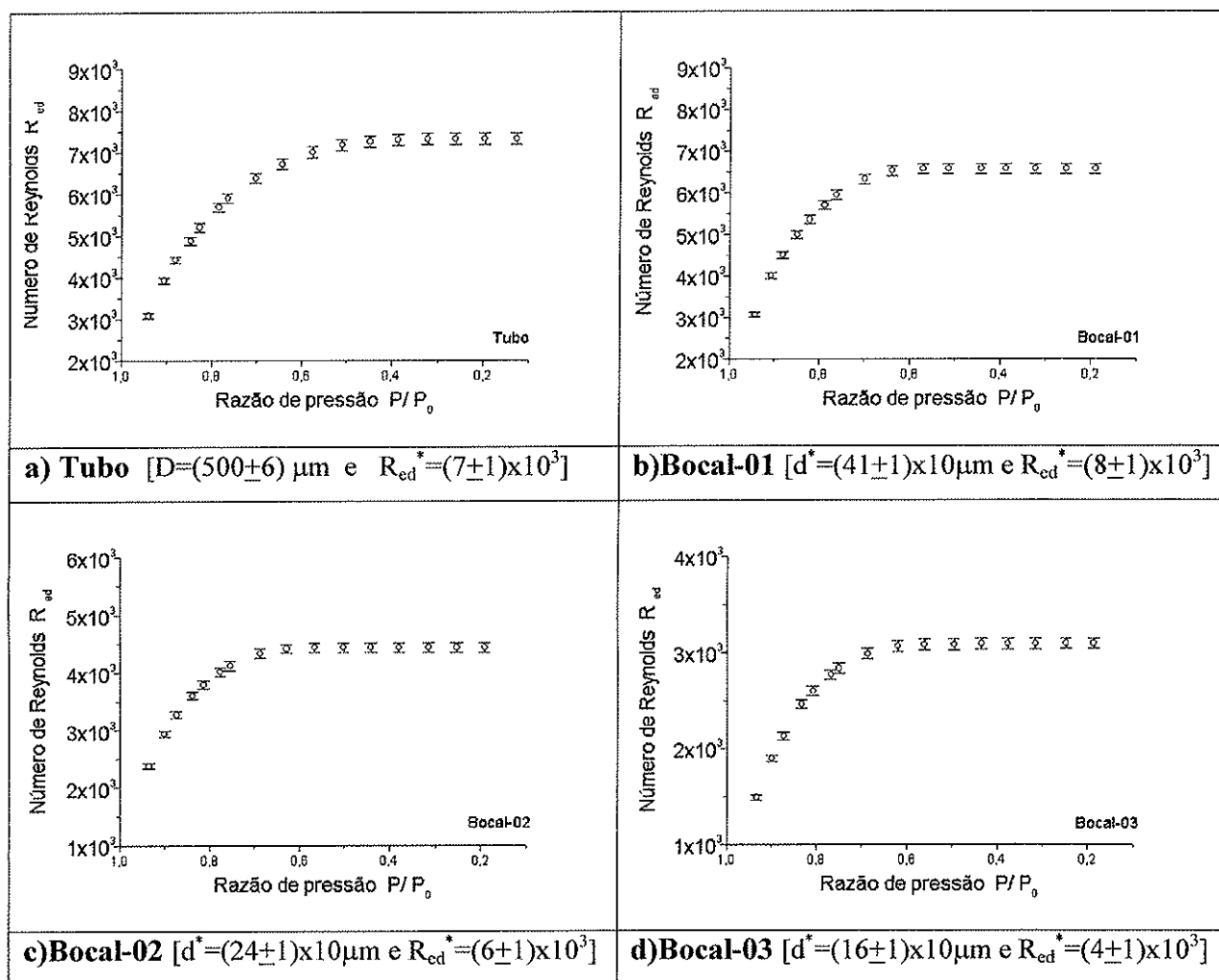


Figura 55 – Número de Reynolds, na garganta dos microdispositivos, para o regime de teste de baixa pressão à jusante

As ordens de grandeza do número de Reynolds obtidas no escoamento através dos microdispositivos, testados neste trabalho, estão abaixo da ordem de grandeza do número de Reynolds apresentada em normas de bocais [08].

4.4.4 Cálculo do coeficiente de descarga dos microdispositivos (C_d)

O cálculo do coeficiente de descarga (C_d), dos microdispositivos, e das incertezas associadas foi feito utilizando os dados experimentais, obtidos nos dois regimes de testes de vazão, por meio das equações Eq-30a, Eq-32 e Eq-32a-d.

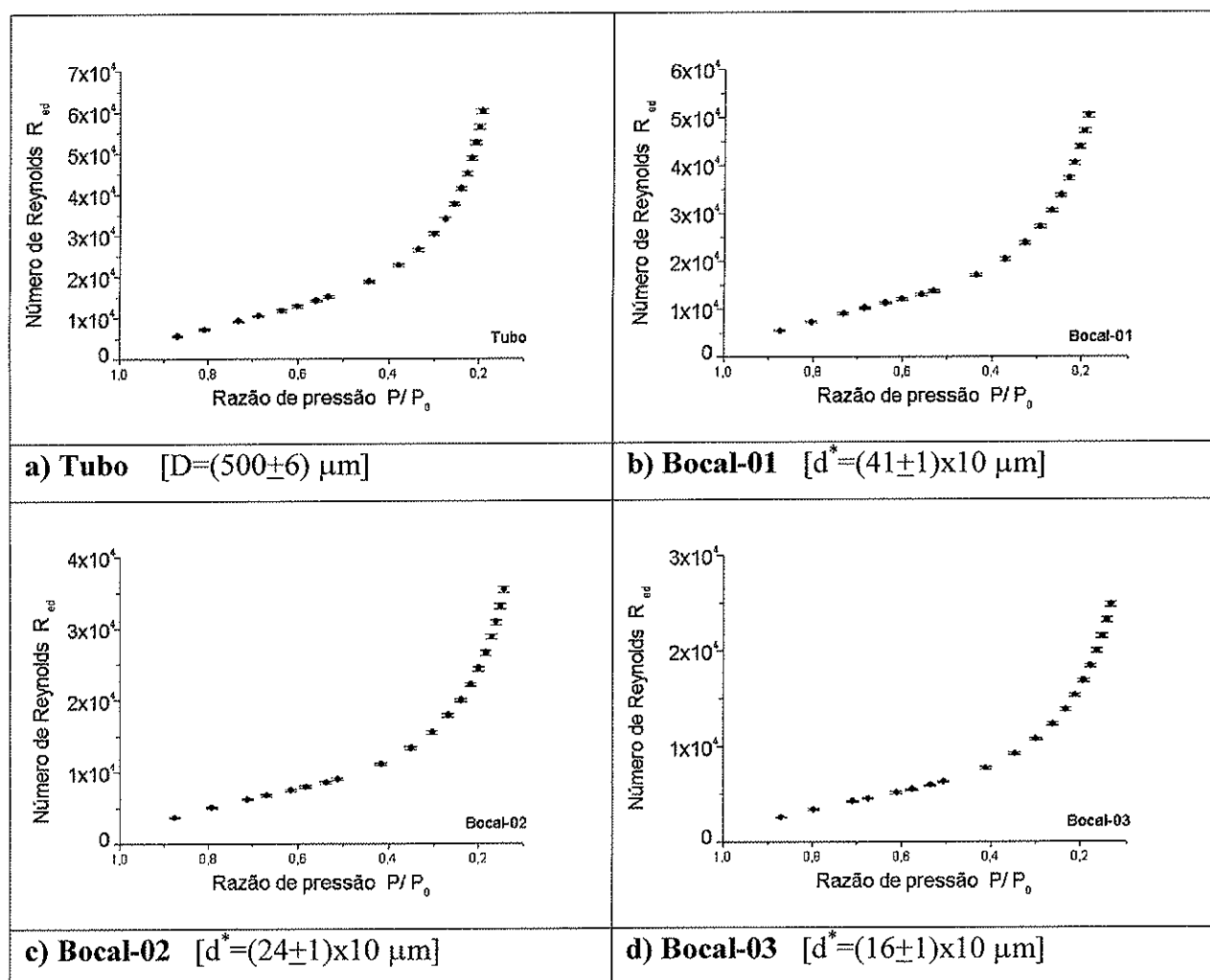


Figura 56 – Número de Reynolds, na garganta dos microdispositivos, para o regime de teste de alta pressão à montante

Gráficos do coeficiente de descarga, dos microdispositivos, em função da razão de pressão, nas condições críticas de escoamento, para o regime de testes de baixa pressão à jusante, podem ser vistos na figura 57. A figura 58 mostra os gráficos do coeficiente de descarga em função do número de Reynolds, nas condições críticas de escoamento, para o regime de testes

de alta pressão à montante. No caso do regime de testes de baixa pressão à jusante, as curvas do coeficiente de descarga foram feitas em função da razão de pressão devido ao fato do número de Reynolds, neste regime de testes, tender a um valor limite nas condições críticas de escoamento.

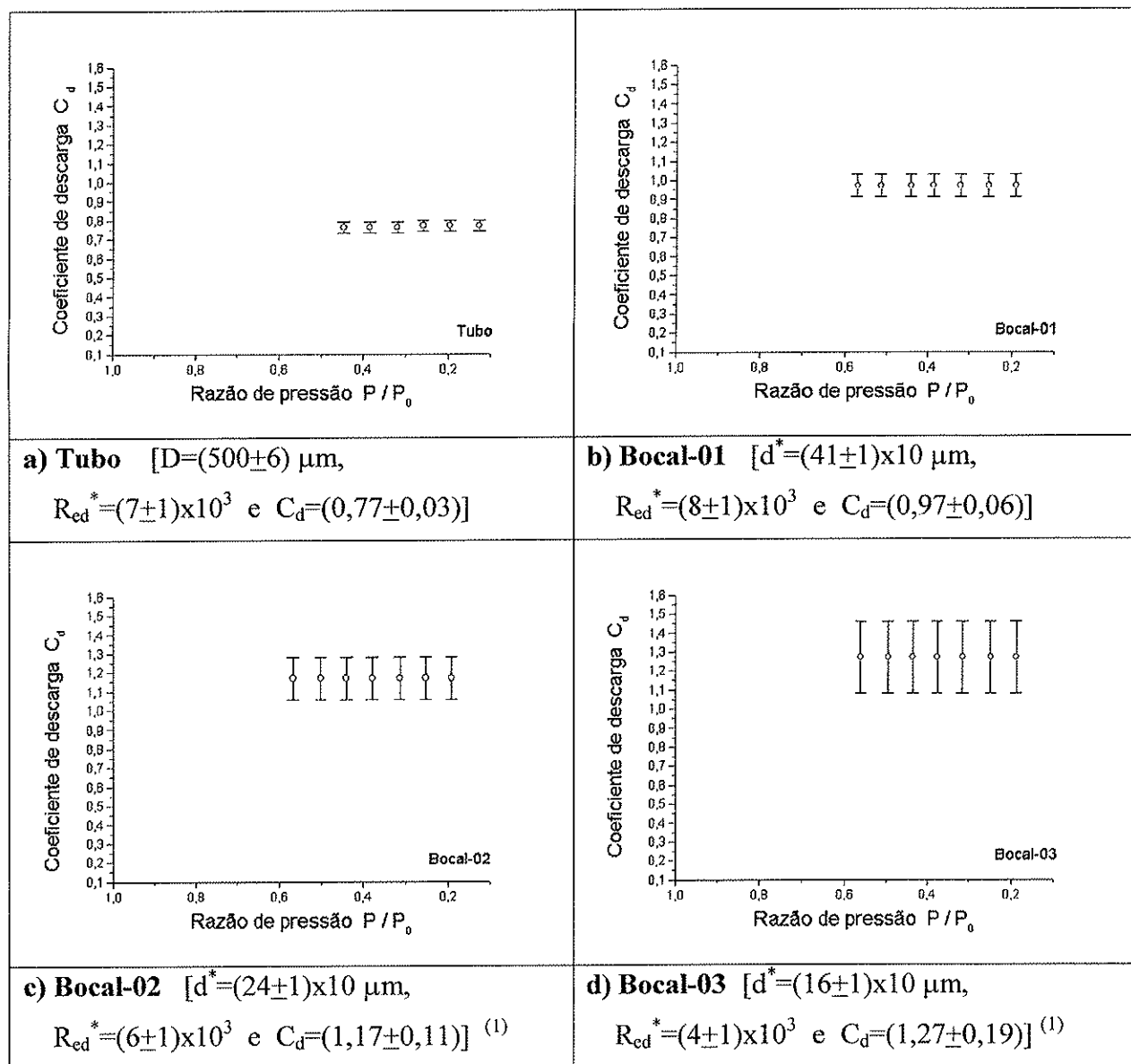


Figura 57 – Coeficiente de descarga dos microdispositivos de diamante (cálculo realizado, utilizando dados experimentais obtidos do regime de baixa pressão à jusante)

⁽¹⁾ A incerteza do coeficiente de descarga será apresentada com dois algarismos significativos quando o primeiro algarismo for 1 ou 2 [70]

Os gráficos da figura 57, mostram que o coeficiente de descarga é constante para todos os microdispositivos testados. O valor do coeficiente de descarga para o microtubo de diamante é de $(0,77 \pm 0,03)$. Os valores dos coeficientes de descarga, para os microbocais de diamante, são de $(0,97 \pm 0,06)$ para o bocal-01, de $(1,17 \pm 0,11)$ ⁽¹⁾ para o bocal-02 e de $(1,27 \pm 0,19)$ ⁽¹⁾ para o bocal-03. Estes resultados mostram que ocorre um crescimento do coeficiente de descarga com a redução do diâmetro da garganta dos microbocais, sendo o menor deles o coeficiente de descarga para o microtubo de diamante.

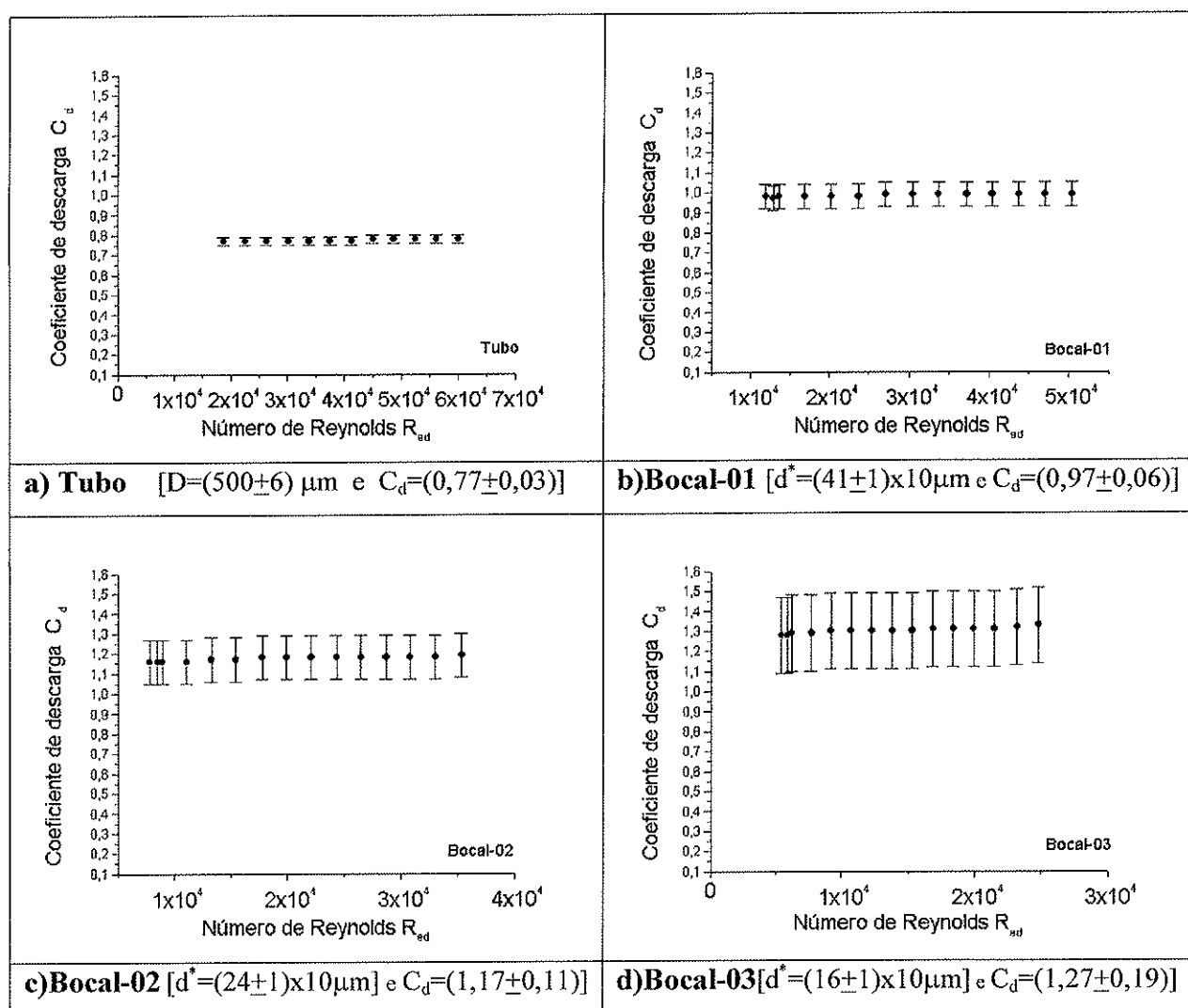


Figura 58 – Coeficiente de descarga dos microdispositivos de diamante (cálculo realizado, utilizando dados experimentais obtidos do regime de alta pressão à montante)

Este crescimento no valor do coeficiente de descarga dos microbocais em relação ao microtubo de diamante deve estar relacionado com o perfil dos microdispositivos. O crescimento do coeficiente de descarga dos microbocais, com a redução do diâmetro da garganta pode estar relacionado com as variações na área efetiva de passagem do fluido, provocadas pelos efeitos de turbulência causados pela camada limite nas paredes internas dos microbocais. É importante ressaltar que as equações utilizadas para calcular os coeficientes de descarga dos microdispositivos, testados neste trabalho, não levam em consideração a existência da camada limite nas paredes internas dos microdispositivos fabricados. Outro fator importante é que o perfil convergente-divergente dos microbocais não é exatamente o mesmo para todos os dispositivos, apresentando para cada perfil um coeficiente de descarga diferente.

O mesmo comportamento do coeficiente de descarga é observado nos gráficos da figura 58. As curvas são constantes e ocorre o crescimento do valor do coeficiente de descarga dos microdispositivos, com a redução do diâmetro da garganta, como mencionado anteriormente. É possível observar que os valores dos coeficientes de descarga, mostrados na figura 58, são os mesmos valores, que os mostrados na figura 57, para cada microdispositivo respectivamente.

Este resultado mostra que o coeficiente de descarga dos microdispositivos não sofreu variação com as condições de escoamento dos dois regimes de testes de vazão realizados. Mesmo ocorrendo uma variação no número de Reynolds, de um valor de 1×10^3 até um valor de 7×10^4 , nos escoamentos dos dois regimes de testes utilizados, o coeficiente de descarga apresentou o mesmo valor, para cada microdispositivo de diamante respectivamente.

A tabela 06 mostra um resumo das propriedades dos microdispositivos, nas condições críticas de escoamento, referentes ao coeficiente de descarga e ao número de Reynolds, para os dois regimes de testes de vazão diferentes. O intervalo do número de Reynolds, para o regime de testes de alta pressão a montante, também é apresentado na tabela 06.

Observando os parâmetros de escoamento, apresentados nas tabelas 05 e 06, é possível identificar as informações importantes para a utilização dos microbocais de diamante, fabricados neste trabalho, como controladores e medidores passivos de vazão de gás.

Para cada microbocal de diamante fabricado, com suas características geométricas específicas, estão associados valores de vazão mássica crítica de gás e valores da razão crítica de pressão de blocagem do escoamento. Baseando-se nos parâmetros críticos de escoamento, mostrados nas tabelas 05 e 06, é possível determinar qual o microbocal de diamante deva ser utilizado para obter um determinado valor de vazão mássica de gás nas condições sônicas de escoamento.

Tabela 06 – Coeficiente de descarga e número de Reynolds, nas condições críticas de escoamento, para os dois regimes de testes realizados

Dispositivo	Regime de testes de vazão			
	Baixa pressão à jusante		Alta pressão à montante	
	Coeficiente de descarga C_d	Número de Reynolds Re_d^*	Coeficiente de descarga C_d	Intervalo do número de Reynolds Re_d
Tubo	$(0,77 \pm 0,03)$	$(7 \pm 1) \times 10^3$	$(0,77 \pm 0,03)$	$5 \times 10^3 - 7 \times 10^4$
Bocal-01	$(0,97 \pm 0,06)$	$(8 \pm 1) \times 10^3$	$(0,97 \pm 0,06)$	$6 \times 10^3 - 6 \times 10^4$
Bocal-02	$(1,17 \pm 0,11)$	$(6 \pm 1) \times 10^3$	$(1,17 \pm 0,11)$	$4 \times 10^3 - 5 \times 10^4$
Bocal-03	$(1,27 \pm 0,19)$	$(4 \pm 1) \times 10^3$	$(1,27 \pm 0,19)$	$3 \times 10^3 - 4 \times 10^4$

Capítulo 5

Conclusões

Microbocais de diamante foram fabricados com sucesso, utilizando o método de fabricação original desenvolvido neste trabalho. O perfil de bocal fabricado apresentou boa simetria axial e baixa rugosidade na região da garganta do bocal. O método de fabricação possibilitou controlar o diâmetro da garganta e o comprimento dos bocais fabricados.

Os testes de vazão de gás demonstraram que os microbocais de diamante, fabricados neste trabalho, efetivamente se comportaram como controladores e medidores passivos de vazão de gás quando bloqueados.

A faixa de valores de vazão mássica crítica, nos testes de baixa pressão à jusante, foi de 1,91 g/min a 0,344 g/min. A razão crítica de pressão, para a blocagem, foi de $(0,48 \pm 0,01)$ para o microtubo e de $(0,62 \pm 0,01)$ para os microbocais. A faixa de valores de vazão volumétrica crítica foi de 1810 cm³/min a 314 cm³/min. A faixa de valores utilizada, neste trabalho, para o número de Reynolds foi de 1×10^3 a 7×10^4 . Os coeficientes de descarga obtidos para os microdispositivos foram: $(0,77 \pm 0,03)$ para o microtubo, e variaram de 0,97 a 1,27 para os microbocais de diamante.

Assim, neste trabalho, foram fabricados com sucesso microbocais de diamante com perfil convergente-divergente, utilizando um método original, e foram determinados os parâmetros críticos de escoamento que garantem a utilização destes microbocais como controladores e medidores passivos de vazão de gás.

Capítulo 6

Próximas Etapas

Como continuidade deste trabalho serão listadas a seguir algumas propostas.

Um novo método de fabricação de perfil de bocal em fios de tungstênio pode ser desenvolvido, fazendo com que a área de corrosão do fio, onde ocorre a formação do perfil convergente-divergente de bocal, fique submersa na solução eletrolítica longe da região de formação do menisco. Isto pode ser feito utilizando-se um anel de pequeno diâmetro, como catodo, envolvendo o fio, na região submersa na solução. Este anel pode ser deslocado, ao longo do fio, definindo mais precisamente o perfil convergente-divergente de bocal fabricado.

Fios de tungstênio com a superfície polida podem ser submetidos a tratamentos de superfície, como por exemplo a deposição de filmes de DLC (Diamond Like Carbon), para receberem o filme de diamante CVD. O filme de DLC auxilia na nucleação do filme de diamante, o que permite que um filme contínuo se forme logo no início do processo de deposição, o que pode vir a minimizar os efeitos do *stress* residual, evitando a formação de trincas no filme de diamante.

Para fabricar microbocais de diamante, utilizando fios de tungstênio com diâmetros menores, será necessário desenvolver um porta-amostras, para o reator de deposição de diamante CVD, que mantenha o fio de tungstênio esticado e girando. Desta forma será possível ter microbocais de diamante com gargantas menores do que as obtidas neste trabalho.

Apêndice

Revisão Bibliográfica

Indícios de tentativas de medição de vazão de fluidos são encontrados nas primeiras eras da civilização humana e acredita-se que isto se deu devido ao fato do homem residir nas proximidades de rios e de necessitar do controle da água para viabilizar o seu sustento [04]. Identifica-se, na civilização egípcia, a utilização de canais de medição para irrigação e a provável utilização do primeiro bocal crítico nas turbinas de Hero (≈ 175 a.C) e de Branca (≈ 1627 a.C) [03, 04, 09]. A construção do conhecimento que envolve o movimento de fluidos acompanha a evolução humana e por conta disto encontra-se uma quantidade enorme de pensadores, filósofos e cientistas que contribuíram para a construção deste conhecimento. Uma discussão sobre a importância de diversos pensadores, filósofos e cientistas para a construção do conhecimento da mecânica dos fluidos pode ser encontrada na referência [04], onde são citados importantes nomes como os de Leonardo da Vinci, Galileu Galilei, Torricelli, Pascal, Newton, Bernoulli, Euler, Laplace, Pitot, Venturi, Poiseuille, Stokes, Reynolds, Prandtl, Karman, entre outros [04].

O conhecimento da mecânica dos fluidos construído até o final do século XIX contribuiu para que no início do século seguinte se iniciasse a construção dos dispositivos industriais de medição de vazão, podendo ser citada, como exemplo, a fabricação de placas de orifício para a medição de gás natural na Pensilvânia em 1903 [03]. As reuniões mais importantes do início do século XX sobre medição de vazão ocorreram em Milão (1932), em Estocolmo (1934), em Helsinque (1939) e em Paris (1948), culminando na construção das principais normas internacionais de medidores de vazão na década de 60 [03].

Já em 1962 tem-se a publicação de um *paper review* sobre medidores críticos de vazão, mostrando as características destes medidores para a medição passiva de vazão com

escoamento bloqueado [09]. Neste trabalho encontra-se desde a teoria que envolve o escoamento crítico através de bocais, mostrando as importantes correções que devem ser feitas no caso dos escoamentos reais, até os dados de desempenho dos medidores em operação. Nos anos que se sucederam muitos trabalhos sobre medição de vazão, utilizando bocais sônicos, foram publicados na literatura, culminado na publicação das normas de bocais sônicos, com dimensões de garganta superiores a algumas unidades de milímetros, no final da década de 80 [09]. Os bocais sônicos com diâmetro de garganta superior a poucas unidades de milímetros foram padronizados oficialmente pela norma ASME-ANSI MFC-7M em 1987 [07] e pela norma ISO9300 em 1990 [08].

No início dos anos 90, pode ser encontrado um dos primeiros trabalhos sobre microfabricação de bocais, utilizando a técnica de litografia do silício desenvolvida pela indústria de microeletrônica [10]. Este trabalho mostra a microfabricação de bocais de nitreto de silício com gargantas de $3\mu\text{m}$ de diâmetro. A técnica de litografia do silício, utilizada na produção destes microbocais, consiste na transferência de padrões de uma máscara litográfica para a superfície do silício, que serve como molde para a fabricação dos microdispositivos. O molde de silício é removido após a etapa de deposição do nitreto de silício utilizado para fabricar os microbocais. Outras técnicas de microfabricação de bocais podem ser vistas nas referências [11 - 13]. Os trabalhos mostram a microfabricação de bocais de vidro com gargantas de 1 a $4\mu\text{m}$ e com gargantas de $180\mu\text{m}$, utilizando processos de moldagem do material [11, 13], de bocais de safira com gargantas de $80\mu\text{m}$, utilizando processos de corte com água em alta pressão [13], de bocais de latão com gargantas de $300\mu\text{m}$, utilizando processos de microusinagem [13] e de bocais com $20\mu\text{m}$ de diâmetro, utilizando processos de eletroformação de aço-inox [12].

No final da década de 90, mais precisamente no ano 2000, foi realizada uma edição de uma das mais importantes conferências internacionais de medidas de fluxo, a FLOMEKO (*International Conference on Flow Measurement*). Dentre os trabalhos apresentados nesta conferência, que se realizou na Bahia, encontram-se estudos preliminares sobre as características e testes de microorifícios e microbocais [14 - 16]. Também foram apresentados na conferência estudos sobre a influência de parâmetros geométricos e da rugosidade de microbocais no campo de escoamento [17, 18] e trabalhos teóricos que investigam os campos de escoamento através de microorifícios e de microbocais [19 - 22]. Na maioria dos trabalhos

experimentais apresentados, observa-se a busca por parâmetros, como por exemplo, o coeficiente de descarga dos microdispositivos e a faixa de número de Reynolds de operação. Estes parâmetros são determinados e posteriormente são relacionados com os dados padronizados nas normas conhecidas de bocais [07, 08]. Alguns resultados obtidos nos trabalhos apresentados mostraram algumas discrepâncias com os dados padronizados nas normas de bocais. Em geral a faixa de número de Reynolds para a operação dos microdispositivos, fabricados nos trabalhos apresentados, está abaixo ou próxima do limite inferior da faixa de operação publicada nas normas, o que dificulta a comparação com os dados padronizados. O coeficiente de descarga de alguns microdispositivos apresentados apresentou valores um pouco inferiores aos valores padronizados [15]. Uma das justificativas existentes para o aparecimento destas divergências pode estar relacionada com o fato dos dados obtidos estarem sendo comparados com dados padronizados para bocais com dimensões superiores. Estas discrepâncias podem ser justificadas também devido ao fato do processo de fabricação dos microbocais, que tenta reproduzir as geometrias padronizadas nas normas, ficar comprometido com a redução das dimensões dos dispositivos. Outro fator importante a ser considerado é que a redução das dimensões dos dispositivos pode provocar o aparecimento de fenômenos no campo de escoamento que não foram previstos nas normas de bocais com dimensões superiores. Acredita-se, com isto, que o caminho natural dos trabalhos será no sentido de elaborar uma nova norma de fabricação e de operação para o caso de bocais miniaturizados.

Devido ao fato de ocorrer uma redução na faixa de operação do número de Reynolds no caso de microdispositivos, encontram-se na literatura trabalhos sobre o fenômeno de bloqueio [23] e sobre a determinação da razão crítica de pressão de bloqueio para baixos números de Reynolds [24]. Os trabalhos evidenciam a faixa de operação de escoamento bloqueado e mostram que a razão crítica de pressão de bloqueio varia com o número de Reynolds e não depende do diâmetro da garganta do dispositivo. Este fato evidencia outra discrepância dos dados obtidos na operação de microdispositivos em relação aos dados padronizados nas normas de bocais, que mostra que a razão crítica de pressão varia com a razão de áreas dos dispositivos.

Diversos trabalhos sobre calibração de bocais críticos podem ser encontrados na literatura [13, 15, 25-31]. A maioria deles se refere a bocais com gargantas de algumas unidades de milímetros de diâmetro ou maiores. Os bocais críticos e medidores comuns de fluxo são

calibrados, utilizando várias configurações de sistemas de calibração. As bancadas de calibração podem apresentar medidores padrão de fluxo como também podem apresentar bocais padrão de medição para efetuarem o processo de calibração dos demais bocais e medidores de fluxo. A configuração das bancadas de calibração pode apresentar um medidor padrão [15, 16], vários medidores padrão [13], um bocal crítico padrão [25 - 27], vários bocais críticos padrão em série [28] ou em paralelo [29] e pode apresentar também medidores e bocais críticos padrão associados [30]. A referência [31] mostra considerações preliminares no uso industrial de bocais sônicos, ressaltando a importância do processo de calibração dos bocais e os aspectos de instrumentação na medida dos parâmetros de escoamento utilizando os bocais calibrados.

A calibração de bocais com gargantas de diâmetros submilimétricos pode ser vista nas referências [13, 32]. As bancadas de calibração utilizadas apresentam duas configurações. Uma das configurações apresenta medidores padrão de fluxo volumétrico e gravimétrico [13] e a outra apresenta a utilização de um bocal secundário de comparação [13, 32]. Os trabalhos não fornecem o coeficiente de descarga dos microbocais, mas fornecem outro parâmetro do dispositivo chamado de coeficiente do microbocal. O coeficiente de um bocal é dado pelo produto entre o coeficiente de descarga, a função crítica de escoamento e a área da garganta do bocal [05, 06, 40 - 49]. Os trabalhos mostram a dependência do coeficiente dos microbocais em função da variação de pressão, de temperatura e da umidade do fluido no campo de escoamento.

O processo de fabricação como também os de caracterização e de calibração de bocais, em dimensões submilimétricas, apresentam vários desafios no que diz respeito ao controle dos parâmetros de fabricação, a reprodutibilidade das características geométricas miniaturizadas e a instrumentação na medida dos parâmetros de escoamento quando da utilização dos microdispositivos. Por esta razão, tanto os processos de fabricação como os de caracterização e de calibração são ainda objetos de estudo na comunidade científica. É neste contexto que este trabalho se insere, onde é proposto um método original de microfabricação de bocais, utilizando diamante como material para fabricar os dispositivos.

Referências

- [01] P. W. May – “Diamond Thin Films: a 21st – Century Material”. Philosophical Transaction of the Royal Society of London Series A 358, 2000, 473-495.
- [02] C-M Ho and Y-C Tai - “Micro-Electro-Mechanical-Systems (MEMS) and Fluid Flows”. Annual Reviews of Fluid Mechanics 30, 1998, 579-612.
- [03] G. J. Delméc – “Manual de Medição de Vazão”. Editora Edgard Blücher LTDA, São Paulo, 1999.
- [04] G. A. Tokaty – “A History and Philosophy of Fluid Mechanics”. Dover Publications Inc., New York, 1971.
- [05] J. D. Anderson, Jr. – “Modern Compressible Flow”. McGraw-Hill Inc., New York, 1990.
- [06] R. Fox and A. McDonald - “Introdução à Mecânica dos Fluidos”. Editora LTC – Livros Técnicos e Científicos S.A., Rio de Janeiro, 1998.
- [07] ASME-ANSI MFC-7M-1987 – “Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles”. The American Society of Mechanical Engineers, New York, 1987.
- [08] ISO9300 – “Measurement of gas flow by means of critical flow Venturi nozzles”. International Organization for Standardization, Switzerland, 1990.
- [09] B. T. Arnberg – “Review of critical flowmeters for gas measurements”. ASME Journal of Basic Engineering , 1962, 447-460.

- [10] M. M. Farooqui and G. R. Evans - "Microfabrication of Submicron Nozzles in Silicon Nitride". *Journal of Microelectromechanical Systems* (4) 2, 1992, 86-88.
- [11] J. Braun, P. K. Day, J. P. Toennies, G. Witte and E. Neher - "Micrometer-sized nozzles and skimmers for the production of supersonic He atom beams". *Review Science Instruments* 68 (8), 1997, 3001-3009.
- [12] C. L. Kuo, T. Masuzawa and M. Fujino - "High-Precision Micronozzle Fabrication". *Proceedings of Micro Electro Mechanical Systems, Germany, 1992*, 116-121.
- [13] N. Bignell - "Using small sonic nozzles as secondary flow standards". *Flow Measurement and Instrumentation*, 11, 2000, 329-337.
- [14] K. A. Park, Y. M. Choi, H. M. Choi, T. S. Cha and B. H. Yoon - "Characteristics of Small Sonic Nozzles". *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.
- [15] K. Kawakita and M. T. Pereira - "Experimental Investigation on Critical Flow Through Microorifices and Capillaries". *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.
- [16] S. Silva, K. Kawakita, M. T. Pereira, M. Cattani and M. C. Salvadori - "Manufacture of Diamond Sonic Micronozzles". *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.
- [17] E. Von Lavante, A. Zachcial, D. Zeitz, B. Nath and H. Dietrich - "Effects of Various Geometric Parameters on Flow Behaviour in Sonic Nozzles". *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.
- [18] G. Wendt and E. Von Lavante - "Influence of Surface Roughness on the Flowrate Behaviour of Small Critical Venturi Nozzles". *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.

- [19] E. Von Lavante, M. Ishibashi and G. Wendt – “Investigation of Flowfields in Small Sonic Venturi-Nozzles”. International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000), Salvador, Brazil, 2000.
- [20] P. J. S. Jabardo and K. Kawakita – “Numerical Study of Critical Flow in Small Orificies”. International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000), Salvador, Brazil, 2000.
- [21] P. Schley, E. Von Lavante, D. Zeitz, M. Jaeschke, H. Dietrich and B. Nath – “Simulation of Critical Nozzle Flow Considering Real Gas Effects”. International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000), Salvador, Brazil, 2000.
- [22] J. P. Vallet, C. Windenberger, F. Vulovic and R. Bouard – “Improvement of Thermodynamic Calculations Used for the Flow Rate of Sonic Nozzles”. International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000), Salvador, Brazil, 2000.
- [23] S-I Nakao and M. Takamoto – “Choking phenomena of sonic nozzles at low Reynolds numbers”. Flow Measurement and Instrumentation, 11, 2000, 285-291.
- [24] K. A. Park, Y. M. Choi, H. M. Choi, T. S. Cha and B. H. Yoon – “The evaluation of critical pressure ratios of sonic nozzles at low Reynolds numbers”. Flow Measurement and Instrumentation, 12, 2001, 37-41.
- [25] M. Hayakawa, Y. Ina, Y. Yokoi, M. Takamoto and S-I Nakao – “Development of a transfer standard with sonic Venturi nozzles for small mass flow rates of gases”. Flow Measurement and Instrumentation, 11, 2000, 279-283.
- [26] M. Ishibashi, M. Takamoto, Y. Nakao, L. Watanabe, Y. Yokoi and Y. Ina - “Calibration of Critical Nozzles by Critical Nozzles”. FLOMEKO'98 (Proceedings 9th International Conference on Flow Measurement), Kista, Sweden, 1998, 31-36.
- [27] H. Dietrich, B. Nath, E. V. Lavante, M. Jaeschke, P. Schley and H. -J. Hotze – “Flow Calibration with Sonic Nozzles in High Pressure Natural Gas”. International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000), Salvador, Brazil, 2000.

- [28] M. Ishibashi and M. Takamoto – “Methods to calibrate a critical nozzle and flowmeter using reference critical nozzles”. *Flow Measurement and Instrumentation*, 11, 2000, 293-303.
- [29] M. T. Pereira and V. Ruis - “The Use of a Sonic Nozzle Package as a Mobile Calibration Equipment”. *FLOMEKO'98 (Proceedings 9th International Conference on Flow Measurement)*, Kista, Sweden, 1998, 321-325.
- [30] L. Casciny and N. M. Taira – “Divided Flow Technique for the Calibration of Gasflowmeters”. *International Conference on Flow measurement (FLOMEKO 2000)*, Salvador, Brazil, 2000.
- [31] B. T. Miralles – “Preliminary considerations in the use of industrial sonic nozzles”. *Flow Measurement and Instrumentation*, 11, 2000, 345-350.
- [32] N. Bignell – “Comparison techniques for small sonic nozzles”. *Flow Measurement and Instrumentation*, 07, 1996, 109-114.
- [33] M. Seal - “The Current Status of CVD Diamond Applications and Prospects for the Future”. *Applications of Diamond Films and Related Materials: Third International Conference*, Gaithersburg, USA, 1995, 3-10.
- [34] K. E. Spear - “Diamond – Ceramic Coating of the Future”. *American Ceramic Society* 72 (2), 1989, 171-191.
- [35] R. F. Davis – “Diamond Films and Coatings”. Noyes Publications, 1993.
- [36] E. Kohn, M. Adamschik, P. Schmid, A. Denisenko, A. Aleksov and W. Ebert – “Prospects of Diamond Devices”. *Journal of Physics D : Applied Physics* 34, 2001, R77-R85.
- [37] S. Silva, M. C. Salvadori, K. Kawakita, M. T. Pereira, W. Rossi and M. Cattani – “Fabrication of diamond flow controller micro-nozzles”. Accepted to be published in *Diamond and Related Materials*, November, 2001.

- [38] S. Silva, M. C. Salvadori, K. Kawakita, M. T. Pereira, R. M. Galvão and M. Cattani – “Diamond flow controller microtubes”. Accepted to be published in Journal of Micromechanical and microengineering, November, 2001.
- [39] P. W. May, C. A. Rego, R. M. Thomas, M. N. R. Ashfold and K. N. Rosser – “CVD diamond wires and tubes”. Diamond and Related Materials 3, 1994, 810-813.
- [40] M. S. D. Cattani - “Elementos de Mecânica dos Fluidos”. Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo, 1990.
- [41] F. M. White – “Viscous Fluid Flow”. McGraw-Hill Inc., Rhode Island, 1991.
- [42] M. A. Saad – “Compressible Fluid Flow”. Prentice-Hall Inc., New Jersey, 1995.
- [43] H. W. Liepmann and A. Roshko – “Elements of Gasdynamics”. John Wiley & Sons Inc., New York, 1957.
- [44] I. H. Shames - “Mecânica dos Fluidos”. Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo, 1994.
- [45] A. Shapiro - “The Dynamics and Thermodynamics of Compressible Fluid Flow”. John Wiley & Sons Inc., New York, 1953.
- [46] P. A. Thompson - “Compressible-Fluid Dynamics”. Advanced Engineering Series, Irving H. Shames-Consulting Editor, 1988.
- [47] V. L. Streeter, E. B. Wylie and K. W. Bedford – “Fluid Mechanics”. McGraw-Hill Inc., Michigan, 1998.
- [48] J. D. Anderson, Jr. – “Computacional Fluid Dynamics”. McGraw-Hill Inc., New York, 1995.
- [49] B. K. Hodge and K. Koenig – “Compressible Fluid Dynamics with Personal Computer Applications”. Prentice-Hall Inc., New Jersey, 1995.
- [50] J. B. Russell – “Química Geral”. McGraw-Hill Inc., São Paulo, 1982.

- [51] R. Wiesendanger – “Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy”. Cambridge University Press, Cambridge, 1994.
- [52] A. J. Melmed – “The art and science and other aspects of making sharp tips”. *Journal Vacuum Science Technology B* 9 (2), 1991, 601-608.
- [53] Y-G. Kim, E-H. Choi, S-O. Kang and G. Cho – “Computer-Controlled Fabrication of Ultra-Sharp Tungsten Tips”. *Journal of Vacuum Science and Technology B* 16(4), 1998, 2079-2081.
- [54] J. P. Ibe, P. P. Bey Jr., S. L. Brandow, R. A. Brizzolara, N. A. Burnham, D. P. DiLella, K. P. Lee, C. R. K. Marrian and R. J. Colton – “On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy”. *Journal Vacuum Science Technology A* 8 (4), 1990, 3570-3575.
- [55] L. Libioulle, Y. Houbion and J. M. Gilles – “Very sharp gold and platinum tips to modify gold surfaces in scanning tunneling microscopy”. *Journal Vacuum Science Technology B* 13 (3), 1995, 1325-1331.
- [56] H. Lemke, T. Göddenhenrich, H. P. Bochem, U. Hartmann and C. Heiden – “Improved microtips for scanning probe microscopy”. *Review Science Instruments* 61 (10), 1990, 2538 – 2541.
- [57] F. W. Sears and M. W. Zemansky – “Física”. Editora LT - Livro Técnico LTDA, Rio de Janeiro, 1959.
- [58] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin – “Solid State Physics”. International Editions, Saunders College, 1976.
- [59] C. L. Fritzen – “Estudo da nucleação do diamante obtido por deposição química de vapor”. Tese de Doutorado, UFRGS, 1996.

- [60] M. S. Dresselhaus – “Future directions in carbon science”. *Annual Reviews of Materials Science* 27, 1997, 1-34.
- [61] S. Iijima, Y. Aikawa and K. Baba – “Early formation of chemical vapor deposition diamond films”. *Applied Physics Letters* 57 (25), 1990, 2646-2648.
- [62] R. C. Mendes de Barros, E. J. Corat, N. G. Ferreira, T. M. de Souza, V. J. Trava-Airoldi, N. F. Leite and K. Ilha – “Dispersion liquid properties for efficient seeding in CVD diamond nucleation enhancement”. *Diamond and Related Materials* 5, 1996, 1323-1332.
- [63] M. C. Salvadori, V. P. Mammana, O. G. Martins e F. T. Degaspero – “Plasma-assisted chemical vapor deposition in a tunable microwave cavity”. *Plasma Sources Science and Technology* 4, 1995, 489-493.
- [64] K. Washio – “Neodymium-doped solid-state lasers and their applications to materials processing”. *Materials Chemistry and Physics* 31, 1992, 57-66.
- [65] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, A. D. Roming Jr., C. E. Lyman, C. Fiori and E. Lifshin – “Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis”. Plenum Editions, 1992.
- [66] K. Kawakita – “Estudo Sobre Escoamentos Críticos em Microrifícios e Capilares”. Tese de doutoramento, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1999.
- [67] L. C. Feldman and J. W. Mayer – “Fundamentals of surface and thin film analysis”. Noth-Holland, (1986).
- [68] C. T. Kuo, C. R. Lin and H. M. Lien – “Origins of the Residual Stress in CVD Diamond Films”. *Thin Solid Films* 290-291, 1996, 254-259.
- [69] A. M. Pizzo Passaro, M. C. Salvadori, D. R. Martins and M. Cattani – “Fidelity of Diamond Replica on Silicon Substrate”. *Thin Solid Films* 377-378, 2000, 285-9.

[70] J. H. Vuolo – “Fundamentos da Teoria de Erros”. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1996.

[71] R. S. Blewer – “Tungsten and Other Refractory Metals for VLSI Applications”. Materials Research Society Publications, Pennsylvania, 1986.

[72] S. Silva, M. C. Salvadori, K. Kawakita, M. T. Pereira, R. M. Galvão and M. Cattani – “Diamond flow controller microtubes”. Journal of Micromechanical and Microengineering 12, 2002, 108-110.

[73] S. Silva, M. C. Salvadori, K. Kawakita, M. T. Pereira, W. Rossi and M. Cattani – “Fabrication of diamond flow controller micronozzles”. Diamond and Related Materials 11, 2002, 237-241.

Diamond flow controller microtubes

S Silva¹, M C Salvadori¹, K Kawakita², M T Pereira²,
R M Galvão¹ and M Cattani¹

¹ Institute of Physics, University of São Paulo, CP 66318, CEP 05315-970, São Paulo, SP, Brazil

² Institute for Technological Research (IPT), Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brazil

Received 6 April 2001, in final form 29 October 2001

Published 18 February 2002

Online at stacks.iop.org/JMM/12/108

Abstract

In this paper, we report on diamond microtubes that have been manufactured to work as flow controllers in choking conditions. Tungsten wires are used as moulds to make the diamond microtubes. A continuous diamond film has been deposited by chemical vapour deposition, and acid etching of the tungsten has been performed to remove the mould and to obtain cylindrical diamond microtubes. The flow measurements clearly show the choking conditions.

1. Introduction

In micromachining technology, a fast evolution of integrating technology to microelectronics systems is being promoted, enlarging the field applications of the devices, which are called microelectromechanical systems (MEMS) [1]. The manufacture of engines, valves, field-emission devices, probes for optical microscopy, high-resolution ink-jet printing heads, fluidic systems, etc, in the submillimetre range, shows the possibilities for applications [1–8]. Among the microfluidic systems, we can find restriction elements such as critical orifice nozzles and tubes that control flows and their measurements.

Tubes operating under critical sonic conditions allow the precise control of flows with the advantages that there are no moving parts in these devices, which avoids wear effects, and there is no flow thermal perturbation. Another important feature is the strategic choice of the material with which to manufacture the microtubes. Diamond is an excellent material for manufacturing tubes [9] because of its hardness ($1.0 \times 10^6 \text{ kg cm}^{-2}$), low thermal expansion ($1.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), high thermal conductivity ($20 \text{ W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$) and chemical inertness [10]. The hardness is responsible for mechanical stability, the low thermal expansion guarantees the stability of the opening size for a large temperature range, the high thermal conductivity allows a precise temperature control, and the chemical inertness permits use of the device in corrosive environments.

In this paper, we report on diamond microtubes that have been manufactured to work as flow controllers in choking conditions [11, 12]. We show that critical choking conditions are obtained in air-flow measurements.

2. Experimental procedures

The method used to fabricate the diamond microtube is based on replicas [13] obtained from wire moulds [9]. In this

technique, we use tungsten wires, with diameters of $500 \mu\text{m}$, which have micrometric longitudinal grooves on the surface, due to the fabrication method.

A polycrystalline diamond film is grown around the wire using a plasma-assisted chemical vapour deposition (CVD) system. A description of our equipment can be found in [14]. A piece of wire, with a length of about 35 mm, is placed on a graphite ring. Only the ends of the wire remain in contact with the graphite ring, so that most of the wire length lies inside the plasma during the deposition.

The wire is pre-treated to improve the diamond film nucleation. In order to do this, it is immersed in an ultrasonic bath containing water, alcohol and diamond powder (with a grain size of $1 \mu\text{m}$) for 5 min. Then it is dried in air in a vertical position and a brush is used to homogenize the diamond powder distribution on the wire surface.

The following diamond growth parameters have been used: 300 sccm hydrogen flow rate; 3 sccm methane flow rate (1 vol% methane in hydrogen); 80 Torr chamber pressure; $850 \text{ }^\circ\text{C}$ substrate temperature; nominal 850 W microwave power; 24 h growth time.

The tungsten wire, covered with a polycrystalline diamond film, is cut into pieces of 5 mm length, using a high power laser. Note that the ends of the wire, which rest on the graphite ring, are rejected. Each piece of wire, covered with the diamond film, is surrounded with beeswax. In this process, it is important to keep the tungsten wire ends exposed, in order to be etched. The tungsten etching is performed, at room temperature, with a mixture of hydrofluoric acid and nitric acid, in a volume ratio of 1:1. The etching time etching is 24 h.

The characterization of the microtubes as flow controllers has been performed using air in two different experimental settings. In the first setting (the low-pressure condition), we

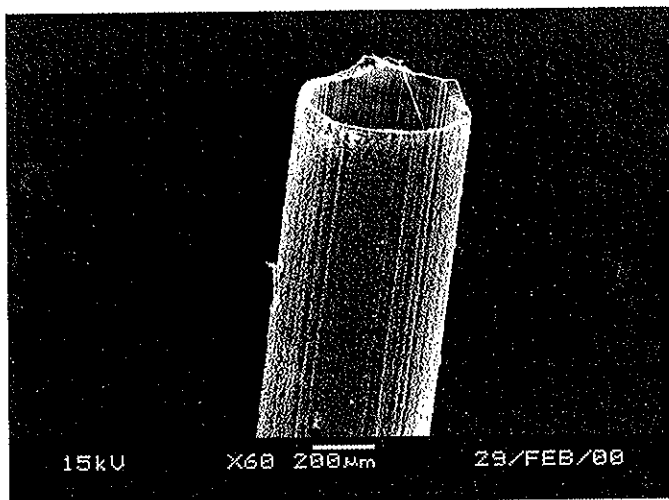


Figure 1. Free-standing diamond microtube with a diameter of $500\ \mu\text{m}$ and a length of $5\ \text{mm}$.

have used atmospheric pressure at the inlet and at the outlet the pressure ranged from 10 to 100 kPa. In the second setting (the high-pressure condition), we have used atmospheric pressure at the outlet and at the inlet the pressure ranged from 100 to 800 kPa. We have measured the air pressure and temperature in the inlet and only the pressure in the outlet. As will be seen in section 3, the samples were tested under choking conditions [11, 12] and the data were described in curves of volumetric flow rate ($\text{cm}^3\ \text{min}^{-1}$) as a function of the pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$, where P_{in} is the inlet pressure and P_{out} is the outlet pressure. Note that the volumetric flow rate is the gas volume per minute at the inlet pressure P_{in} (it is not sccm).

3. Results and discussion

The technique described above has been successfully applied to obtain self-standing diamond microtubes. The results are presented in this section. As pointed out above, the tungsten wires were pre-treated with diamond powder. The powder distribution was homogeneous enough to produce a good diamond nucleation, generating a continuous film. The CVD deposition generates a polycrystalline film with faceted microcrystals with sizes between $5\text{--}10\ \mu\text{m}$.

The diamond-coated tungsten wire was cut with a high-power laser. The resulting diamond tubes have a perfect inner cylindrical symmetry and the thickness of the walls ranges from 25 to $45\ \mu\text{m}$.

Figure 1 presents part of a free-standing diamond microtube with a diameter of $500\ \mu\text{m}$ and a length of $5\ \text{mm}$. In this figure, it is possible to observe the roughness of the internal surface of the microtube, due to the grooves of the tungsten wire. Using an atomic force microscope (AFM), this roughness was found to be around $210\ \text{nm}$. Its morphology shows that it is a perfect replica of the tungsten wire. At least $24\ \text{h}$ of acid etching was necessary to completely remove the tungsten wire inside the microtube.

Actually, as mentioned in section 2, before the acid etching, the microtube was surrounded with beeswax, since it is chemically inert. This was done to protect mechanically the delicate diamond tube during and after the etching. The

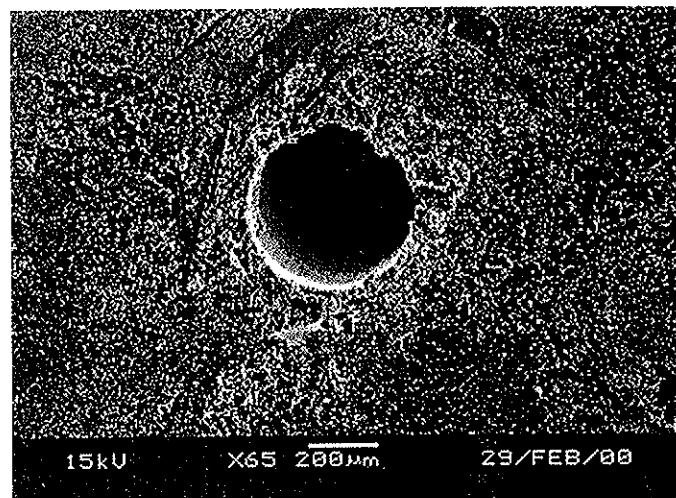


Figure 2. Diamond microtube surrounded with beeswax after tungsten etching.

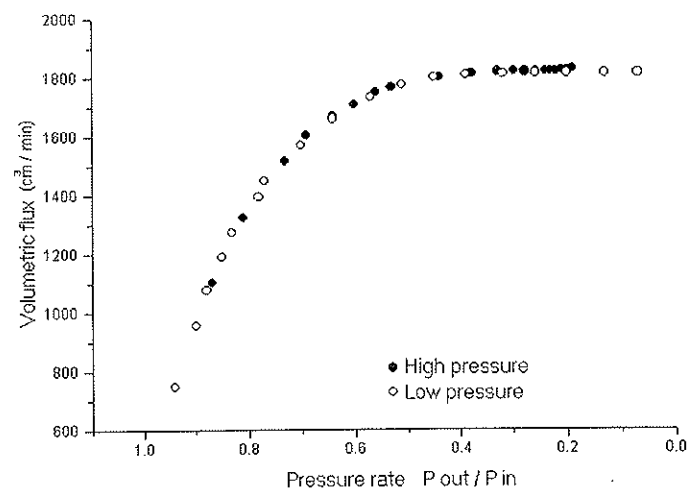


Figure 3. The volumetric flux ($\text{cm}^3\ \text{min}^{-1}$) as a function of the pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$, where P_{out} is the outlet pressure and P_{in} is the inlet pressure.

opening part of the diamond microtube, surrounded with beeswax, after tungsten etching, is showed in figure 2. We see that the beeswax completely surrounds the area around the microtube entrance. It is important to note that the beeswax does not create tensions over the diamond microtube, which avoids breaking, and it is adequate to be inserted into a testing gas line, avoiding leaks.

As mentioned before, these microtubes have been manufactured in order to work as flow controllers in choking conditions [11, 12]. The characterization of the microtubes as flow controllers has been performed in two different cases, low pressure and high pressure, as described in the experimental procedures. In figure 3 we present the volumetric flux ($\text{cm}^3\ \text{min}^{-1}$) as a function of the pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$, where P_{out} is the outlet pressure and P_{in} is the inlet pressure. Note that the volumetric flux is the gas volume, at the inlet pressure (P_{in}), per minute (it is not sccm). As is well known [11, 12], the choking condition is defined when the volumetric flux is constant for a pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$ larger than a critical value. As is clearly seen, the choking conditions are obeyed, in both cases (low and high pressures), for a value of $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$ of around 0.5 .

Taking into account the microtube dimensions, the air temperatures (around 300 K) and pressures in our experimental conditions, we can easily verify, using the well-known fluid mechanics approach [11, 12], that the gas flow is described by a 'flow with friction' where slip-flow boundary effects are negligible [15].

4. Conclusions

Cylindrical diamond flow controller microtubes have been manufactured, using tungsten wires as moulds to deposit diamond films by CVD. In this paper, we have presented diamond microtubes with a length of 5 mm and a diameter of 500 μm . Using wires with smaller diameters could reduce the diameter of the microtubes. We have observed that the inner surface of the diamond microtubes is a perfect replica of the wire surface, reproducing the grooves due to its fabrication method. Critical choking conditions, obtained in air-flow measurements, have shown that the microtube devices can be used as flow controllers.

Acknowledgments

We are grateful to the 'Centro de Laser e Aplicações (CLA) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares' and to the 'Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS' (LME-LNLS). We also thank FAPESP and CNPq, for financial support, and Dr Angela M Pizzo, for the AFM roughness measurements.

References

- [1] Ho C-M and Tai Y-C 1998 Micro-electro-mechanical-systems (MEMS) and fluid flows *Annu. Rev. Fluid Mech.* **30** 579
- [2] Farooqui M M and Evans A G R 1992 Microfabrication of submicron nozzles in silicon nitride *J. Microelectromech. Syst.* **1** 86
- [3] Morrish A A, Glesener J W, Fehrenbacher M, Pehrsson P E, Maruyama B and Natishan P M 1994 Diamond tubes and fibers *Diam. Relat. Mater.* **3** 173
- [4] Ameel T A, Wang X M, Barron R F and Warrington R O 1997 Laminar forced convection in a circular tube with constant heat flux and slip flow *Microscale Thermophys. Eng.* **1** 303
- [5] Chen J K and Wise K D 1997 A high-resolution silicon monolithic nozzle array for inkjet printing *IEEE Trans. Electron Devices* **44** 1401
- [6] Hoffman W P, Phan H T and Wapner P G 1998 The far-reaching nature of microtube technology *Mater. Res. Innov.* **2** 87
- [7] Ghiaasiaan S M and Laker T S 2001 Turbulent forced convection in microtubes *Int. J. Heat Mass Transfer* **44** 2777
- [8] Tunc G and Bayazitoglu Y 2001 Heat transfer in microtubes with viscous dissipation *Int. J. Heat Mass Transfer* **44** 2395
- [9] May P W, Rego C A, Thomas R M, Ashfold M N R and Rosser K N 1994 CVD diamond wires and tubes *Diam. Relat. Mater.* **3** 810
- [10] Seal M 1995 The current status of CVD diamond applications and prospects for the future *Applications of Diamond Films and Related Materials: 3rd Int. Conf.* (Gaithersburg, USA) pp 3-10
- [11] Fox R W and McDonald A T 1981 *Introduction to Fluid Mechanics* (New York: Wiley)
- [12] Anderson Jr J D 1990 *Modern Compressive Flow* (New York: McGraw-Hill)
- [13] Pizzo Passaro A M, Salvadori M C, Martins D R and Cattani M 2000 Fidelity of diamond replica on silicon substrate *Thin Solid Films* **377-378** 285
- [14] Salvadori M C, Mammana V P, Martins O G and Degasperis F T 1995 Plasma-assisted chemical vapor deposition in a tunable microwave cavity *Plasma Sources Sci. Technol.* **4** 489
- [15] Weng C I, Li W L and Hwang C C 1999 Gaseous flow in microtubes at arbitrary knudsen numbers *Nanotechnology* **10** 373

Fabrication of diamond flow controller micronozzles

S. Silva^a, M.C. Salvadori^{a,*}, K. Kawakita^b, M.T. Pereira^b, W. Rossi^c, M. Cattani^a

^a*Institute of Physics, University of São Paulo, C.P.66318, CEP: 05315-970, São Paulo, SP, Brazil*

^b*Institute for Technological Research (IPT), Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brazil*

^c*Laser Center and Applications, Institute of Energetic and Nuclear Research, Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brazil*

Received 8 June 2001; received in revised form 24 August 2001; accepted 11 November 2001

Abstract

In this work we show how to manufacture diamond sonic micronozzles. The advantage in using diamond to fabricate the micronozzles, compared with other materials, is that it is the hardest material known, has low thermal expansion, thermal conductivity is very high and it is chemically inert. In our process, tungsten wires, used as molds, have been fabricated by using an electrochemical etching process. These molds have been coated with diamond films by Chemical Vapor Deposition. By a wet etching, the tungsten mold was removed, obtaining the micronozzle. Flow measurements have shown that the diamond micronozzles work as passive flow controllers and flowmeters under choking conditions. © 2002 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: Diamond; Micronozzle; Sonic flow; Flow controller

1. Introduction

The flow metrology was an active research area during the second part of the 20th century. This area promoted a great knowledge to the operation principles of many fluid flowmeters. Micromachining techniques were used to fabricate flowmeters to measure small flow rates, to be used in several industrial and scientific activities [1].

The small restriction elements, such as critical orifice nozzles, can control the flow rates, allowing their use as critical passive flow controllers and flowmeters [2]. The nozzles have the advantage that there are no moving parts, avoiding wear effects and thermal perturbation. In this work we show how to manufacture diamond micronozzles. Flow measurements have shown that they work as passive flow controllers and flowmeters under choking conditions. The strategical choice of the material used to fabricate the nozzles is an important feature to achieve interesting properties. Diamond is an excellent material for manufacturing nozzles due to its hardness (1.0×10^6 kg/cm²), low thermal expansion (1.1×10^{-6}

K⁻¹), high thermal conductivity (20 W/cm K) and chemical inertness [3]. The hardness is responsible for mechanical stability, and low thermal expansion guarantees the stability of the opening size and throat diameter for a large temperature range. The high thermal conductivity allows a precise temperature control and the chemical inertness permits the device use in corrosive environments.

The flow rate, in micronozzles and microtubes, can be controlled and measured under choking conditions [2] that occur when the gas flow velocity in the throat nozzle is equal to the speed of sound. In these conditions, the flow rate can be controlled and measured, determining the inlet pressure and temperature in despite of the outlet pressure and temperature.

2. Experimental procedures

A method for producing diamond structures by the replication of molds has been used before by others [4–6]. More specifically the production of diamond tubes using tungsten wires as a mold had been described by May et al. [4]. The production of diamond microtubes, used as a flow controller and flowmeter, is described by Silva et al. [7]. In this work we used a method somewhat

* Corresponding author. Tel.: +55-11-3818-6857; fax: +55-11-3818-6749.

E-mail address: mcsalvadori@if.usp.br (M.C. Salvadori).

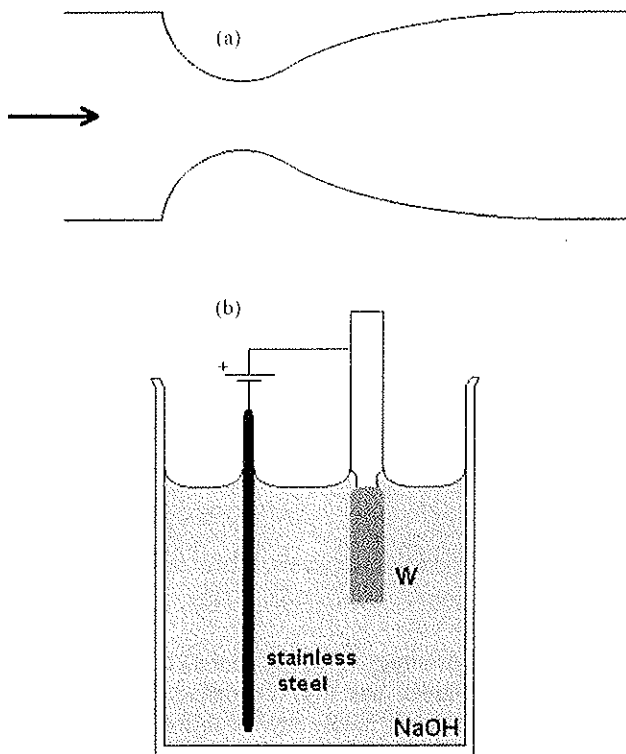


Fig. 1. (a) Typical nozzle convergent–divergent shape. (b) Scheme of the electrolytic cell for tungsten etching.

similar to those mentioned above, but now aiming the production of diamond micronozzle.

The molds utilized in this fabrication technique consist of tungsten wires with initial diameter of approximately 500 μm . The idea is to etch the wires, obtaining for them a convergent–divergent geometry. In Fig. 1a, a typical nozzle shape obtained in this paper is shown schematically.

Our electrochemical etching process follows those commonly adopted to make sharp tips for Scanning Tunneling Microscopy (STM) [8–11]. A scheme of the etching apparatus can be seen in Fig. 1b, where a NaOH

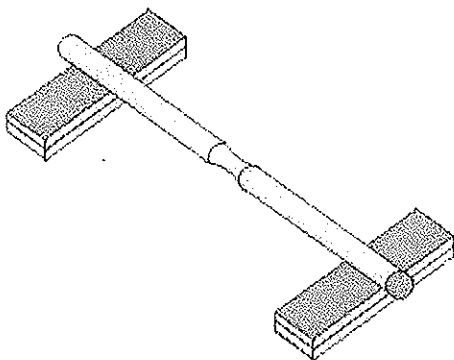
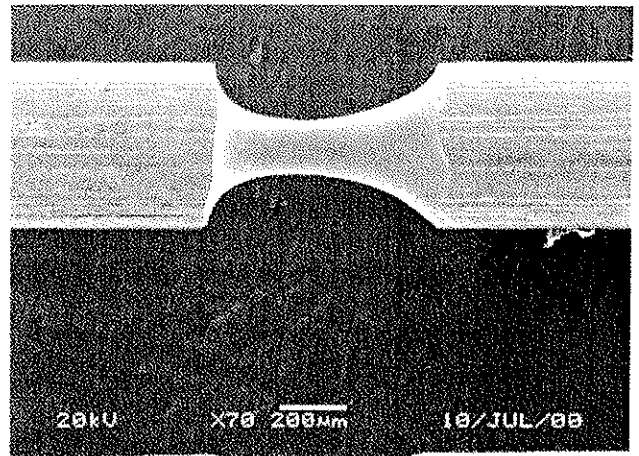
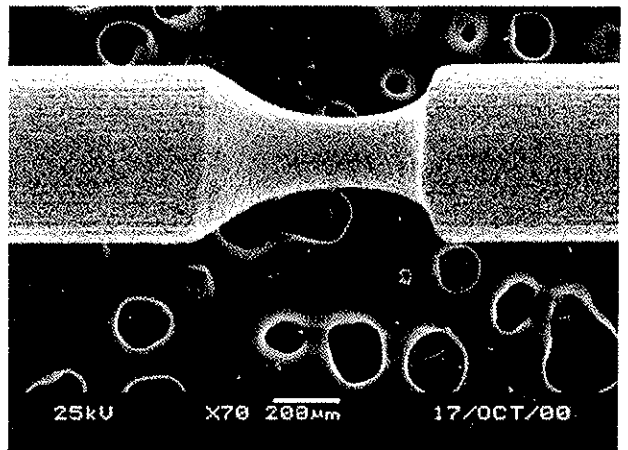


Fig. 2. 20-mm length tungsten wire, supported by two silicon pieces over the sample holder of the CVD system.



(a)



(b)

Fig. 3. (a) Convergent–divergent nozzle shape around the tungsten wire with 217- μm throat diameter. (b) Micrograph of a nozzle shape tungsten mold coated with continuous diamond film.

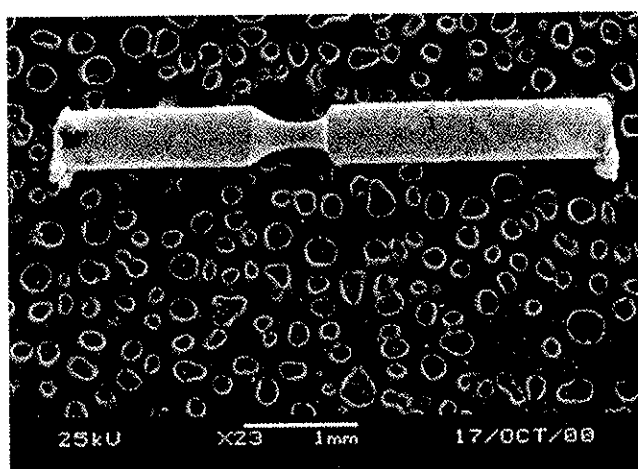
solution was used. In the electrolytic cell, the tungsten wire was the anode and a stainless steel rod was the cathode. The stainless steel rod had a 5-mm diameter and 75-mm length. The distance between cathode and anode was approximately 30 mm. The volume of the NaOH solution was 400 ml, the applied potential was 10 V, the immersed wire length was 20 mm and the etching time ranging from 5 to 20 min.

In order to avoid a uniform corrosion of the immersed wire, part of it was masked by painting with an etch resistant material (acetate). In this way, only a small area of the wire was exposed to the etching solution. This small area of the wire in contact with the solution was etched, producing the nozzle shape. The etching time was controlled in order to obtain the desired throat dimension. In this way we achieve the convergent–divergent shape for the tungsten wire molds.

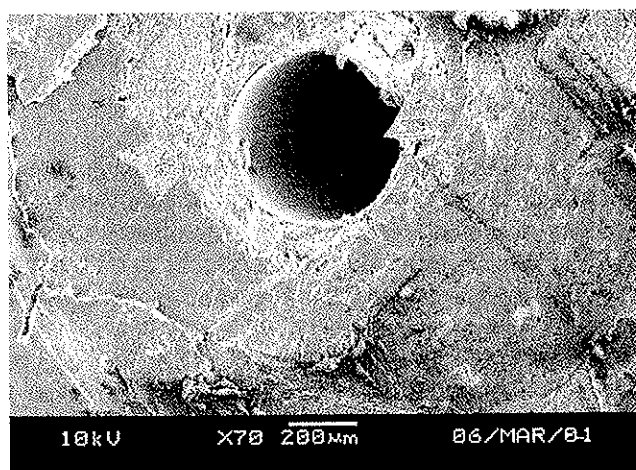
In the next step, the surface of the nozzle-shaped wire was treated to improve the diamond nucleation. In order to do this, it was immersed in an ultrasonic bath

Table 1
Dimensions and correlated parameters of the samples

Samples	Length (L) (μm)	Initial diameter (D), (μm)	Throat diameter (d_t) (μm)	Ratio (D/d_t)	Area ratio ($A/A_t = D^2/d_t^2$)	Ratio (L/d_t)
Tube	5000	500	–	–	–	–
Nozzle 1	5000	500	480	1.0	1.1	10.4
Nozzle 2	5000	500	293	1.7	2.9	17.1
Nozzle 3	5000	500	217	2.3	5.3	23.0



(a)



(b)

Fig. 4. (a) Tungsten mold with the diamond coating already cut with laser. (b) The inlet of the diamond micronozzles involved in beeswax.

Table 2
Critical properties of the four samples

Samples	Critical pressure ratio (P_{out}^c/P_m)	Critical flow rate (cm^3/min)
Tube	0.5	1813
Nozzle 1	0.6	1557
Nozzle 2	0.6	627
Nozzle 3	0.6	319

containing water, alcohol and diamond powder (grain size of $1 \mu\text{m}$), for 5 min. Then it was dried in air, in vertical position and a brush was used to homogenize the diamond powder distribution on the wire surface.

After that, the diamond deposition was performed, using a plasma assisted Chemical Vapor Deposition (CVD) system [12]. We coated 20-mm lengths of tungsten wires with polycrystalline diamond film, supporting the wire with two silicon pieces, according to Fig. 2, over the sample holder of the CVD system. Note that, in this way, the tungsten wire is about 0.8 mm from the holder. The diamond growth parameters were 300 sccm hydrogen flow rate, 3 sccm methane flow rate, 90 torr chamber pressure, 850°C substrate temperature, 850 W microwave power and 24 h growth time.

The tungsten wires coated with polycrystalline diamond film were cut using a neodymium laser. The wires were cut to 5 mm in length, with the nozzle shape approximately in the center. The cutting parameters were 0.6 J energy pulse, 0.4 ms timing length, 119 Hz repetition rate, 300 mm/min cutting velocity, $150 \mu\text{m}$ beam diameter and O_2 was used as working gas.

Each wire piece, coated with diamond, was involved in beeswax with the ends of the tungsten wire exposed to be etched. The tungsten was etched using a mixture of hydrofluoric acid and nitric acid, in a volume ratio of 1:1, at room temperature, in 24 h. In this way, we got diamond micronozzles, involved in beeswax, that work as a matrix support.

We have prepared four samples in this paper: three diamond micronozzles, with different throat diameters and one diamond microtube. The diamond microtube fabrication was performed with similar techniques used for the micronozzles [4,7]. The dimensions and correlated parameters of the samples are summarized in Table 1.

The samples characterization as flow controllers has been performed using air in two different experimental settings. In the first one (low-pressure condition), we had atmospheric pressure at the inlet and at the outlet pressure ranged from 10 to 100 kPa. In the second case (high-pressure condition), we had atmospheric pressure at the outlet and at the inlet the pressure ranged from 100 to 800 kPa. We have measured the air pressure and temperature in the inlet and only the pressure in the

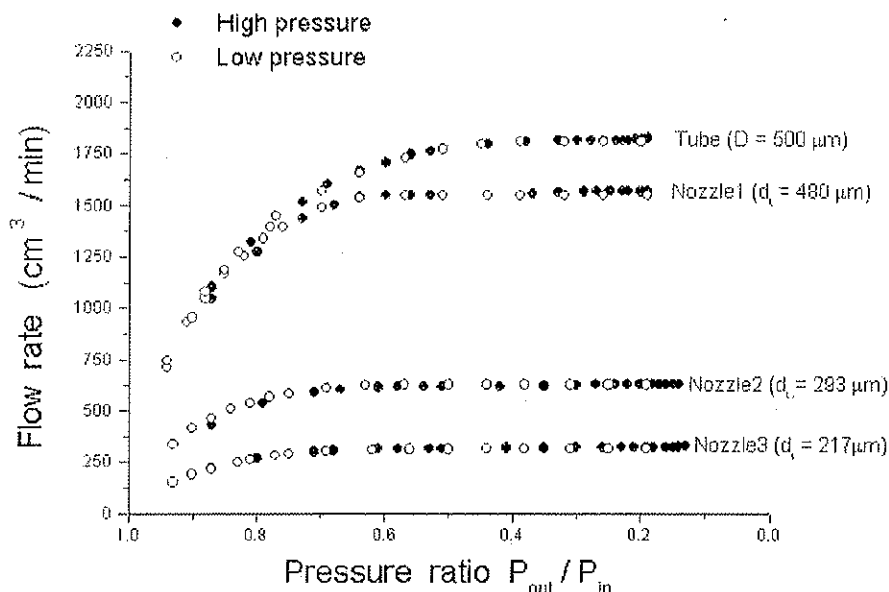


Fig. 5. Curves of the volumetric flow rate as a function of pressure ratio for the microtube and the nozzles.

outlet. The samples were tested under choking conditions and the data were described in curves of volumetric flow rate (cm^3/min) as a function of the pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$, where P_{in} is the inlet pressure and P_{out} is the outlet pressure. Note that the volumetric flow rate is the gas volume, at the inlet pressure (P_{in}), per minute (it is not sccm).

3. Results and discussion

3.1. Nozzles fabrication

The nozzle shape was successfully obtained, submitting the tungsten wires to an electrochemical etching process. In Fig. 3a typical convergent–divergent nozzle shape is shown. In this figure, it is possible to see grooves on the tungsten wire surface, due to its fabrication method. However, from Fig. 3a again, we verify that the nozzle surface region is smoother, due to the etching process. The tungsten surface roughness, measured by atomic force microscopy was found to be 270 nm in the grooved region.

Fig. 3b shows a micrograph of a tungsten wire mold coated with continuous diamond film. The polycrystalline film presents faceted diamond crystals with grain sizes from 5 to 10 μm . It is possible to observe that the diamond film is continuous, covering completely the tungsten mold surface.

In Fig. 4a diamond coated tungsten mold is shown, already cut with laser. In this figure, it is possible to observe melted tungsten in the cut regions.

Then, the tungsten mold was involved in beeswax and it was etched, using a mixture of hydrofluoric acid and nitric acid. In Fig. 4b the inlet of the obtained

diamond micronozzles is presented. The diamond walls of the micronozzles do not have a uniform thickness [7], having approximately 25 μm in the thinner region and approximately 45 μm in the thicker region. In spite of this, it is important to note that, the inner cylindrical convergent–divergent symmetry of the nozzle is maintained, according to Fig. 1a.

3.2. Flow characterization

The nozzles and the microtube have been manufactured in order to work as passive flow controllers and flowmeters in choking conditions. The characterization of these devices has been performed in two different cases: low pressure and high pressure, as described in the experimental procedures.

In Fig. 5, for the microtube and the nozzles, we present the curves of the volumetric flow rate (cm^3/min) as a function of the pressure ratio $P_{\text{out}}/P_{\text{in}}$. As clearly seen, the choking conditions are obeyed in all cases, that is, for the four devices, in low and high pressures.

The critical pressure ratio $P_{\text{out}}^*/P_{\text{in}}$ is defined as the starting point of the critical volumetric flow rate plateau. The critical pressure ratio $P_{\text{out}}^*/P_{\text{in}}$ was approximately 0.5 in the diamond microtube and approximately 0.6 in the diamond micronozzles. Note that the critical flow rate decreases with nozzle throat diameter reduction. The critical properties of the four samples are summarized in Table 2. Based on several measurements performed for each device, we observed that the critical pressure ratio $P_{\text{out}}^*/P_{\text{in}}$ is independent of the inlet and outlet pressure values. The flow rate, in choking conditions, can be controlled and measured when the critical

pressure ratio $P_{\text{out}}^*/P_{\text{in}}$ is reached. This implies that the nozzles, under choking conditions, can be used as critical passive flow controllers and flowmeters [13–15]. The mass flow rate (dm/dt) can be obtained by the critical volumetric flow rate plateau of Fig. 5 and measuring the inlet pressure and temperature [2,13].

Taking into account the devices dimensions, air temperatures (around 300 K) and pressures in our experimental conditions, we can verify, using the well-known fluid mechanics approach [14,15], that the gas flow is described by a ‘flow with friction’, where slip-flow boundary effects are negligible [16].

4. Conclusions

In this work we have shown how to fabricate diamond sonic micronozzles utilizing tungsten wires as molds. The advantage in fabricating diamond micronozzles, compared with other materials, is that: (i) it is the hardest material known, providing high mechanical stability; (ii) its low thermal expansion guarantees maintenance of the throat size for a large temperature range; (iii) its high thermal conductivity allows a precise temperature control; and (iv) the chemical inertness permits the device to be used in corrosive environments. The convergent–divergent nozzle shape was obtained by an electrochemical etching process. A good axial symmetry has been got for the nozzles shapes. A faithful diamond replica of the tungsten molds has been obtained. The experimental flow measurements have shown that the choking conditions were reached for our devices. In this way, they can be used as passive sonic flow controllers and flowmeters.

Acknowledgements

We are grateful to the ‘Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS’ (LME-LNLS) for microscopy tasks and to the FAPESP and CNPq for financial support.

References

- [1] C.-M. Ho, Y.-C. Tai, Micro-Electro-Mechanical-Systems (MEMS) and fluid flows, *Ann. Rev. Fluid Mech.* 30 (1998) 579–612.
- [2] Amberg B.T, Review of critical flowmeters for gas flow measurements. *Transactions of the ASME* (1962) 447–459.
- [3] M. Seal, The current status of CVD diamond applications and prospects for the future. *Applications of Diamond Films and Related Materials Third International Conference, Gaithersburg, USA, 1995*, p. 3–10.
- [4] P.W. May, C.A. Rego, R.M. Thomas, M.N.R. Ashfold, K.N. Rosser, CVD diamond wires and tubes, *Diamond Rel. Mater.* 3 (1994) 810–813.
- [5] V.P. Mammana, M.C. Salvadori, I.G. Brown, Study of porosity in permeable diamond membranes, *Thin Solid Films* 308 (1997) 258–262.
- [6] A.M. Pizzo Passaro, M.C. Salvadori, D.R. Martins, M. Cattani, Fidelity of diamond replica on silicon substrate, *Thin Solid Films* 377–378 (2000) 285–289.
- [7] S. Silva, M.C. Salvadori, K. Kawakita, M.T. Pereira, R.M. Galvão, M. Cattani, Diamond flow controllers microtubes. Accepted for publication *Journal of Micromechanics and Microengineering* in March, 2001.
- [8] A.J. Melmed, The art and science and other aspects of making sharp tips, *J. Vac. Sci. Technol. B* 9 (1991) 601–608.
- [9] Y.-G. Kim, E.-H. Choi, S.-O. Kang, G. Cho, Computer-controlled fabrication of ultra-sharp tungsten tips, *J. Vac. Sci. Technol. B* 16 (1998) 2079–2081.
- [10] J.P. Ibe, P.P. Bey Jr, S.L. Brandow, et al., On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy, *J. Vac. Sci. Technol. A* 6 (1990) 3570–3575.
- [11] H. Lemke, T. Göddenhenrich, H.P. Bochem, U. Hartmann, C. Heiden, Improved microtips for scanning probe microscopy, *Rev. Sci. Instrum.* 61 (1990) 2538–2541.
- [12] M.C. Salvadori, V.P. Mammana, O.G. Martins, F.T. Degasperri, Plasma-assisted chemical vapor deposition in a tunable microwave cavity, *Plasma Sources Sci. Technol.* 4 (1995) 489–493.
- [13] A.H. Shapiro, *The Dynamics and Thermodynamics of Compressible Fluid Flow*, The Ronald Press Company, New York, 1953.
- [14] R.W. Fox, A.T. McDonald, *Introduction to Fluid Mechanics*, John Wiley & Sons, Inc, 1981.
- [15] J.D. Anderson Jr, *Modern Compressive Flow*, McGraw-Hill Publishing Company, 1990.
- [16] C.I. Weng, W.L. Li, C.C. Hwang, Gaseous flow in microtubes at arbitrary Knudsen numbers, *Nanotechnology* 10 (1999) 373–379.

