

CARACTERIZAÇÃO DE COMPACTOS A VERDE DE Al_2O_3 OBTIDOS POR *SLIP CASTING*

Matias, E. M.¹; Dellú, M. Jr.²; Araújo, H. S.³; Kabayama, H. W.⁴;
Albers, A. P. F.⁵ e Ortega, F. S.⁶

¹²³⁴⁵⁶ UNIVAP/IPD, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, eduardo.matias@gm.com, dellujr@yahoo.com.br hugo_santana_aero@yahoo.com.br hugo_kabayama@yahoo.com.br albers@univap.br, fortega@univap.br,

Resumo - Dentre os diversos processos de conformação fluida de materiais, a técnica de *slip casting* destaca-se devido ao baixo custo do processo e a capacidade de moldar peças com formatos complexos. Este trabalho teve por objetivo produzir e caracterizar as propriedades de corpos-de-prova fabricados pelo processo acima citado, variando-se a concentração de sólidos na suspensão. Os corpos-de-prova a verde foram caracterizados em relação à densidade e porosidade aparentes, retração linear, distribuição de tamanhos de poros e resistência mecânica. Os resultados evidenciaram que suspensões mais concentradas resultaram em compactos mais densos; a porosidade aparente diminuiu significativamente com o aumento do teor de sólidos para os compactos obtidos, sendo que o diâmetro médio dos poros variou muito pouco com a concentração de sólidos na suspensão precursora; a resistência mecânica do compacto aumentou com o aumento de sólidos na suspensão.

Palavras-chave: *Slip casting*, Alumina, concentração de sólidos.

Área do Conhecimento: Engenharia de Materiais e Metalúrgica. (Engenharias – III)

Introdução

Os métodos de conformação fluida de materiais cerâmicos apresentam vantagens em relação aos demais métodos de conformação, tais como facilidade em conformar geometrias complexas e excelente homogeneidade microestrutural⁽¹⁾. Essas características resultam em produtos com melhores propriedades mecânicas se comparados aos métodos de prensagem ou extrusão.

Dentre as técnicas de conformação fluida, a técnica de *Slip casting* se destaca pela facilidade de processamento e baixo custo envolvido, sendo atualmente muito utilizado na fabricação de refratários, louças sanitárias e peças de cerâmicas avançadas com grande variedade de formas.

A técnica consiste na preparação de uma suspensão com as matérias-primas dispersas em um líquido adequado, geralmente água, com um teor de sólidos relativamente elevado, a qual é vertida em um molde de gesso, com porosidade variando entre 40 e 50%⁽²⁾ (Figura 1).

A água é drenada para o interior do molde por capilaridade, arrastando consigo as partículas cerâmicas nela dispersa, que se depositam sobre a parede do molde. Quando essa parede atinge a espessura desejada, o excesso de suspensão é removido e o material consolidado é submetido a secagem, durante a qual há retração do corpo colado, sendo possível desmoldá-lo facilmente. Pode-se também deixar a colagem ocorrer até que

toda a água seja absorvida pelo molde de gesso, formando, assim, um sólido maciço⁽³⁾.

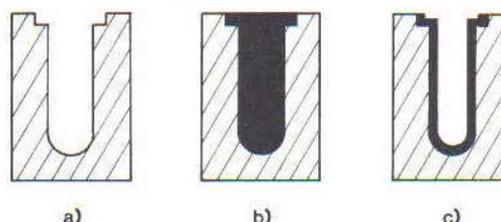


Figura 1 – Visão esquemática do processo *slip casting*: a) molde de gesso; b) molde preenchido com a suspensão; c) corpo consolidado.

O objetivo desse trabalho foi investigar o efeito da concentração de sólidos nas suspensões utilizadas para a conformação de compactos cerâmicos obtidos pela técnica de *slip casting*, caracterizando-os a verde por retração linear de secagem, porosidade e densidade aparentes, porosimetria de mercúrio e compressão diametral.

Materiais e Métodos

O estudo foi realizado utilizando-se suspensões aquosas de Al_2O_3 (A-1000 SG, Alcoa), com distribuição granulométrica conforme Figura 2, caracterizada pelo princípio de sedimentação (Lei de Stokes) em equipamento com detecção por raios X (*Sedigraph*). As concentrações de sólidos nas suspensões foram de 30, 40, 50 e 55% em

volume. Para se obter as curvas de deflocação com cada teor de sólidos, as suspensões foram preparadas adicionando-se, inicialmente, o pó ao líquido. O defloculante utilizado foi poliácrlato de amônio (DISPERSAL 130, Lubrizol), adicionado gradativamente até atingir 2% em relação à massa da alumina. Após cada adição, a suspensão foi misturada em moinho de bolas por 15 minutos para completa homogeneização e em seguida mediu-se sua viscosidade aparente em um viscosímetro Brookfield, modelo LV DV-II+, com rotação de 40 rpm. A concentração de defloculante empregada na preparação das suspensões utilizadas para produzir os corpos-de-prova foram baseadas nestas curvas de deflocação, correspondendo ao valor que resultou em viscosidade mínima.

Para produzir os corpos-de-prova, as suspensões foram vertidas em moldes cilíndricos de PVC, com 30 mm de altura por 18 mm de diâmetro, acoplados sobre uma base de gesso com espessura de 40 mm, proporcionando uma sucção uniaxial. Para melhorar a resistência mecânica a verde dos compactos produzidos, adicionou-se nas suspensões 0,5% em peso (em relação a massa da alumina) de PVAI (álcool polivinílico, Mallinckrodt) em solução aquosa 10% em peso. Após a formação da torta, os compactos foram secos à temperatura ambiente por 72 h, em seguida estes foram desmoldados e secos a 100 °C por 24 h.

A caracterização das suspensões e dos compactos se deu por:

- Velocidade de formação de parede: foram medidas as espessuras de compactos obtidos por tempos de formação de parede de 5, 10, 15, 20 e 25 minutos, após serem secos em estufa até massa constante;
- Retração linear de secagem: a retração linear foi calculada em função das dimensões iniciais do molde e dos corpos-de-prova a verde;
- Densidade e Porosidade Aparentes: a densidade e porosidade a verde dos compactos foi obtida pelo método de imersão, baseado-se no princípio de Arquimedes, utilizando-se querosene como fluido, para evitar-se a desagregação dos compactos;
- Porosimetria de mercúrio: os ensaios foram realizados para avaliar a distribuição do tamanho de poros nos corpos-de-prova a verde (Micromeritics - Poresizer 9320);
- Compressão Diametral: o módulo de ruptura foi calculado através do teste compressão diametral dos corpos-de-prova, de acordo com a norma ASTM C 496-90.

Resultados e Discussão

A Figura 2 apresenta a distribuição do tamanho de partículas da alumina utilizada, onde se observa

o predomínio de partículas com dimensões coloidais e $D_{50} \cong 0,3 \mu\text{m}$.

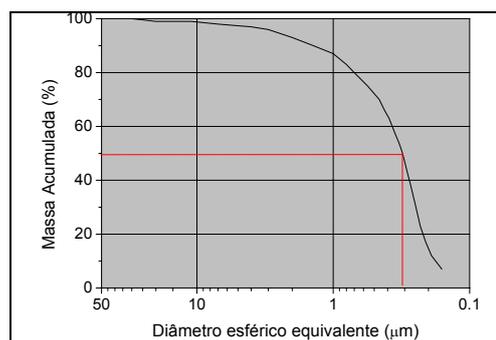


Figura 2 – Distribuição do tamanho de partículas da alumina A1000 SG (Alcoa).

A Figura 3 apresenta as curvas de deflocação das diferentes suspensões estudadas, onde nota-se que suspensões com menores frações volumétricas de sólidos necessitam de menor quantidade de defloculante para atingirem o teor ótimo (ponto de menor viscosidade). Este comportamento pode estar relacionado a uma mudança na conformação das cadeias de poliácrlato decorrentes de alterações físico-químicas do sistema, tais como pH e maior concentração de defloculante e de sais solúveis na fase líquida, em suspensões com maior teor de sólidos⁽⁴⁾. Observa-se também que a viscosidade das suspensões aumenta com o teor de sólidos, conforme previsto em vários modelos teóricos⁽⁵⁾.

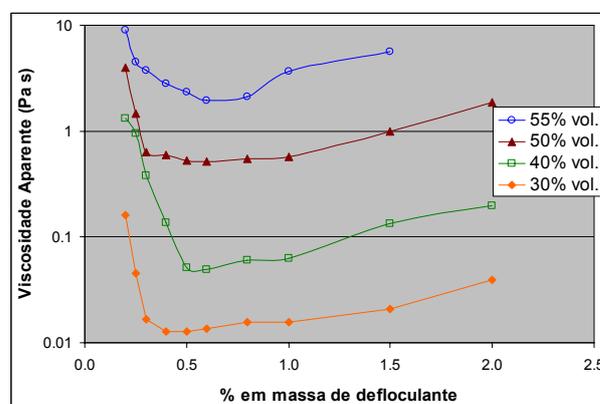


Figura 3: Curvas de deflocação de suspensões de alumina A-1000 SG com diferentes frações volumétricas.

Baseando-se na Figura 3, determinou-se os teores de defloculante utilizados nas diferentes suspensões, que foram de 0,5; 0,8, 1,0 e 1,0% em massa para suspensões com concentração de sólidos de 30, 40, 50 e 55%, respectivamente. A concentração de defloculante utilizada foi ligeiramente superior ao teor referente ao ponto de viscosidade mínima, pois desta forma erros operacionais não comprometem os resultados.

A espessura dos corpos-de-prova em função do tempo é mostrada na Figura 4.

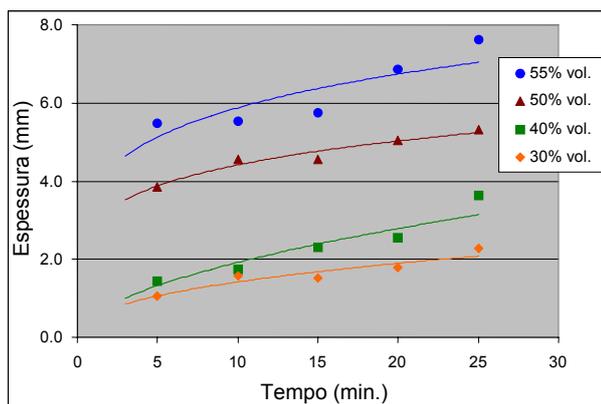


Figura 4: Espessura dos compactos produzidos a partir de suspensões com diferentes frações de sólidos em função do tempo.

Segundo a literatura⁽²⁾, para o processo de colagem uniaxial, a espessura da camada colada varia com a raiz quadrada do tempo como descrito na Equação 1:

$$L = \sqrt{\frac{2J \cdot \Delta P \cdot K_p \cdot t}{\eta}} \quad (1)$$

L: espessura da camada colada;
 J: volume da torta/volume do líquido removido;
 ΔP : é a sucção aparente do molde;
 K_p : permeabilidade da torta;
 t: tempo de colagem;
 η : viscosidade do líquido transportado.

Este modelo é válido quando o transporte de líquido através da torta em formação é o fator limitante. O parâmetro J é maior quando a diferença na concentração de líquido entre a suspensão e a torta é pequena. Isto implica que uma maior concentração de sólidos na suspensão irá aumentar J e conseqüentemente aumentará a velocidade de colagem.

No presente trabalho, na Equação 1 tem-se que ΔP é constante; a η do líquido transportado aumenta com o aumento do teor de sólidos, uma vez que a concentração de PVAI na água é calculado em relação à massa de alumina; K_p não varia com o tempo de colagem, se a torta em formação for homogênea, mas pode variar entre uma suspensão e outra, dependendo do grau de empacotamento alcançado para cada teor de sólidos. De fato, como será discutido a seguir, os corpos-de-prova obtidos a partir das suspensões com maior concentração de sólidos apresentaram maior densidade e menor porosidade aparente, o que indica que a permeabilidade da torta formada a partir de suspensões mais concentradas deve ter sido menor.

Na Figura 4, verificou-se que a velocidade de formação de parede aumenta com o teor de

sólidos, o que indica que o efeito desta variável sobre o parâmetro J , aumentando a velocidade de formação de parede, foi predominante em relação ao aumento na viscosidade do líquido (η) e redução da permeabilidade da torta (K_p), que contribuem para reduzir a velocidade de formação de parede.

A Figura 5 apresenta a densidade (a) e porosidade aparente (b) dos compactos.

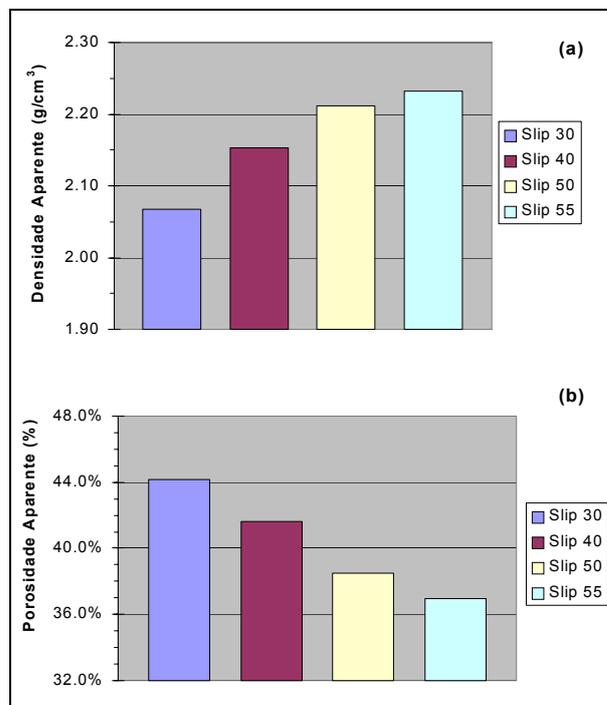


Figura 5 – Densidade (a) e Porosidade Aparente (b) dos corpos de prova a verde.

Na Figura 5 (a) observa-se que suspensões com maiores frações volumétricas de sólidos resultam em compactos com maior densidade aparente.

De acordo com a Equação 1, suspensões mais concentradas apresentam maiores velocidades de colagem, que resultam em compactos com maiores densidades à verde⁽²⁾. Além disso, em suspensões mais concentradas a distância média entre as partículas é menor, restringindo as possibilidades de arranjos mais abertos na suspensão, o que se reflete em maior empacotamento no compacto, resultando em maior densidade a verde. A porosidade aparente para os compactos conformados diminui com o aumento do teor de sólidos, em concordância com os resultados de densidade aparente.

A Figura 6 apresenta a retração linear de secagem dos corpos de prova. Observa-se que a retração linear de secagem diminui com o aumento do teor de sólidos na suspensão precursora. Isso indica que o empacotamento das partículas aumenta à medida que aumenta a concentração de sólidos na suspensão. Este fato se confirma

quando se observa os valores de densidade aparente e porosidade aparente (Figura 5).

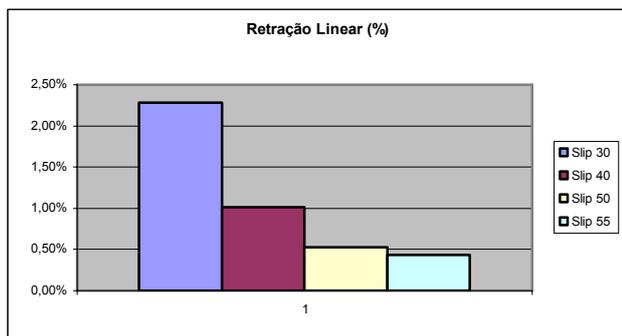


Figura 6 – Retração linear média pós-secagem.

A Figura 7 apresenta a distribuição de tamanho de poros nos corpos-de-prova. Observa-se claramente que aumentando-se a concentração de sólidos na suspensão precursora, diminui-se a porosidade dos compactos a verde, evidenciada pela redução no volume de mercúrio intrudido nas amostras. De modo geral, a distribuição de tamanhos de poros é estreita e o diâmetro médio dos poros é pequeno, sendo provavelmente decorrente apenas dos interstícios entre as partículas e não de aglomerados, já que partiu-se de suspensões defloculadas.

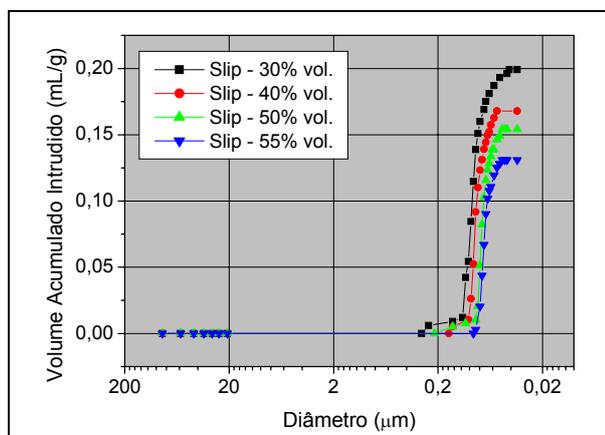


Figura 7: Distribuição do tamanho de poros nos corpos-de-prova conformados por slip casting.

Ainda na Figura 7, nota-se que com o aumento do teor de sólidos na suspensão precursora, tem-se uma pequena redução no diâmetro médio dos poros, que foi de 0,091; 0,087; 0,080; 0,075 μm para compactos obtidos a partir de suspensões com 30, 40, 50 e 55% de sólidos, respectivamente.

A Figura 8 apresenta os resultados do ensaio de compressão diametral. Compactos conformados a partir de suspensões mais concentradas apresentaram menor porosidade aparente e diâmetro médio de poros ligeiramente menores, ou seja, diminuiu-se a quantidade de defeitos e reduziu-se o diâmetro médio dos mesmos, resultando em aumento das tensões de ruptura.

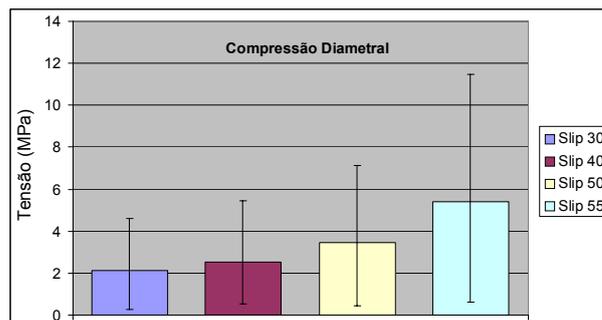


Figura 8 – Tensão de ruptura no ensaio de compressão diametral.

Conclusão

Suspensões com maiores teores de sólidos requerem maiores teores de defloculantes para atingirem o ponto de viscosidade mínima e apresentam viscosidade mais elevada no referido ponto. Essas características dificultam o processamento, porém: resultam em compactos a verde mais densos, de menor porosidade aparente e menor retração linear, o que demonstra a superioridade da microestrutura obtida, refletindo-se na superior resistência mecânica dos compactos. Além disso, o tempo de processamento é reduzido pois a velocidade de colagem é maior.

Referências

1. LANGE, F. F. – "Powder Processing Science and Technology for Increased Reliability", J. Am. Cer. Soc., 72 [1] (3-15), 1989.
2. REED, J. S. - Introduction to the Principles of Ceramic Processing, John Wiley and Sons, 1988.
3. ORTEGA, F. S. – Aspectos de Reologia e Empacotamento de Suspensões Cerâmicas à Base de Al₂O₃. Dissertação de Mestrado, PPG-CEM, DEMA/UFSCar, 1997.
4. CESARANO III, J.; AKSAY, I., A. Processing of Highly Concentrated Aqueous α-Alumina Suspensions Stabilized with Polyelectrolytes, J. Am. Ceram. Soc., 71 [12] 1062-1067, 1988.
5. OLIVEIRA, I. R., STUDART, A. R., PILEGGI, R. G., PANDOLFELLI, V. C. – "Dispersão e Empacotamento de Partículas, Princípios e Aplicações em Processamento Cerâmico", Fazendo Arte Editorial, 2000.