

INFLUÊNCIA DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS NA POROSIDADE DE CERÂMICAS OBTIDAS POR COLAGEM DE BARBOTINA

Vieira, D. G.¹; Matias, E. M.²; Arantes, V. L.³; Ortega, F. S.⁴; Albers, A. P. F.⁵

¹UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, denisgvieira@yahoo.com.br

²UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, eduardo.matias@gm.com

³UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, varantes@univap.br

⁴UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, fortega@univap.br

⁵UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911, São José dos Campos –SP, albers@univap.br

Resumo – Os métodos de conformação fluida de materiais cerâmicos apresentam vantagens em relação aos demais métodos de conformação, principalmente pela excelente homogeneidade microestrutural observada no produto final, quando esses são provenientes de suspensões defloculadas. Isso resulta em produtos com melhores propriedades mecânicas se comparados aos métodos de prensagem ou extrusão convencionais. Este trabalho teve por objetivo produzir e caracterizar compactos de alumina obtidas por conformação fluida - colagem de barbotina – partindo-se de diferentes distribuições de tamanhos de partículas. Os resultados obtidos evidenciam que a partir de 1150°C os compactos de alumina A1000 iniciaram o processo de sinterização, enquanto que os de alumina APC SG somente iniciaram a partir de 1250°C.

Palavras-chave: alumina, distribuição de tamanho de partícula, colagem de barbotina.

Área do Conhecimento: Engenharias - III

Introdução

São reportadas na literatura várias técnicas de conformação fluida de materiais, dentre as quais podemos citar a colagem de barbotina, colagem de fita, colagem sob pressão e *gel casting*. Dentre todas essas técnicas a colagem de barbotina se destaca pela facilidade de operação e baixo custo envolvido [1].

Nesta técnica de conformação, uma suspensão cerâmica é vertida em um molde poroso, o qual remove o líquido por capilaridade, resultando em um compacto de partículas na superfície do molde. Geralmente, os passos envolvidos neste processo são: a preparação de uma suspensão fluida, incluindo o uso de diferentes matérias-primas e incorporação de aditivos de processamento, moagem, peneiramento ou outra forma de classificação, eliminação de bolhas com aplicação de vácuo, preenchimento de um molde poroso, formação da torta na parede do molde, drenagem, secagem parcial (com o corpo ainda na matriz), separação da matriz e, às vezes, limpeza e acabamento da superfície antes da secagem final [1].

As variáveis que afetam o processo de colagem são, principalmente, o tamanho e distribuição do tamanho de partículas, a concentração de sólidos na suspensão e o estado de defloculação do sistema, sendo que todos eles influenciam na viscosidade da suspensão.

Nos processos convencionais de colagem, em que se deseja ter um produto final denso, estes podem ser obtidos a partir de uma estrutura de partículas grandes cujos interstícios são

preenchidos por partículas menores, criando novos interstícios que serão preenchidos por partículas ainda menores e assim, sucessivamente. Além disso, deve-se ter as partículas finas em quantidade suficiente para que o compacto sinterize adequadamente [2].

Quando a distribuição de tamanhos de partícula é mais estreita, a tendência é que se obtenham compactos porosos e com distribuição de tamanho de poros igualmente estreita, sendo que o tamanho médio dos poros diminui com a redução do tamanho de partículas.

Assim, uma seleção adequada de tamanhos de partículas e o proporcionamento entre as quantidades desses tamanhos, possibilita obter compactos com densidade controlada [3].

Neste trabalho, estudou-se a influência da distribuição do tamanho de partículas de alumina na porosidade dos compactos obtidos por colagem de barbotina. Para o desenvolvimento do trabalho, fixou-se a concentração de sólidos na suspensão de 40% em volume e utilizou-se suspensões completamente defloculadas.

Materiais e Métodos

As matérias-primas utilizadas no presente trabalho foram as aluminas APC SG e A-1000 SG fornecidas pela Alcoa.

Visando diferentes distribuições granulométricas, fez-se a moagem em meio aquoso da alumina APC SG (50% em massa), utilizando-se moinho de bolas com proporção de bolas em relação ao material de 5:1. Os tempos de moagem foram de 24 e 48h. Após moagem, a

suspensão foi seca em estufa a 100°C/48h e então desagregada.

A distribuição do tamanho de partículas foi obtida utilizando-se a técnica de sedimentação com detecção por raios X, baseada na Lei de Stokes (*Sedigraph*).

Com os pós de diferentes distribuições de tamanhos de partículas foram preparadas suspensões com frações volumétricas de sólidos de 0,4, levantando-se as respectivas curvas de deflocação. Estas foram obtidas adicionando-se gradativamente a solução de defloculante (poliacrilato de amônia) até o teor de 2% em relação à massa de alumina. A cada adição, a suspensão foi misturada novamente no moinho de bolas por 30 minutos para que pudesse haver completa homogeneização. Após cada adição de defloculante, mediu-se a viscosidade aparente da suspensão em um viscosímetro Brookfield, modelo LV DV-II+, com velocidade de rotação de 40rpm.

Os corpos-de-prova foram conformados pela técnica de colagem de barbotina, com sucção uniaxial. Para cada formulação foi utilizado um teor de defloculante, determinado no presente trabalho através das curvas de deflocação citadas anteriormente. Também foi adicionado 0,5% em peso (em relação à massa de alumina) de PVAI (Mallinckrodt) em solução aquosa, nas suspensões a serem conformadas, para melhorar a resistência mecânica a verde dos compactos.

Para todas as suspensões estudadas, mediu-se o tempo de formação da parede depositada no molde poroso. Para tanto, as diferentes suspensões foram vertidas no molde até completá-lo e variou-se os tempos de colagem entre 5 e 25 minutos. Findado o tempo desejado, o excesso de suspensão foi drenado e após secagem ao ar, mediu-se a espessura da camada colada.

Os corpos-de-prova foram queimados a 1100, 1150, 1200, 1250 e 1300°C, visando apenas o estágio inicial de sinterização e conseqüentemente, compactos com elevada porosidade.

A caracterização dos compactos foi através da retração linear de queima e a porosidade aparente, esta última baseada no princípio de Arquimedes. A superfície de fratura dos compactos queimados a 1300°C foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (JEOL, JSM5310).

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta a distribuição do tamanho de partículas para os pós de alumina APC SG, APC SG – moído por 24h (APC SG-24h), APC SG – moído por 48h (APC SG-48h) e A1000 SG.

A distribuição de tamanhos de partículas para a alumina APC SG é mais estreita que as demais, com partículas entre 10 e 3µm, sendo o $D_{50}=4,4\mu\text{m}$. Após moagem de 24 e 48h tem-se

redução no tamanho das partículas, porém a distribuição de tamanhos torna-se mais larga. Para a alumina APC SG 24h, as partículas estão entre 7 e 0,4µm, sendo o D_{50} de 2,5µm; para a APC SG 48 horas as partículas estão entre 3 e 0,2µm, com D_{50} de 1,5µm. A alumina A1000 apresenta ampla distribuição de tamanhos de partículas, entre 3 e 0,15µm, com D_{50} de 0,32µm. Assim, com a moagem foi possível obter diferentes distribuições granulométricas, variando-se o diâmetro médio das partículas.

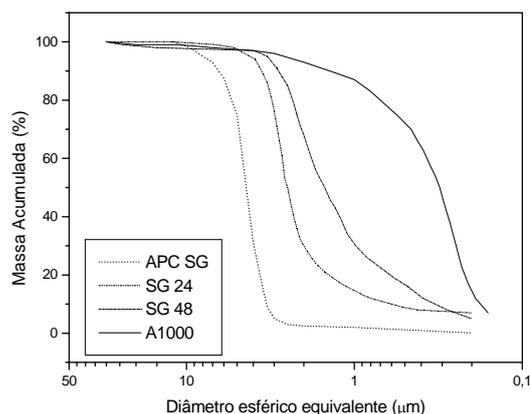


Figura 1: Distribuição do tamanho de partículas para os pós de alumina utilizados.

A Figura 2 apresenta as curvas de deflocação para as diferentes suspensões estudadas.

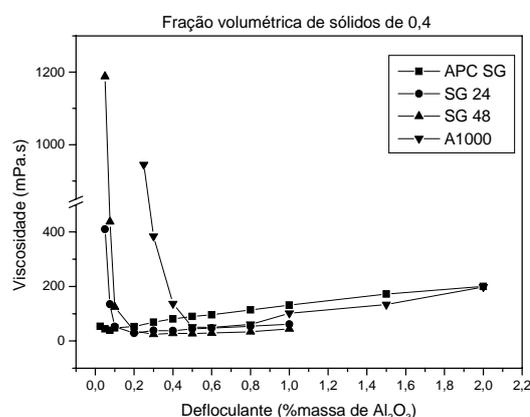


Figura 2: Curvas de deflocação de suspensões obtidas à partir de alumina com diferentes tamanhos de partículas.

Nota-se que com a diminuição do tamanho de partículas maiores teores de defloculantes são requeridos para completa deflocação da suspensão, pois há um aumento significativo da área superficial do pó que deve ser envolvida pelo defloculante. A partir da mesma figura, foram determinados os teores de defloculante a serem utilizados para as diferentes aluminas em suspensões com 40% em volume de sólidos

(Tabela 1). Os teores escolhidos foram subsequentes ao teor referente à viscosidade mínima, assegurando a ótima dispersão do sistema e evitando que possíveis desvios para menos na adição de defloculante comprometessem a deflocação do sistema.

Tabela 1: Teores de defloculante utilizados nas suspensões estudadas.

Alumina	Defloculante (% p)
APC SG	0,1
APC SG – 24h	0,2
APC SG – 48h	0,4
A1000	0,6

A Figura 3 apresenta a espessura dos corpos-de-prova colados a partir de diferentes suspensões em função do tempo.

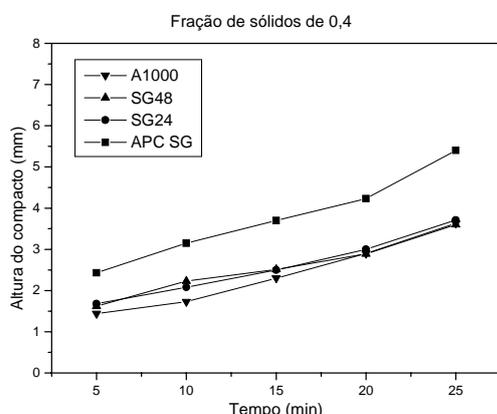


Figura 3: Espessura dos compactos produzidos a partir de suspensões com diferentes distribuições de tamanhos de partículas.

A suspensão de alumina APC SG resultou em compactos mais espessos para todos os intervalos de tempo estudados. Este fato está relacionado ao maior tamanho de partículas dessa alumina e à sua distribuição de tamanhos, pois partículas maiores e distribuição mais estreita resultam em uma torta mais permeável, facilitando a drenagem da água, consequentemente aumentando a velocidade de colagem. Para as demais aluminas (APC SG-24h, APC SG-48h, A 1000), embora tenham distribuição de tamanhos e diâmetro médio de partículas distintos, a ampla distribuição de tamanhos das mesmas resultou em empacotamentos similares, dificultando a drenagem da água, reduzindo a velocidade de colagem.

As Figuras 4 e 5 apresentam a variação da porosidade aparente e retração linear de queima em função da temperatura, para os compactos conformados com diferentes suspensões.

Observa-se que os níveis de porosidade aparente apresentados pelos compactos

conformados com alumina APC SG foram superiores àqueles apresentados pelos compactos conformados com alumina APC SG – 24h, APC SG – 48h e A1000-SG (Figura 4). Pós com maior tamanho de partículas e distribuição mais estreita resultam em compactos mais porosos [1]. Embora as aluminas APC SG – 24h e APC SG – 48h tenham diferentes distribuições granulométricas, o empacotamento resultante foi similar, evidenciado pela proximidade de suas porosidades aparentes. Para os compactos conformados com alumina A1000, tem-se redução da porosidade aparente já a partir de 1150°, evidenciando o início da sinterização, em decorrência da elevada área superficial dessa matéria-prima.

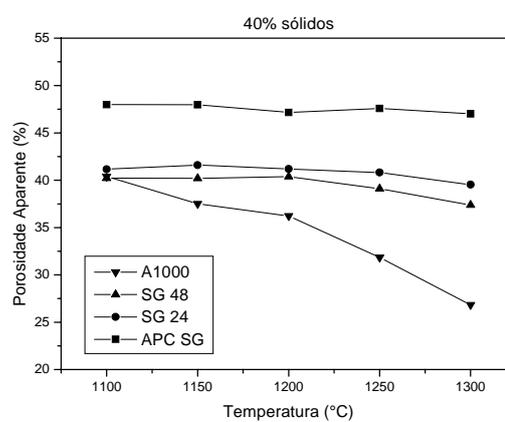


Figura 4: Porosidade aparente em função da temperatura de queima.

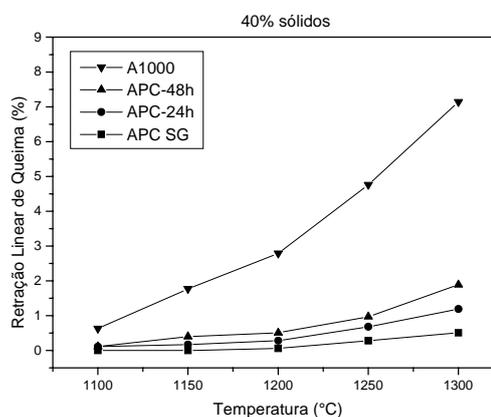


Figura 5: Retração linear em função da temperatura de queima.

Maiores retrações lineares de queima foram observadas para compactos conformados com matérias-primas mais finas, devido a maior sinterabilidade.

Nota-se, ainda na Figura 5, que para os compactos obtidos a partir da alumina APC SG, tanto em 1100 como em 1200°C, a retração linear foi nula, ou seja, para esta composição e

temperatura, o processo de sinterização provavelmente não foi iniciado.

A Figura 6 apresenta a distribuição de tamanhos de poros para todos os compactos queimados a 1300°C.

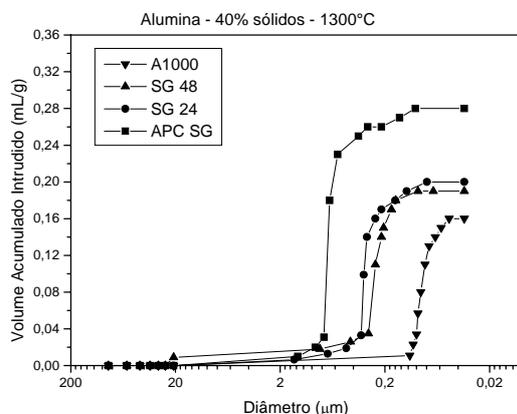


Figura 6: Distribuição de tamanhos de poros para compactos queimados a 1300°C.

O maior volume acumulado intrudido de mercúrio nos compactos conformados com alumina APC SG evidencia a maior porosidade obtida para esta composição, sendo o diâmetro médio dos poros de 0,7 μ m. Para as amostras obtidas a partir de suspensões com alumina APC SG – 24 e APC SG – 48, o volume total de mercúrio intrudido não apresentou variação significativa, pois como discutido anteriormente (Figura 4), embora a distribuição de tamanhos de partículas e o diâmetro médio dessas matérias-primas sejam diferentes, o empacotamento delas foi similar. O diâmetro médio de poros também foi muito parecido, 0,28 e 0,25 μ m para as aluminas moídas por 24 e 48 horas respectivamente. A alumina A1000 apresentou maior densificação, em decorrência do menor tamanho de partículas dessa alumina (0,32 μ m). O diâmetro médio de poros para essa composição foi 0,9 μ m.

A Figura 7 apresenta as microestruturas de fratura de compactos conformados a partir de diferentes distribuições de tamanhos de partículas, queimados a 1300°C.

Na Figura 7 nota-se nitidamente as diferentes microestruturas obtidas variando-se o tamanho inicial de partículas. Como discutido anteriormente (Figura 4), os compactos conformados com alumina APC SG são mais porosos que os demais. Vale salientar que embora tenha sido feita moagem de 48 horas da alumina APC SG e a sua distribuição varie entre 3 e 0,2 μ m, sua distribuição apresenta partículas muito maiores que a A1000, cuja distribuição varia entre 3 e 0,15 μ m.

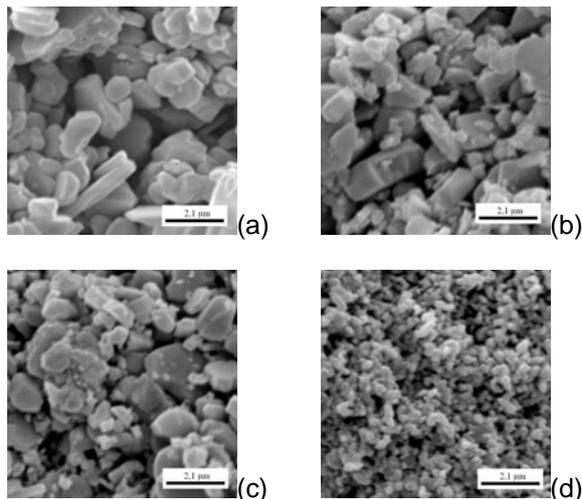


Figura 7: Microestrutura de compactos conformados com alumina (a) APC SG, (b) APC SG – 24h, (c) APC SG – 48h e (d) A1000 SG, queimados a 1300°C.

Conclusões

Suspensões com menores tamanhos de partículas (A1000) requerem maiores teores de defloculante, pois há maior área superficial a ser recoberta pelo defloculante.

Suspensões com maiores tamanhos de partículas e distribuição de tamanhos mais estreita (APC SG), apresentam maior velocidade de colagem.

Compactos obtidos com alumina APC SG apenas iniciaram o processo de sinterização nas temperaturas estudadas. Compactos com alumina A1000, em decorrência do menor tamanho de partícula dessa matéria-prima, iniciaram o processo de sinterização a partir de 1150°C. As aluminas APC SG – 24h e APC SG – 48h apresentaram comportamento intermediário, em decorrência dos tamanhos de partículas intermediários dessas matérias-primas.

O diâmetro médio dos poros diminuiu com a diminuição do tamanho de partículas da matéria-prima utilizada, pois partiu-se de suspensões completamente defloculadas.

Referências

- [1] Reed, J. S. Principles of Ceramic Processing, 2nd Edition; Ed. John Wiley & Sons, Inc., N. York, 1995.
- [2] Tari, G.; Ferreira, J. M. F., Fonseca, A. T. Lyckfeldt, O. Influence of Particle Size Distribution on Colloidal Processing of Alumina. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 18, 1998, p. 249-253.
- [3] Ortega, F. S. Aspectos de reologia, colagem e empacotamento de suspensões cerâmicas à base de Al₂O₃. **Dissertação de Mestrado**, PPG-CEM, DEMa/UFSCar, 1997.