

CONFORMAÇÃO DE PEÇAS DE ALUMINA A PARTIR DE SUSPENSÕES CONTENDO GELATINA

Oliveira, R. R.; Genova, L. A.

Centro de Processamento de Pós Metálicos e Cerâmicos– CPP

Supervisão de Materiais Cerâmicos

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

Resumo

Diversas novas técnicas de conformação vêm sendo estudadas com o objetivo de se produzir peças cerâmicas com geometrias complexas, não obtidas pelas técnicas convencionais. A adição de gelatina em suspensões cerâmicas vem sendo recentemente reportada como uma técnica alternativa e simples para a conformação destas peças. Neste estudo apresentam-se alguns resultados preliminares da utilização desta técnica, mas que demonstram sua potencialidade. Foram estudadas algumas características reológicas da suspensão contendo gelatina, tendo-se conformado corpos cerâmicos, que após secagem, apresentam excelentes características para serem trabalhados a verde. Como exemplos da potencialidade da técnica são apresentadas algumas peças complexas produzidas pela mesma.

Palavras-chave: conformação, alumina, gelatina.

Abstract

Several new shaping techniques were investigated with the goal of ceramic parts with complex geometry manufacturing, which can not be accomplished using conventional shaping techniques. Addition of gelatine to ceramic suspensions were recently reported as promising alternative and simple approach for shaping of such parts. In the present work some preliminary results on the use of this technique are presented demonstrating its potential. Some rheological characteristics of suspensions containing gelatine additions were studied. Various ceramic parts were produced from these suspensions which, after drying, exhibited excellent properties including possibility of green body machining. As an example of this shaping technique potential several ceramic parts that were produced are presented.

Keywords: shaping, alumina, gelatine

Introdução

Os avanços conseguidos com os materiais cerâmicos nas últimas décadas, com a consequente ampliação do seu campo de aplicação trouxeram novos desafios para os profissionais da área. Um destes desafios é o desenvolvimento de novas técnicas de conformação que permitam a produção de peças com geometrias complexas, que não são possíveis de serem obtidas pelas técnicas tradicionais de conformação. Neste sentido a utilização de suspensões e pastas cerâmicas se mostram adequadas por permitirem, através do preenchimento de moldes, a obtenção destas peças. Diversas técnicas vêm sendo estudadas e desenvolvidas com este objetivo, como a injeção⁽¹⁾, gel-casting⁽²⁾, obtenção por precursores poliméricos⁽³⁾, etc.. A conformação de cerâmicas por injeção, apesar das inovações recentes,

ainda apresenta problemas relacionados com a eliminação de ligantes (debinding), com as dimensões máximas da peça a ser conformada, e com os custos de produção, sendo viável apenas para a produção de peças em larga escala. A técnica de gel-casting, que trouxe grandes avanços para a área de conformação cerâmica, ainda é um processo relativamente oneroso, tendo como um dos problemas relacionados, a liberação de gases tóxicos na etapa de eliminação de orgânicos. A produção de cerâmicas a partir de precursores poliméricos é ainda bastante recente, limitando-se à produção de algumas cerâmicas específicas.

Recentemente foi sugerido⁽⁴⁾ que a adição de gelatina à suspensão cerâmica, pode ser uma técnica simples e alternativa ao gel-casting. Após a conformação em temperatura acima de 40 °C (ponto de gelificação da gelatina), e com o resfriamento, ocorre a gelificação da suspensão, através da formação de uma rede tri-dimensional pelo entrelaçamento das cadeias da gelatina. A partir disso as peças poderiam ser desmoldadas e secas sem nenhuma técnica especial. Os corpos secos obtidos teriam características mecânicas adequadas para que pudessem passar por etapas de usinagem a verde, sendo este mais um atrativo do processo.

O objetivo do presente trabalho foi uma avaliação exploratória sobre a potencialidade e problemas relacionados ao uso desta técnica de conformação. Estudou-se alguns dos parâmetros do processo e pode-se obter peças que permitem uma avaliação positiva, ainda que preliminar, da técnica.

Procedimento Experimental

Tendo-se como material base a alumina A-16 SG dopada com 500 ppm de MgO, e uma gelatina comercial (fornecida pela CAAL) foram preparadas suspensões com diferentes teores de água (35 e 45 % em peso) e de gelatina (3,0 e 4,5 % em peso em relação à água). As formulações estudadas serão indicadas por códigos relacionados ao teor de umidade da suspensão e percentagem de gelatina em relação à água (composições 35-3,0; 35-4,5; 45-3,0 e 45-4,5). A etapa de mistura dos componentes apresentou algumas dificuldades no que se refere à obtenção de suspensões homogêneas e sem a presença de aglomerados. Dentre as diferentes formas de mistura estudadas, a que se mostrou mais adequada foi a dissolução prévia da gelatina na água, a 60 °C, com a posterior mistura a temperatura ambiente, do pó cerâmico (previamente moído) em moinho tipo Atritor, por tempos não necessariamente maiores que 30 minutos. Nesta etapa observou-se a necessidade da adição em teor adequado de defloculante e anti-espumante. Após esta mistura as suspensões foram separadas dos meios de moagem (esferas de alumina), tendo-se avaliado seus comportamentos reológicos, com a variação do tempo de repouso e da temperatura. Com parte das suspensões obtidas, foram conformadas peças, através do preenchimento de diferentes moldes plásticos. Diferentemente do esperado, não se observou uma homogeneidade no aumento da resistência mecânica da peça conformada; mesmo após 48 horas, enquanto a superfície da peça, em contato com o ar, apresentava um enrijecimento, internamente isso não ocorria, dificultando o processo de desmoldagem. Além disso, não se observou diferença de comportamento entre peças moldadas em temperaturas acima do ponto de gelificação da gelatina, e aquelas moldadas na temperatura ambiente. Com isso, esta etapa posterior ao preenchimento do molde certamente é a mais crítica do processo, devendo ser melhor investigada. Diversos procedimentos foram testados nesta etapa, os quais serão discutidos no tópico seguinte. Os corpos cerâmicos a verde obtidos após a secagem dos corpos de prova apresentaram elevada resistência mecânica, sendo facilmente trabalhados. Estes corpos foram lixados, furados e serrados com grande facilidade, o que demonstra o potencial desta técnica para o trabalho a verde. Alguns corpos de prova tiveram sua microestrutura a verde analisada por microscopia eletrônica de varredura, assim como a microestrutura após sinterização a 1650 °C por uma hora.

Apresentação e Discussão dos Resultados

As diferentes suspensões contendo gelatina foram analisadas em reômetro (Brookfields LV-DVIII), com acessório para pequenas amostras, tendo a viscosidade avaliada com relação à velocidade (de 10 a 170 rpm). Avaliou-se ainda o efeito do tempo de repouso após a mistura (0, 60 e 180 minutos) e da temperatura (20, 40, 50 e 60 °C) nas características reológicas das suspensões. Nas figuras 1, 2 e 3 são apresentadas as curvas de viscosidade versus velocidade (rpm) obtidas.

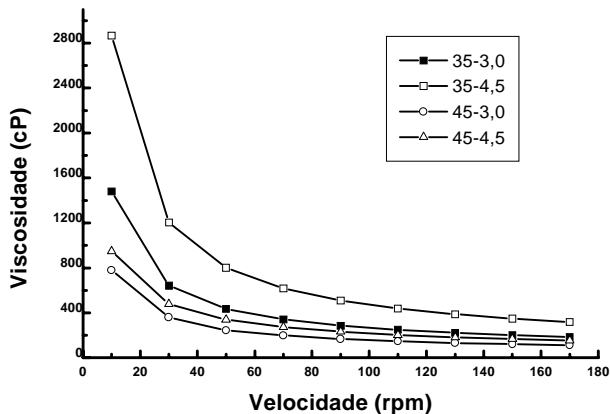


Figura 1 – Viscosidade versus velocidade para as composições estudadas imediatamente após a mistura

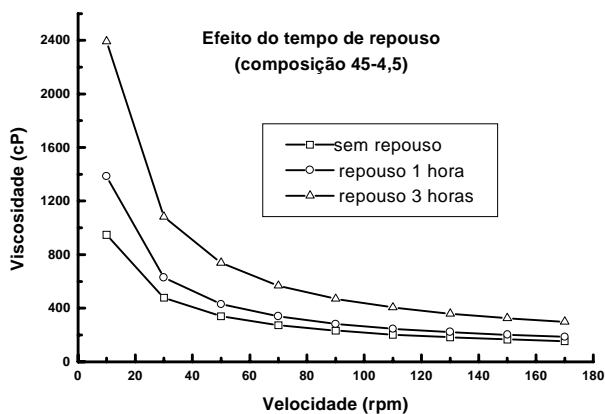


Figura 2 – Efeito do tempo de repouso na viscosidade da suspensão cerâmica contendo gelatina (composição 45-4,5).

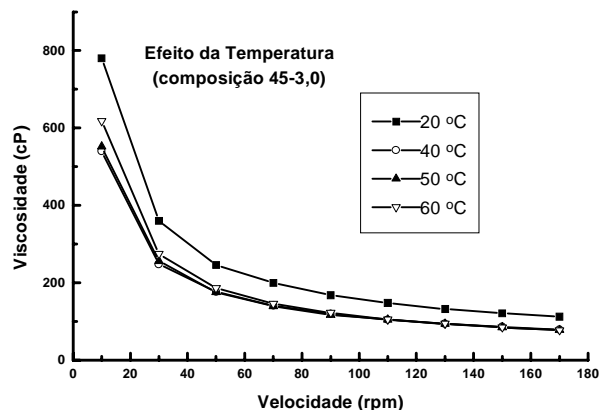


Figura 3 - Efeito da temperatura na viscosidade da suspensão cerâmica contendo gelatina (composição 45-3,0).

Os dados da figura 1 apresentam-se coerentes, ou seja, quanto maior a umidade da suspensão e menor o teor de gelatina, menor será a viscosidade. Observa-se que com o aumento da velocidade, ou taxa de cisalhamento, ocorre uma diminuição da viscosidade (comportamento pseudoplástico), o que supõe-se é devido a um alinhamento das moléculas da gelatina, que assim oferecem menor resistência ao deslocamento, e assim menor viscosidade. Quanto à figura 2, observa-se um aumento da viscosidade da suspensão com o tempo de repouso, o que poderia ser explicado pelo maior entrelaçamento das moléculas da gelatina. Por fim, o efeito da temperatura da suspensão apresentado na figura 3 sugere que a partir de 40 °C ocorreria uma redissolução parcial da gelatina, provocando a redução da viscosidade. Estes fenômenos deverão ser melhor estudados, mas proporcionam algumas indicações que serão úteis em estudos posteriores, nos quais se pretende reduzir ao máximo a umidade da suspensão, mantendo-se uma viscosidade suficiente para que se possa preencher os moldes. De qualquer modo todas as composições estudadas possibilitam o processo de conformação, vertendo-se a suspensão em diferentes moldes.

A etapa posterior ao preenchimento dos moldes se mostrou a mais crítica pois a consolidação do corpo está relacionada ao processo de gelificação e à eliminação da água. Desta forma o ideal é que se faça a desmoldagem para que se tenha maiores superfícies expostas para a eliminação da água. No entanto é necessário que a peça adquira uma resistência mecânica suficiente. Uma alternativa que se testou com sucesso foi o congelamento da peça ainda dentro do molde (em freezer comum ou em nitrogênio líquido). Assim a desmoldagem pode ser feita, e a peça pode passar pela etapa de secagem. Placas de pequena espessura (até 15 mm) puderam ser mantidas no molde e secas ao ar sem maiores problemas; por outro lado, peças cilíndricas ($\phi 25$ mm x 40 mm) quando mantidas no molde para secagem ao ar, apresentaram defeitos do tipo rechupe. Constata-se que a alternativa de secagem ao ar, ainda no molde, é limitada pela geometria e dimensões da peça. Peças com dimensões maiores que foram congeladas antes da desmoldagem foram secas sob diferentes formas (freeze-drying, por microondas, em estufa, etc.), sendo que até o momento os resultados ainda não são conclusivos.

Corpos conformados em temperatura ambiente e acima do ponto de gelificação, e secos ao ar tiveram a microestrutura avaliada por microscopia eletrônica de varredura, não se constatando diferença devido à temperatura de moldagem. Na figura 4 pode-se observar uma destas microestruturas, que apesar da ocorrência de pequenos poros, se mostraram

relativamente homogêneas. Amostras sinterizadas a 1650 °C por uma hora foram avaliadas quanto à densidade aparente (pelo método de Archimedes) e por microscopia eletrônica de varredura. Obteve-se densidade de 3,92 g/cm³, (98% da densidade teórica) com microestrutura bastante regular. A retração na secagem variou entre 3 e 5%, enquanto a retração após sinterização foi de 19,4%. Na figura 5 é apresentada microscopia de uma superfície fraturada..

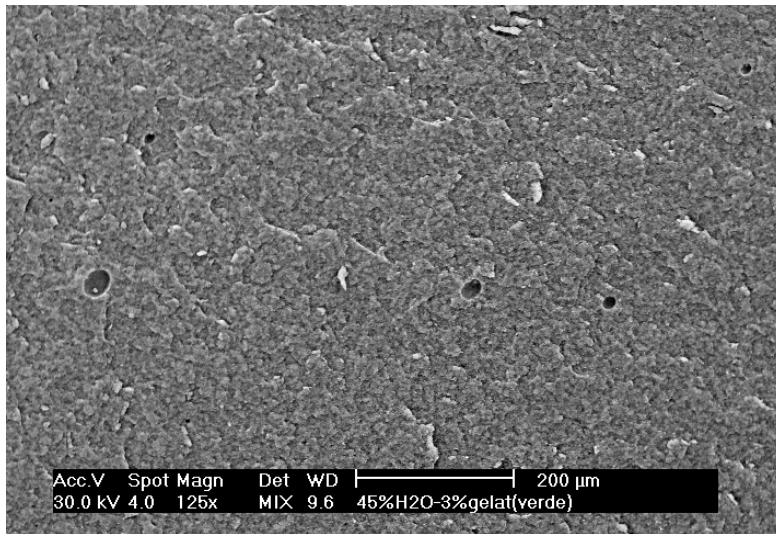


Figura 4 – Microestrutura a verde de um corpo conformado pela adição da gelatina à suspensão

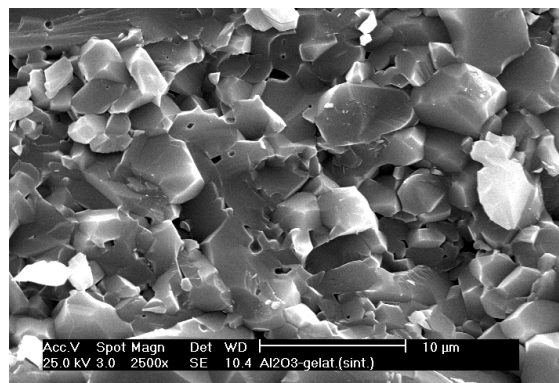
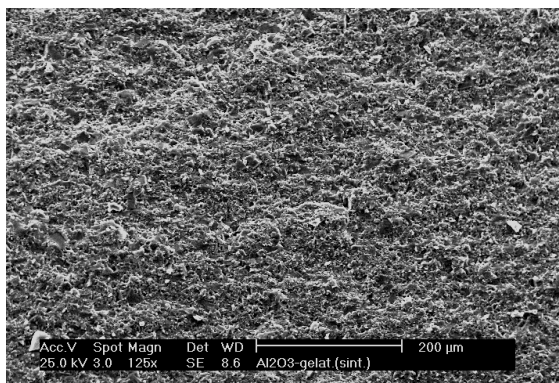


Figura 5 – Superfícies fraturadas de um corpo conformado pela adição da gelatina à suspensão cerâmica, sinterizado a 1650 °C.

Algumas peças, após secagem ao ar, foram trabalhadas a verde com o objetivo de se avaliar o potencial desta técnica de conformação. Corpos a verde obtidos com todas as composições estudadas se mostraram adequados para operações de desbaste por em lixadeira elétrica, corte em serra de fita e furação em furadeira de bancada. Nas figuras 6 e 7 são mostradas algumas destas peças a verde (figura 6) e após sinterização (figura 7).

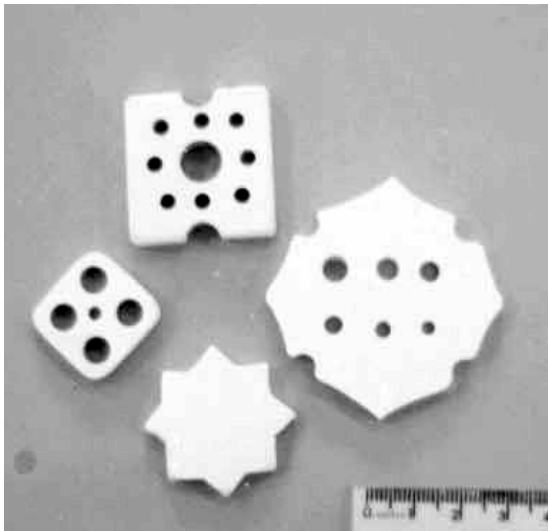


Figura 6 – Peças a verde obtidas pela adição de gelatina à suspensão cerâmicas, após serem trabalhadas

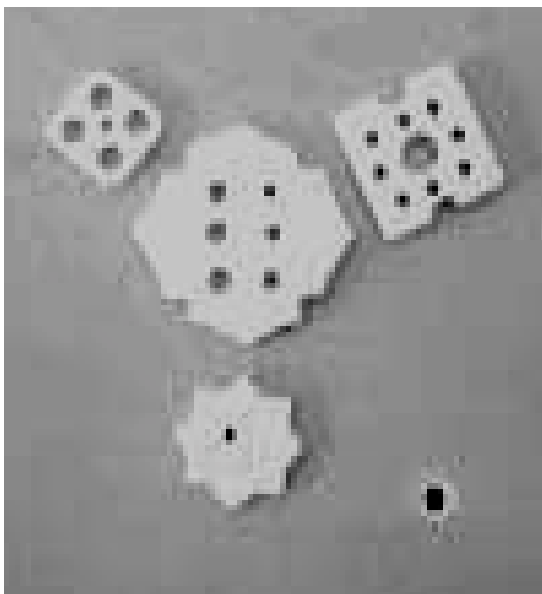


Figura 7 – As mesmas peças da figura anterior sinterizadas a 1650 °C por uma hora.

Conclusões

A técnica de conformação de peças cerâmicas através da adição de gelatina em suspensões cerâmicas apresenta diversas vantagens em relação a outras técnicas: é um processo simples e de baixo custo, que não necessita de equipamentos especiais, podendo ser aplicado para a produção de peças em pequena escala. Peças obtidas por esta técnica se mostraram bastante adequadas para serem trabalhadas a verde, através de diversos tipos de operação, o que aumenta o potencial de aplicação da técnica.

Pode-se constatar que sob as condições estudadas de umidade da suspensão e teor da gelatina, a viscosidade da suspensão permite que a mesma seja vertida no molde. Além disso as suspensões apresentaram caráter pseudoplástico, o que contribui para o preenchimento do molde.

Constatou-se que mesmo sob repouso de três horas, o aumento da viscosidade não compromete a etapa de conformação. Por outro lado o aumentoda tempratura provoca uma redução da viscosidade, de modo que estes efeitos serão serão explorados em estudos posteriores.

A etapa posterior à conformação, de gelificação, desmoldagem e secagem é a mais crítica do processo, devendo ser melhor estudada. De todo modo o congelamento da peça após a conformação facilita a desmoldagem e possibilita uma secagem mais uniforme.

A utilização da técnica para a conformação de peças espessas não se mostrou adequada neste estudo, pela dificuldade de se eliminar a água de maneira uniforme.

Referência Bibliográficas

- 1- Tseng, W. J.; Chiang, D.; “Influence of Molding Variables on Defect Formation and Mechanical Variables of Injection-Molded Ceramics.”; J. Mater. Processing Technology, 84, 1-3, 1998, 229-35
- 2- Omatete, O. O.; Janney, M. A.; Numm, S. D.; “Gelcasting: from Laboratory Development Towar Industrial-Production.”; J. Europ. Ceram. Soc., 17, 2-3, 1997, 407-13
- 3- Kaindl, A.; Lehner, W.; Greil, P.; Kim, D. J.; “Polymer-Filler Derived Mo₂C Ceramics.”; Materials Science & Engineering – A – Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, 260, 1-2, 1999, 101-107
- 4- Chen, Y.; Xie, Z.; Yang, J.; Huang, Y.; “Alumina Casting Based on Gelation of Gelatine.”; J. Europ. Ceram. Soc., 19, 1999, 271-75