

ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE PÓS METÁLICOS POR DIFRAÇÃO DE LASER VIA SECA

Claudemir. J. Papini(1,2), Ricardo Mendes Leal Neto(3)
Av. Prof. Almeida Prado, 535 – Cid. Universitária, São Paulo /SP, CEP: 05508-901 –
lami@ipt.br

- (1) LAMI – Laboratório Associado Micronal – IPT
- (2) Centro Universitário Fundação de Santo André
Faculdade de Engenharia “Eng. Celso Daniel”
- (3) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

RESUMO

A técnica de análise de tamanho de partículas por difração de laser é muito utilizada em diversos ramos industriais devido a sua facilidade de operação, rapidez e amplitude de leitura. Uma condição primordial para a reprodutibilidade da medida é a dispersão dos pós, realizada em via úmida (água ou solventes orgânicos) em muitos casos. Em se tratando de pós metálicos, entretanto, pode haver restrições na utilização de água, seja por questões de atividade superficial ou de massa/ tamanho elevados, que prejudicam uma boa dispersão. Um método a seco poderia então superar estas dificuldades. Neste trabalho foram realizadas análises granulométricas de pós de ferro, cobre, alumínio e níquel por difração de laser via úmida e seca, num mesmo equipamento (Beckman Coulter L13320). Os resultados encontrados foram semelhantes, demonstrando que a dispersão via seca foi efetiva neste equipamento para estas aplicações. Por via seca houve também um expressivo ganho em relação ao tempo de preparação das amostras e à duração da análise.

Palavras-chave: difração de laser, análise granulométrica, metalurgia do pó.

INTRODUÇÃO

As origens da tecnologia do pó confundem-se com os primórdios da civilização humana (Goetzl, 1949). Desde então, ela tem evoluído de maneira lenta, porém ininterrupta. No decorrer dos milênios, a maioria dos metais e quase todas as peças cerâmicas foram primeiramente feitas a partir de pós. Entretanto, apenas há pouco

mais de um século é que a tecnologia do pó se tornou uma técnica de produção industrial. Durante as últimas décadas, verificou-se um amplo progresso técnico denotado pela disponibilidade de uma série de produtos, tais como filamentos de tungstênio para iluminação elétrica, compósitos de elevada dureza, empregados em ferramentas de corte de peças metálicas sob altas velocidades, ímãs permanentes, combustíveis nucleares, bem como pela melhoria de custo associada à produção de peças produzidas em larga escala, notadamente na indústria automotiva e eletrônica. A propósito, o mercado de automóveis representa indubitavelmente a grande força motriz para o crescimento da tecnologia do pó. As grandes montadoras de automóveis estão especificando cada vez mais peças obtidas por tecnologia do pó, aplicadas em novos motores e sistemas de transmissão. A busca pela melhoria da eficiência dos motores e pela redução das emissões de escapamento, por exemplo, levaram ao recente desenvolvimento da injeção direta de gasolina, o que aumentou a demanda por peças produzidas por tecnologia do pó. O controle de injeção é muito importante nestes motores e o controle elétrico de aceleração possui várias pequenas engrenagens produzidas por tecnologia do pó (Fujiki, 2001).

Além da demanda crescente por produtos com desempenho superior contendo especificações cada vez mais restritas, o desenvolvimento da tecnologia do pó tem sido impulsionado pela evolução verificada nos equipamentos e técnicas de síntese e processamento de pós (Kaiser, 1993) como, por exemplo, a atomização gasosa (atomizadores), a moagem de alta energia (moinhos), a mecanosíntese, a síntese por combustão, o “spray drying”, a compactação hidráulica uniaxial e a compactação isostática a frio e a quente (prensas), a moldagem por injeção (extrusoras), a conformação por “spray”, a sinterização em temperaturas elevadas sob atmosfera controlada (fornos, sistema de vácuo), etc.

Obter e classificar um pó com características adequadas a cada situação é a fase mais importante de qualquer processo baseado na tecnologia do pó. A distinção entre um pó adequado ou não, e mesmo o controle da sua qualidade e do processo envolvido, requerem uma caracterização química e física precisa, com custos aceitáveis. Neste contexto, a determinação da distribuição do tamanho da partícula é de fundamental importância, pois irá influir de maneira significativa em várias etapas de produção (transporte, compactação, sinterização, etc.) e na microestrutura do produto acabado, afetando a resistência mecânica, a densidade e as propriedades térmicas e elétricas.

Tradicionalmente a indústria metalúrgica utiliza o peneiramento para a determinação da distribuição granulométrica. Esta técnica, além de ser muito conhecida e barata, possui a vantagem de permitir a separação do material em classes de tamanho. Suas desvantagens, porém, são a grande dificuldade de se medir pós abaixo de 38 μm (malha 400 mesh), a baixa precisão e resolução (limitados pela quantidade de peneiras utilizadas), o tempo de análise relativamente longo e o processamento manual dos resultados.

A técnica de análise de tamanho de partículas por difração de laser é muito utilizada em diversos ramos industriais devido à sua facilidade de operação, rapidez e amplitude de leitura. Por este método, as partículas são dispersas num fluido em movimento causando discontinuidades no fluxo do fluido, que são detectadas por uma luz incidente, e correlacionadas com o tamanho de partícula. Ao atingir uma quantidade de partículas, a luz incidente sofre uma interação segundo quatro diferentes fenômenos (difração, refração, reflexão e absorção) (Hildebrand, 1999) formando um invólucro tridimensional de luz (FIG. 1). O formato e o tamanho deste invólucro são afetados pelo índice de refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz, e pelo tamanho e formato da partícula. Detectores estrategicamente posicionados medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada. O sinal dos detectores é então convertido para a distribuição de tamanho de partícula através de algoritmos matemáticos (Allen, 1997).

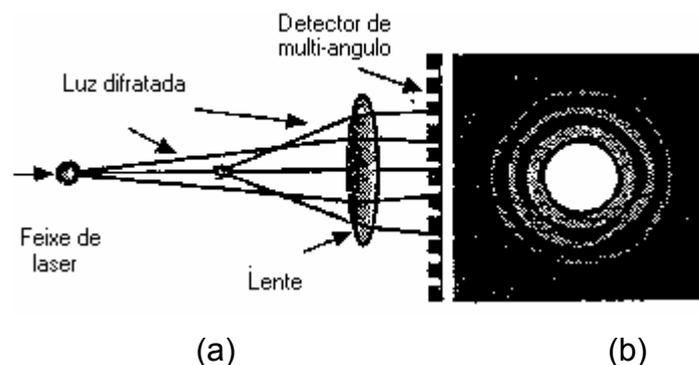


FIGURA 1: Interação do raio de luz com uma partícula esférica, (a) ângulos difratados e (b) um padrão de difração (Allen, 1997).

Para uma boa reprodutibilidade do ensaio é necessária uma boa dispersão do pó, fato que, em muitos casos, é conseguido utilizando-se o meio líquido (água ou solventes orgânicos) com adições de dispersantes e surfactantes apropriados, o que exige um trabalho de investigação prévio da melhor condição de preparação da amostra, de cuja qualidade dependerão os resultados da análise. Para pós metálicos

pode haver restrições também na utilização de água por questões de atividade superficial ou de massa e/ou tamanho elevados, que prejudicam uma boa dispersão. A análise de distribuição de tamanho de partícula destes materiais por via seca pode se apresentar, então, como uma boa alternativa, da qual algumas vantagens são evidentes:

- utilização do pó no seu estado natural (ar como agente dispersor);
- pré-dispersão desnecessária;
- análise de amostra maiores no mesmo tempo que o método por via úmida, melhorando a representatividade estatística (no meio líquido a amostra é recirculada, enquanto que por via seca material é avaliado pelo laser uma única vez). (Pugh, 1997).

A limitação do método está na garantia de uma dispersão completa e estável do pó por via seca. É exatamente este aspecto que motivou a realização deste trabalho. Foram analisados alguns pós metálicos (cobre, alumínio, níquel e ferro) por difração de laser via úmida e seca. O objetivo é comparar os resultados obtidos e avaliar a viabilidade da utilização da técnica via seca.

MATERIAIS E MÉTODOS

O equipamento utilizado para as análises de distribuição de tamanho de partículas foi da marca Beckman Coulter, modelo LS13320, com o módulo ULM (Universal Liquid Module) para as análises via úmida, com faixa de medida de 0,04 a 2000 μm . Para as análises via seca foi utilizado o mesmo equipamento com o módulo Tornado DPS (Dry Powder System) que permite análises na faixa de 0,4 a 2000 μm . Na Fig. 2 tem-se uma vista frontal do equipamento.



FIGURA 2: Equipamento Beckman Coulter LS13320 com o módulo Tornado DPS.

Os seguintes pós foram analisados:

- alumínio de pureza comercial, atomizado a gás (ALCOA, tipo 123);
- cobre de pureza comercial (Casa americana);
- níquel carbonila (Vetec);
- ferro de pureza comercial (Hoeganaes).

As condições de análise via seca estão apresentadas na Tab. 1

TABELA 1 – Condições de análise difração de laser via seca.

Amostra	Massa (g)	Obscurecimento (%)	Vácuo ("H₂O)	Tempo (s)
Alumínio	12,5	5	19,0	38
Cobre	26	4	19,3	30
Níquel	37	6	19,2	60
Ferro	50	5	18,7	27

Em todas as análises por via úmida, o líquido utilizado foi a água deionizada. As massas das amostras foram diretamente colocadas no módulo ULM até atingirem os valores de obscurecimento de laser (obscuration) e de PIDS (Polarization Intensity Differential Scattering) especificados pelo equipamento – entre 8 e 12 % para o laser ou 40 a 55 % para o PIDS. O tempo de análise programado foi de 90 segundos e a velocidade da bomba de agitação foi de 50 % para o alumínio, 66 % para o cobre e o níquel e de 71 % para o ferro. Estas diferentes velocidades foram decorrentes da necessidade da manutenção da suspensão das partículas.

Como todas as amostras são opacas e possuem partículas maiores que o comprimento de onda do laser (750 nm), o modelo óptico usado em todas as análises foi o de Fraunhofer.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na FIG. 3 são apresentadas as curvas de distribuição granulométrica do pó de alumínio. Na TAB. 2 estão os valores dos diâmetros médios encontrados.

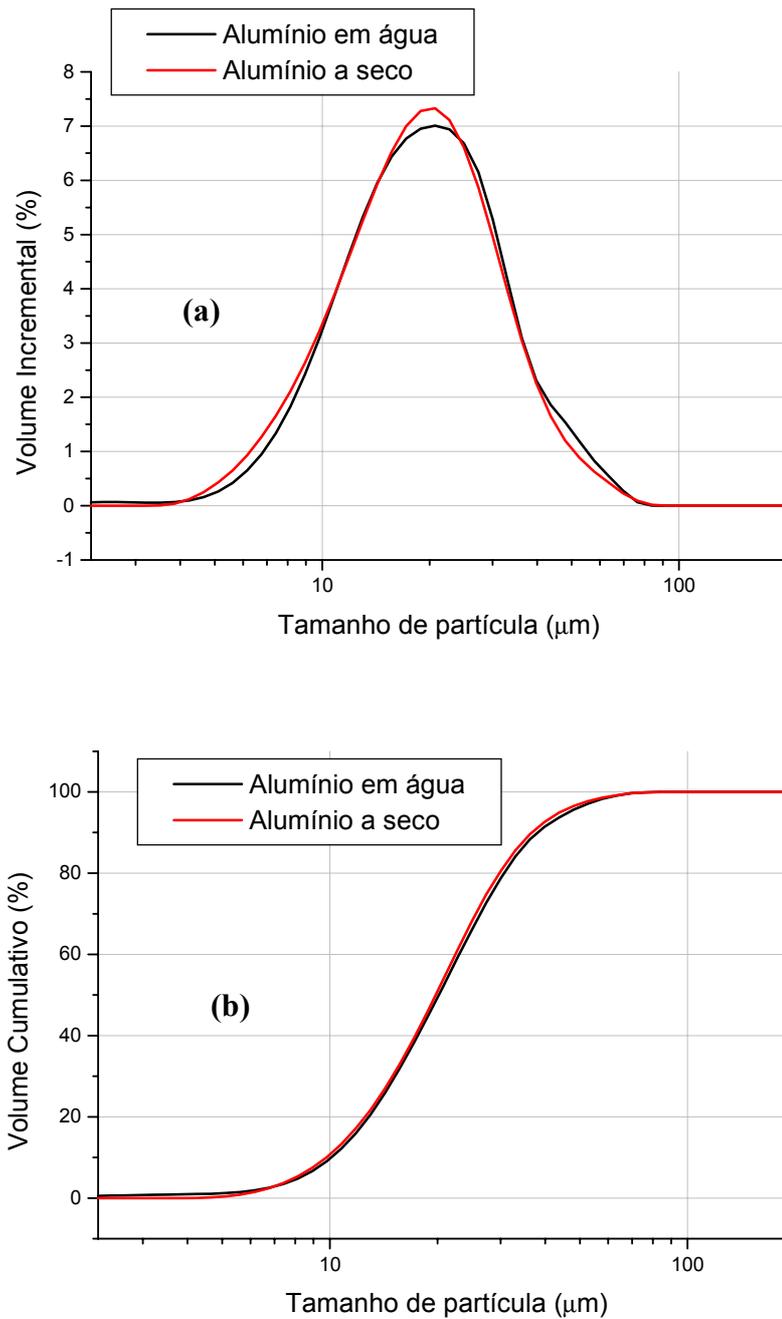


FIGURA 3 - Distribuição do tamanho de partícula para o pó de alumínio: (a) valores acumulados; (b) valores incrementais.

TABELA 2 – Resultados do pó de alumínio.

Dispersão	Média (μm)	Moda (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)
Água	22,6	21,7	10,1	20,2	38,2
A seco	22,0	21,7	9,8	19,8	36,7

Pode-se notar que os resultados estão muito próximos, demonstrando que a qualidade de dispersão em ambos os casos foi similar. Há uma pequena diferença na faixa mais grosseira do pó, notada principalmente na curva incremental e nos valores de D_{90} . Esta diferença pode ser atribuída a uma pior dispersão no meio aquoso.

Na Tab. 3 e na Fig. 4 estão os resultados do pó de cobre.

TABELA 3 – Resultados do pó de cobre.

Dispersão	Média (μm)	Moda (μm)	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
Água	33,3	28,7	10,7	27,0	64,2
A seco	33,8	26,1	12,2	27,5	62,8

Novamente nota-se que os valores encontrados e as curvas de distribuição são semelhantes, ou seja, as dispersões (líquida e a seco) também para este pó estão muito próximas. Uma pequena diferença agora é notada na fração mais fina da distribuição granulométrica. A análise em água apresenta um valor menor de D_{10} e sua curva incremental se inicia com valores menores. Tal diferença demonstra que a ação de dispersão de água é levemente mais eficiente para separar esta fração mais fina. É interessante notar, porém, que não há alteração na fração mais grosseira, ou ainda, a análise a seco apresenta valores ligeiramente menores. Este fato revela que não houve aglomeração a seco, apenas uma pequena fração mais fina não foi separada pela ação do vácuo.

Na Tab. 4 e Fig. 5 estão os resultados encontrados com o pó de níquel. Neste material nota-se que as diferenças são mais significativas. A análise a seco apresenta resultados menores em toda a faixa de distribuição de tamanho de partícula. Esta diferença pode ser explicada pela possível geração de cargas na superfície das partículas quando colocadas em meio aquoso. Situações semelhantes são encontradas quando são estudados materiais de tamanho de partícula menor, onde o efeito das cargas superficiais deve ser controlado com dispersantes de ação eletro-estérica (Papini et al., 2003). Deve-se lembrar que a propriedade ferroelétrica do níquel pode agravar a atração entre as partículas. De qualquer modo, é nítida a melhor dispersão via seca.

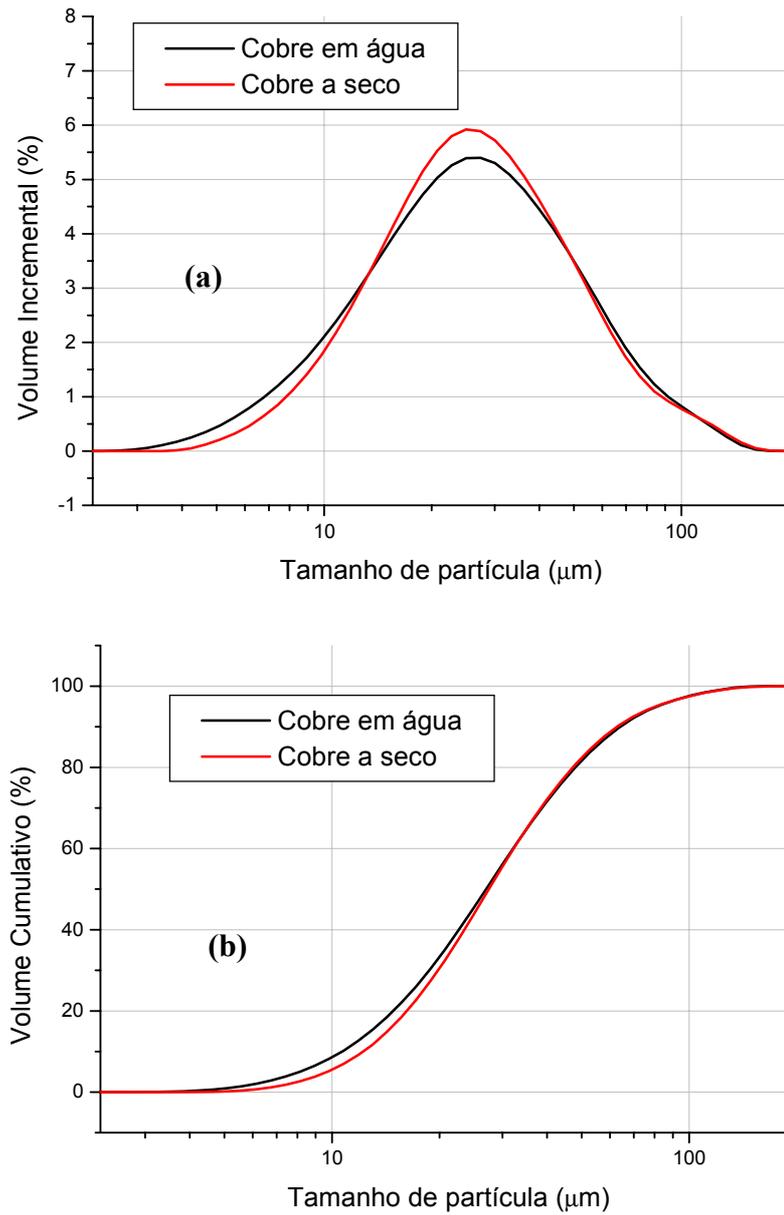


FIGURA 4 - Distribuição do tamanho de partícula para o pó de cobre: (a) valores acumulados; (b) valores incrementais.

TABELA 4 – Resultados do pó de níquel.

Dispersão	Média (µm)	Moda (µm)	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)
Água	14,9	11,3	5,4	11,8	28,6
A seco	13,1	10,5	4,7	10,5	25,2

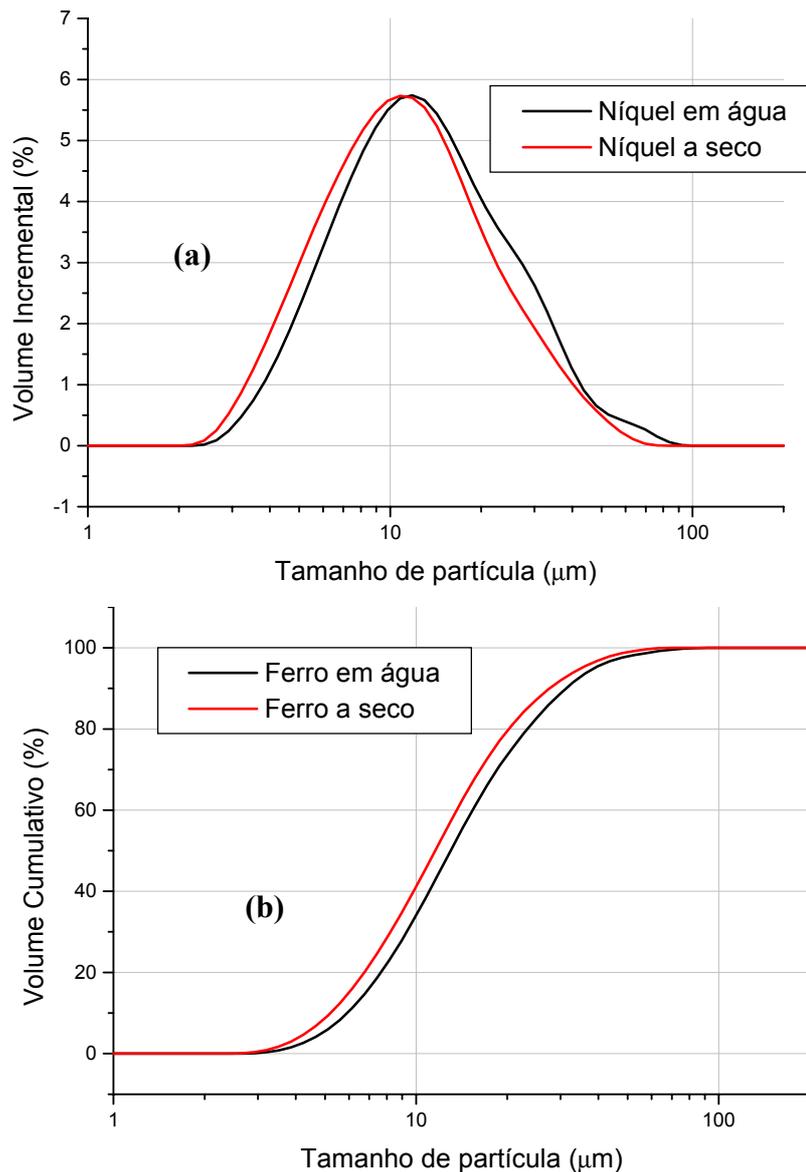


FIGURA 5 - Distribuição do tamanho de partícula para o pó de níquel: (a) valores acumulados; (b) valores incrementais.

Na Tab. 5 e Fig. 6 estão os resultados para o pó de ferro. Os diâmetros médios encontrados via úmida e seca estão muito próximos e a moda é exatamente a mesma. A distribuição apresentada via seca, porém, está mais ampla, registrando mais partículas de menores e maiores tamanhos. Este fenômeno não deve ser associado a diferentes condições de dispersão pois, apesar do ferro também ter o agravante da propriedade ferroelétrica, como o tamanho geral das partículas é maior, a ação da atração das superfícies das partículas é menor.

Uma possível causa das diferenças é a dificuldade de manutenção da suspensão das partículas em água. Este fato também é notado pela necessidade do uso de maior velocidade na bomba de agitação (71 %).

Outro fator que pode explicar as diferenças é a forma como as partículas passam através do laser. No meio líquido poder ocorrer uma maior tendência das partículas passarem expondo uma determinada face. Via seca, cujo processo de entrega da amostra ao feixe de laser é mais dinâmico, possivelmente não ocorre esta preferência por determinada posição. Sendo assim, como todas as faces das partículas são avaliadas na mesma proporção, a maior quantidade de informações geradas pela difração do laser provoca a maior amplitude de distribuição de tamanho.

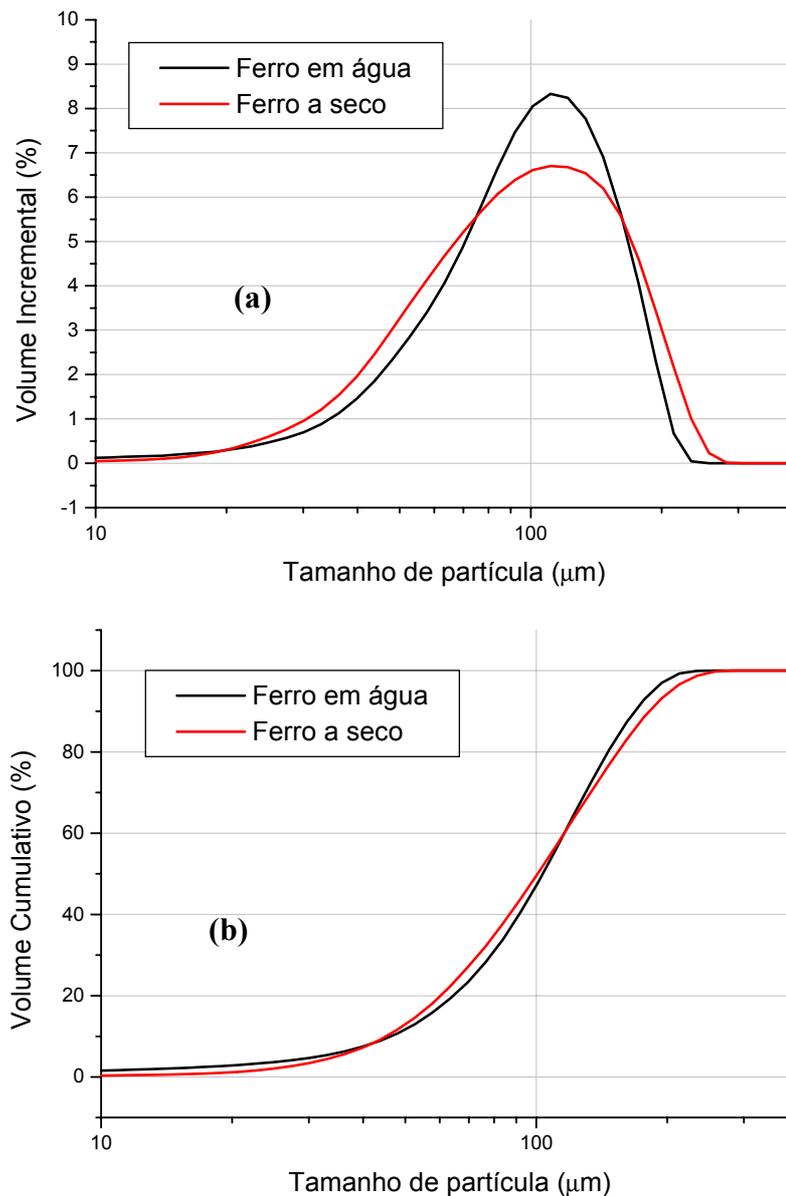


FIGURA 6 - Distribuição do tamanho de partícula para o pó de ferro: (a) valores acumulados; (b) valores incrementais.

TABELA 5 – Resultados do pó de ferro.

Dispersão	Média (μm)	Moda (μm)	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)
Água	105,3	116,3	46,3	103,5	168,7
A seco	107,8	116,3	45,2	100,7	182,4

CONCLUSÕES

Nas análises com os pós de alumínio e cobre a dispersão via seca mostrou-se bastante eficiente, apresentando valores de distribuição de tamanho de partículas muito próximos aos encontrados via úmida. As pequenas diferenças, se consideradas, são vantajosas para a dispersão via seca.

No pó de níquel a análise via seca conseguiu uma melhor dispersão, evitando com mais eficiência a atração superficial das partículas.

No pó mais grosseiro de ferro, a análise via seca gerou resultados com informações mais abrangentes.

De uma forma geral, a análise via seca dos materiais analisados foi favorável, ao menos no equipamento utilizado. Outros fatores de vantagem da análise a seco são a maior rapidez e a inexistência de preparação prévia da amostra.

REFERÊNCIAS

- ALLEN, T. *Particle Size Measurement*, 4th edition, London: Chapman and Hall, 1993.
- FUJIKI, A. Present state and future prospects of powder metallurgy parts for automotive applications, *Materials Chemistry and Physics* v. 67, p. 298-306, 2001.
- GOETZEL, G. C. *Treatise on Powder Metallurgy*, Interscience, New York, v.1, 1949
- KAISER, W. A. Powder Metallurgy and Sintered Materials, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, v. A22, p. 105-42, 1993.
- PAPINI, C. J.; YOSHITO, W. K. ; GOUVÊA, D.; LEAL NETO, R. M. . Particle size distribution analysis of an alumina powder: influence of some dispersants, PH and supersonic vibration. *Materials Science Forum*, v. 498, p. 73-78, 2005.
- PUGH D. Dry Particle-Size Analysis – Do's, Don'ts and Data Endorsement, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, v. 76, n. 7, p. 42-44, 1997.

PARTICLE SIZE DISTRIBUTION OF METALLIC POWDERS BY DRY LASER DIFFRACTION ANALYSIS

ABSTRACT

Laser diffraction has been increasingly applied in many industrial branches for routine measurements of particle size distribution mainly due to its fast data collection, easy operation and large size range. Powder dispersion is the main requirement for reproducible measurements, which is carried out in most cases in liquid medium (water or organic solvents). The use of a liquid dispersion like water, for example, can be restricted when surface activities or large particle size/mass may cause problems for a good dispersion. A dry method could then overcome these difficulties. In this work dry and wet laser diffraction were compared by measuring iron, copper, aluminum, and nickel powders using a single equipment (Beckman coulter LS13320). Very similar results were achieved by both methods, meaning that a good dispersion was attained in dry laser diffraction, at least with those equipment and powders. Dry laser diffraction was also shown to be faster concerning to sample preparation and analysis duration.

Key-words: laser diffraction, powder size analysis, powder metallurgy