

PREPARAÇÃO DE SELANTES VITREOS A BASE DE FOSFATO DE CHUMBO E FERRO

Luciana Ghussn, José Roberto Martinelli
Divisão de Materiais Cerâmicos - MMC

OBJETIVO

O presente plano de trabalho tem como objetivo dar seqüência aos estudos dos processos de união entre materiais cerâmicos e metálicos e entre materiais cerâmicos, através da inserção de interfaces vitrificadas.

METODOLOGIA

O vidro desenvolvido no presente trabalho é a base de fosfato de ferro e chumbo ($\text{Fe}_2\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_4$) obtido a partir da mistura de: 45,07 % de NH_4HPO_4 , 9,60 % de Fe_2O_3 e 45,33 % de PbO . A obtenção do vidro é feita em forno de indução eletromagnética, em atmosfera de argônio. Pós desse material são usados na preparação de dispersões a serem aplicadas na superfície de peças de alumina. Para a preparação das dispersões foram utilizados 2,0 g de pó de vidro misturados a 20 ml de água e 0,4 g de defloculante orgânico (Kelzan ou CMC), usado para melhorar a dispersão e aumentar a viscosidade da mistura. A mistura é depositada com pincel na superfície das peças cerâmicas a serem seladas assegurando-se uma distribuição homogênea. As selagens das peças de alumina foram realizadas na faixa de temperaturas de 750°C a 875°C.

Amostras de peças seladas a 820°C e 850°C foram cortadas utilizando-se uma cortadora Isomet 2000 com disco adiamantado de baixa concentração, à velocidade de 400 rpm e carga de 450 g.

Estas amostras foram posteriormente embutidas em resina Risitec e polidas com pasta de diamante com granulometria de 15 μm a 1 μm .

Para as análises em microscópio eletrônico de varredura as amostras foram recobertas com uma camada de carbono.

Foram realizadas análises térmica diferencial com o pó de vidro original e com o material após tratamento térmico à 780°C/2h. Para estudar o comportamento do vidro que constitui a interface das peças cerâmicas seladas, depositou-se pó de vidro sobre superfícies de peças de alumina e simulou-se a selagem através do aquecimento até a temperatura adotada no processo de selagem.

RESULTADOS

Através de análises térmicas diferencial realizadas em amostras de vidros determinou-se a temperatura de transição vítrea, a temperatura máxima de cristalização ($T_p = 544^\circ\text{C}$) e a temperatura de fusão da fase cristalina formada durante o aquecimento ($T_m = 778^\circ$). Os resultados são apresentados na Figura 1. Tomando-se como referência a temperatura de fusão das fases cristalinas, selecionou-se a temperatura do processo de selagem das peças de alumina,

A análise térmica diferencial de um bloco de vidro obtido após tratamento térmico à 780°C por 2 horas (v. figura 2), apresenta dois picos endotérmicos provavelmente

relativos a fusão de duas fases distintas: o pico 1 corresponde à fusão do composto $Pb_3(PO_4)_2$ ($T = 834^\circ C$) e o pico 2 corresponde à fusão do composto $Fe_2Pb_3(PO_4)_4$ ($T = 900^\circ C$).

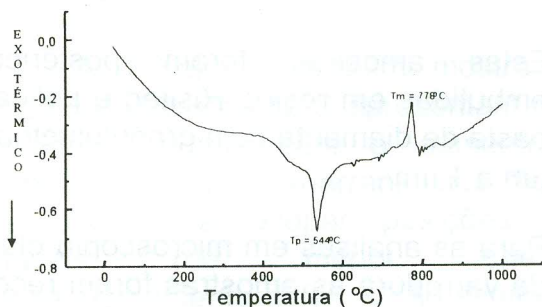


Figura 1: Análise Térmica Diferencial para o Vidro Fosfato de Ferro e Chumbo na Forma de Pó.

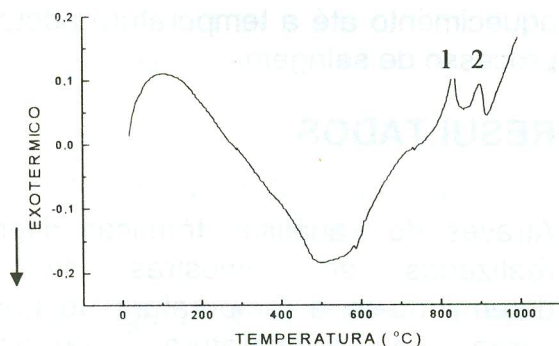


Figura 2: Análise Térmica Diferencial para o Vidro Fosfato de Ferro e Chumbo na Forma de Bloco após Tratamento Térmico de $780^\circ C/2h$.

Além disso não se observa o pico exotérmico relativo ao fenômeno de cristalização, o que indica que o material não se cristaliza durante a análise térmica, portanto provavelmente já está devitrificado.

Para as diferentes temperaturas usadas para selagem de peças cerâmicas, nota-se que há adesão entre $780^\circ C$ e $850^\circ C$, sendo esta faixa de temperatura acima do ponto de fusão da fase cristalina formada durante o aquecimento e abaixo do ponto de fusão do composto $Fe_2Pb_3(PO_4)_4$.

CONCLUSÕES

Tratamentos térmicos a $780^\circ C/2h$ causam a cristalização do vidro fosfato de ferro e chumbo, originando 2 fases cristalinas com temperaturas de fusão distintas.

Resultados promissores para selagem foram obtidos em tratamentos térmicos à temperaturas acima do ponto de fusão da fase cristalina e abaixo do ponto de fusão da fase $Fe_2Pb_3(PO_4)_4$. A faixa de temperatura em que há adesão da cerâmica com o vidro está entre $780^\circ C$ e $850^\circ C$.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Holloway, D. G., Physical Properties of Glasses, Wykeham London, 1973.
- [2] Aranha, N., Vidros Niobofosfatados: Preparação Caracterização e Propriedades, Dissertação de Doutorado, UNICAMP, Brasil, 1994.
- [3] Paul, A., Chemistry of Glasses, Chapman and Hall, London, 1982.
- [4] Sales, B. C. e Boatner, L. A., Lead-iron Phosphate Glass, Elsevier, 1988.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq-PIBIC