

DESENVOLVIMENTO DE UM VEÍCULO ORGÂNICO REGIONAL DE BAIXA VISCOSIDADE À BASE DE CERA DE CARNAÚBA.

M. R. de Sousa- Rua: Raimundo Firmino de Oliveira- 400 –Costa e Silva – 59628-330 - Mossoró – RN - rosimarsousa@cefetrn.com. IFRN - Campus -Mossoró.

Resumo: Este trabalho tem como objetivo descrever o processo de moldagem cerâmica por injeção a baixa pressão aplicado na fabricação de um componente cerâmico (guia-fio) utilizado na indústria têxtil. Os materiais utilizados (pó cerâmico e veículo orgânico) são de fácil obtenção no mercado nacional. Foi elaborado e desenvolvido um veículo orgânico regional de baixa viscosidade à base de cera de carnaúba, compatível com a injeção de pós cerâmicos. Ensaio viscosimétricos foram utilizados para otimizar as proporções dos diferentes componentes do veículo orgânico e a temperatura adequada para injeção da massa a baixas pressões (0,5 MPa). Foi projetado e construído um molde simples de duas cavidades em aço baixo carbono para injeção do guia-fio. As peças injetadas foram testadas quanto à homogeneidade da mistura. A remoção do veículo orgânico foi realizada por degradação térmica em forno controlado e as rampas utilizadas para a programação foram determinadas por meio de ensaios termogravimétricos. Finalmente, as peças foram sinterizadas e caracterizadas física e mecanicamente. Os resultados mostram que o veículo orgânico é compatível para o processo. As peças sinterizadas apresentaram uma densificação de 93% da densidade teórica e dureza média comparável à literatura. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou uma microestrutura homogênea. Todos esses resultados indicam que o processo de injeção a baixa pressão é compatível para fabricação de guia-fios cerâmicos para a indústria têxtil.

Palavras-chave: moldagem, cerâmica, injeção, baixa pressão, veículo orgânico

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos tem havido um crescente interesse em materiais cerâmicos, devido à abundância de suas matérias-primas e as propriedades específicas que podem apresentar. O processo de moldagem cerâmica por injeção é uma técnica de fabricação que permite a confecção automatizada de peças cerâmicas de pequenas dimensões e formas extremamente complexas (Nogueira et al, 1993; Nogueira et al, 1994), com densidade muito próximas da teórica, com pouca ou nenhuma operação secundária (Batalha, 1991). A técnica de moldagem é aplicável a pós metálicos e pós cerâmicos que, combinados com uma mistura com determinada viscosidade, podem ser moldados (German, 1997).

O presente trabalho tem por objetivo principal estudar as etapas do processo de moldagem por injeção a baixa pressão, nas proporções de 80% Al_2O_3 e 20% de veículo orgânico em peso, a fim de avaliar uma matéria-prima regional, a cera de carnaúba, como adequada e competitiva para utilização na moldagem de peças cerâmicas. A seleção da melhor proporção do veículo orgânico é obtida através de ensaios de viscosidade e análises térmicas são realizadas para elaborar a curva de remoção do veículo orgânico. As caracterizações físicas e mecânicas das peças fabricadas são realizadas por meio de ensaios de densidade, porosidade, contração linear, dureza e tenacidade à fratura.

2. PROCESSO DE MOLDAGEM CERÂMICA POR INJEÇÃO (MCI)

O processo básico da MCI de misturar pós cerâmicos sob estado plástico, surgiu no final do século XIX e se desenvolveu como o principal processo de conformação da indústria de plásticos (Mangels e Trela, 1984). A MCI foi usada pela primeira vez como um processo de fabricação de cerâmicas no final dos anos 20, na produção de velas de ignição para automóveis (Schwartzwalder, 1949). Como não havia uma tecnologia capaz de superar os problemas técnicos desse processo, os fabricantes de velas de ignição optaram por outros processos alternativos como a prensagem isostática (Edirisinghe e Evans, 1987). Desta forma, tornou-se viável a confecção de peças complexas com esses materiais em escala industrial. A potencialidade do processo de MCI em produzir peças complexas com pouca ou nenhuma necessidade de acabamento, chamou a atenção de várias indústrias no início da década de 80 (Mangels, 1983).

2.1. ETAPAS E PARÂMETROS

O processo de moldagem de injeção cerâmica pode ser dividido em cinco etapas distintas e cada uma delas precisa ser desenvolvida de modo que a introdução de defeitos seja inibida (Zhang et all, 1989):

- a) Seleção de Material (Pó e Veículo Orgânico);
- b) mistura;
- c) injeção;
- d) remoção do Veículo Orgânico;
- e) sinterização.

A mistura a ser utilizada na MCI tem de preencher algumas condições básicas, como propiciar uniformidade de dispersão e promover um fluxo mais satisfatório, favorecendo desta forma a uma uniformidade de enchimento do molde. Geralmente, os veículos orgânicos são constituídos por compostos orgânicos poliméricos de baixo peso molecular (alto índice de fluidez) e são os preferidos por se adequarem mais ao critério de baixa viscosidade. As características de fluência da mistura, sua molhabilidade subsequente e a qualidade da peça final dependem da homogeneidade da mistura (Mutsuddy, 1995). A etapa de moldagem é feita com equipamentos essencialmente iguais aos usados em moldagem de plástico (Batalha, 1991). Antes de proceder a sinterização, o veículo orgânico tem que ser removido. É uma etapa crítica no processo da moldagem cerâmica por injeção, pois pode ocorrer o surgimento de defeitos causados por tensões internas, evolução de gases e torção. Por último, temos a etapa de sinterização que propicia a difusão dos átomos para os vazios deixados pela saída do veículo orgânico, promovendo a retração e a densificação da peça. A qualidade final da peça produzida é função de todas as etapas, ou seja, defeitos criados em etapas intermediárias podem não ser corrigidos em posteriores.

3- METODOLOGIA

O fluxograma apresentado na Fig. (1) descreve sucintamente as etapas desenvolvidas no processo. A alumina é do tipo A-2011SG com as seguintes características físicas: tamanho médio de partículas de 2,6 μm ; área superficial específica de 1,4 m^2/g e densidade sinterizada 3,96 g/cm^3 . O veículo orgânico é composto de cera de carnaúba do tipo 1, polietileno de baixa densidade (HI-865) e ácido esteárico com peso molecular de 284,49.

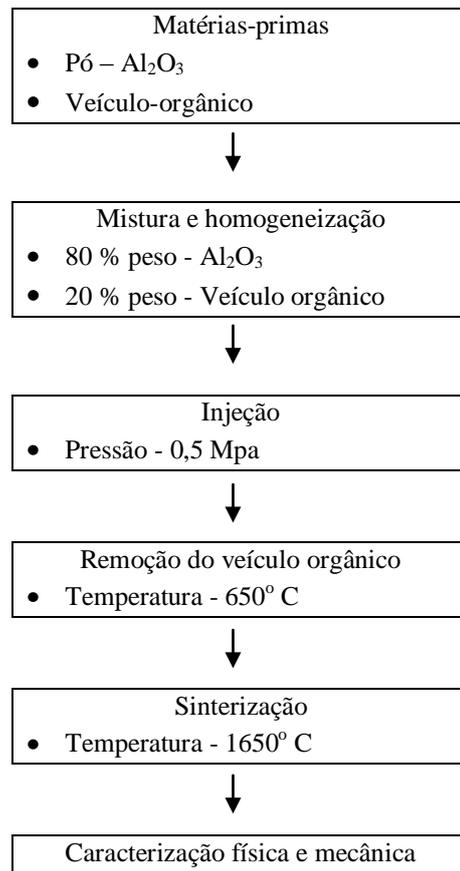


Figura 1. Esquema do procedimento experimental

4. RESULTADOS

4.1. MATÉRIA-PRIMA

A alumina utilizada possuía as características consideradas ideais para o processamento de cerâmica moldada por injeção, definidas pelo próprio fabricante. A cera de carnaúba foi utilizada no sistema como componente majoritário. O polietileno no sistema de componentes foi usado como plastificante. O ácido esteárico, que é caracterizado por melhorar o molhamento entre o pó e o veículo orgânico e reduzir a viscosidade da mistura, foi utilizado como componente surfactante. Foram utilizados três composições diferentes da mistura: A (94%, 5%, 1%), B (92%, 7%, 1%) e C (98%, 8%, 1%), em volume, sendo, respectivamente, cera de carnaúba, polietileno e ácido esteárico. Desta forma, a solução de compromisso adotada foi um veículo orgânico com 94% de cera de carnaúba, 5% de polietileno e 1% de ácido esteárico, conforme mostrada na Fig. (2).

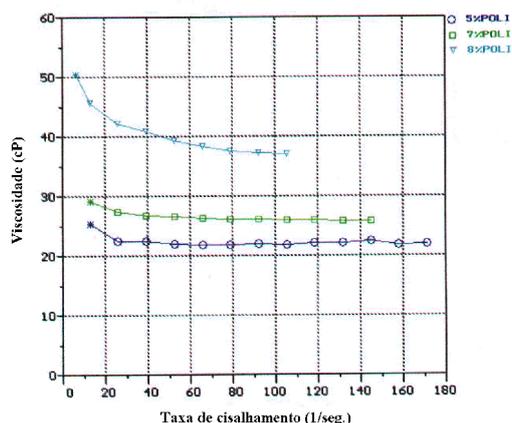


Figura 2. Viscosidade X taxa de cisalhamento do veículo orgânico.

4.2. MISTURA

A obtenção das misturas pó-veículo orgânico para alimentação do processo de moldagem a baixa pressão, foi realizado em extrusora. Os estudos de análise termogravimétrica e ensaios de viscosidade foram realizados nas misturas usando as composições de 80% em pó de alumina e 20% de veículo orgânico em peso, com proporções variadas dos componentes cera de carnaúba, polietileno e ácido esteárico. Pode-se observar que as perdas de massas para as composições A, B e C são praticamente iguais como mostrado na Tab. (1). Todos apresentaram aproximadamente o mesmo percentual de perda máxima de massa com a temperatura. Pode-se concluir, assim, que nas três misturas A, B e C, a saída do veículo orgânico ocorreu na mesma faixa de temperatura.

Tabela 1 . Percentual de perda de massa das misturas.

Perda de Massa (%)	Mistura (A)	Mistura (B)	Mistura (C)
	20,195	19,715	20,073

O gráfico da Fig. (3) apresenta a viscosidade das misturas em função da taxa de cisalhamento aplicada. Todas as curvas foram obtidas a uma temperatura de 140°C e com uma composição de 80% de alumina e 20% de veículo orgânico utilizada nas seguintes proporções: curva com marcação circular (-O-) 94% de cera de carnaúba, 5% de polietileno e 1% de ácido esteárico; curva com marcação quadrada (-□-) 92% de cera de carnaúba, 7% de polietileno e 1% de ácido esteárico; curva com marcação triangular (-▽-) 91% de cera de carnaúba, 8% de polietileno e 1% de ácido esteárico.

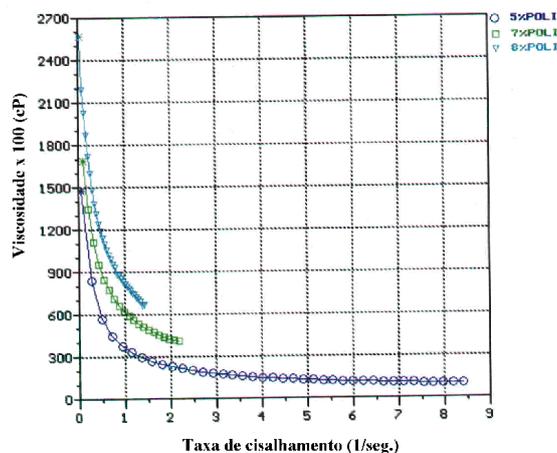


Figura 3. Viscosidade x Taxa de cisalhamento das misturas A, B e C

4.3. INJEÇÃO

As misturas foram injetadas a temperatura de 140°C, e o ciclo de moldagem teve duração em torno de 18 segundos, tempo considerado ótimo em relação ao previsto em trabalhos que o estimam em 1 minuto (Fortulan, 1994).

4.4. REMOÇÃO DE VEÍCULO ORGÂNICO

A remoção do veículo orgânico foi obtido pelo processo térmico. Um dos maiores problemas encontrados na extração do veículo orgânico foi o tempo relativamente longo. A rampa de temperatura usada é apresentada na Fig. (4).

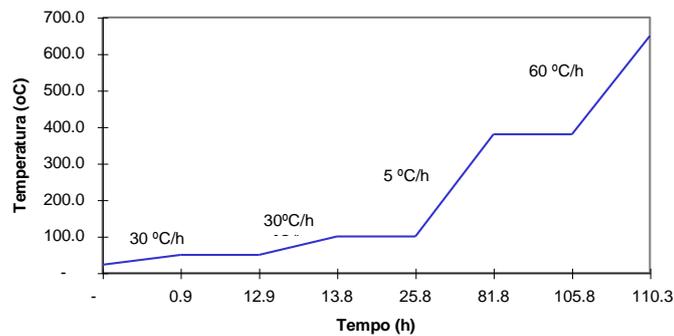


Figura 4. Curva de temperatura X tempo utilizado para remoção do veículo orgânico.

4.5. SINTERIZAÇÃO

A Figura (5) apresenta os guia-fios cerâmicos após a sinterização em temperatura de 1650°C. Estes apresentaram bom aspecto físico, sem rachaduras e com uma densificação de 93% da densidade teórica, o que evidência a viabilidade do processo de moldagem a baixa pressão, pois a sinterização da alumina ocorreu ao ar sem o auxílio de aditivos



Figura 5. Guia-fios sinterizados a 1650°C.

5. CARACTERIZAÇÃO FÍSICAS E MECÂNICAS

5.1. VARAÇÃO DE MASSA

A Tabela (2) mostra a variação de massa das peças, no processo de moldagem por injeção a baixa pressão, nas etapas de remoção e de sinterização.

Tabela 2. Variação de massa das peças.

Varição de massa	$\Delta m/m_0$ (%)
Remoção do V.O. $19,39 \pm 0,01$	Fase de sinterização $3,26 \pm 0,06$

Percebe-se que a perda de massa é normalmente observada na etapa de remoção do veículo orgânico onde o volume de massa removida é bem maior do que na sinterização. A análise feita por termogravimetria de cada componente e da mistura, teve como objetivo verificar o comportamento da perda de massa do veículo orgânico e das misturas com a temperatura.

5.2. RETRAÇÃO LINEAR

A Tabela (3) apresenta os valores de retração linear das peças durante as etapas de injeção e sinterização.

Tabela 3. Valores de retração linear.

Retração linear média $\Delta L/L_0$ (%)	
Fase de injeção	Fase de sinterização
2,24	14,65

5.3. DENSIDADE E POROSIDADE

A Tabela (4) mostra os valores para a densidade e porosidade das amostras sinterizadas, em função do tempo de sinterização. Os resultados mostraram densidade média de $3,798 \text{ g/cm}^3$. A porosidade dos corpos de prova apresentada (7,09%), demonstrou ser um valor elevado para uma peça cerâmica de alumina, atribuído ao fato da quantidade de veículo orgânico ser elevado e ao tamanho do grão do pó utilizado. Para alcançar uma porosidade desejável pode-se diminuir a quantidade de veículo orgânico ou utilizar uma alumina mais reativa com maior área superficial específica, ou utilizar aditivos como o SiO_2 e TiO_2 que tendem a densificar a alumina em temperaturas inferiores a 1650°C .

Tabela 4. Valor da densidade média e porosidade do guia-fio sinterizado a 1650°C .

Tempo (h)	Densidade Média (g/cm^3)	Porosidade (%)
2	$3,679 \pm 0,060$	$7,09 \pm 0,02$

5.4. MICROESTRUTURA DO SINTETIZADO

A Figura (6) mostra a micrografia eletrônica de varredura das amostras polidas e atacadas termicamente, que apresentam porosidade elevada, gerando uma má densificação do corpo.

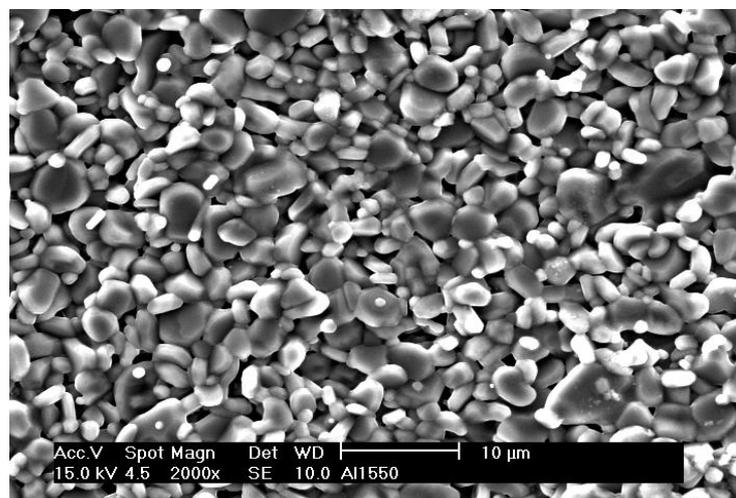


Figura 6. Al-2011SG - ataque térmico a 1550°C - 1h - Tamanho do grão $2,05\mu\text{m}$.

As medidas de tamanho de grão realizadas apresentam tamanho médio de 2,05 μ m, verificando-se uma pequena variação nas dimensões. A porosidade excessiva da alumina verificada em nosso trabalho é produzida na etapa de remoção do veículo orgânico. Uma vez as cerâmicas solicitadas mecanicamente, estes vazios passam a ser origens de fratura.

5.5. DUREZA E TENACIDADE À FRATURA

Os valores de dureza superficial e tenacidade à fratura, apresentados na Tab. (5), foram obtidos utilizando-se a técnica de impressão Vickers através de ensaios de 5 amostras, sendo realizadas 6 impressões em cada uma delas. O método da tenacidade à fratura é a indentação, bastante utilizada em materiais cerâmicos (Evans, 1976).

Tabela 5. Valores de dureza e tenacidade à fratura para a alumina.

Dureza Vickers (HV)	Tenacidade à Fratura K_c (MPa.m ^{1/2})
Dureza Média (HV) Obtida	Tenacidade à fratura K_c (MPa.m ^{1/2})
1519 \pm 133	2,22 \pm 0,33

A dureza média obtida foi de 1519 kg/mm² e desvio-padrão de 133, valores compatíveis com os obtidos por Nogueira (1992) utilizando a alumina A152-SG pelo mesmo processo, e compatíveis com (Fanelli, 1989; Nogueira, 1992), obtidos pelo processo de moldagem de injeção e usando alumina A16-SG. Verificou-se que valor da tenacidade à fratura média K_c de 2,22 MPa.m^{1/2} (desvio padrão de 0,333), obtido no trabalho, é inferior aos obtidos por Acchar (1986) e Nogueira (1992). Isto se deve principalmente à porosidade excessiva de 7,09% das amostras injetadas.

6. CONCLUSÕES

A utilização de matérias-primas nacionais para o processo de injeção de cerâmicas a baixa pressão foi demonstrada ser viável tecnicamente.

O desenvolvimento de veículo orgânico a base de cera de carnaúba evidenciou um grande potencial como componente majoritário em aplicações no processo de moldagem cerâmica a baixa pressão.

O processo de moldagem por injeção cerâmica a baixa pressão tornou-se mais viável por permitir características, como versatilidade de instalação da máquina e utilização de molde relativamente baratos, em relação ao processo de alta pressão.

As amostras foram moldadas sob uma pressão de 0,5 MPa e após o programa de remoção do veículo orgânico cuidadosamente controlado, foram sinterizadas e alcançaram um volume de densificação de 93% da densidade teórica.

O estudo de moldagem por injeção a baixa pressão para fabricação de guia-fios cerâmicos apresentaram peças com propriedades comparáveis com àquelas obtidas pelo processo de moldagem por injeção a alta pressão. Nessas investigações as amostras apresentaram dureza (Hv-20) de 1519 kg/mm² e tensão de fratura de 2,19 MPa.m^{1/2}.

7. REFERÊNCIAS

Acchar, W. , Costa, C. R. C., Madruga, T. P., 1986, “Estudo da Influência da Pre-trinca no valor de Tenacidade à Fratura de Alumina Sinterizada de Alta Pureza”, Cerâmica, Vol. 32, No. 197, pp. 105-108.

Alcoa Alumínio S/A, 1994, “Calcined Alumina APC-2011”, São Paulo. /folder/.

Batalha, G. F., 1991, “Conformação de Peças Metálicas pela Moldagem de Pós por Injeção (MPI) - Técnica e Potencialidade”, COMPO-ABM, São Paulo, pp. 78-92.

- Dantas, T. N. C., 1993, "Alternativas Tecnológicas para Cera de Carnaúba", Natal, CCE/CT.
- Edirisinghe, M. J. and Evans J. R. G., 1987, "Rheology of Ceramic Injection Moulding Formulations", British Ceramic Transactions Journal, Vol. 86, pp. 18-22.
- Evans, A. G. and Charles, E. A., 1976, "Fracture Toughness Determinations by Indentation", J. Am. Ceram. Soc., Vol. 59, No.7-8, pp. 371-372.
- Fanelli, J. A., et all, 1989, "New Aqueous Injection Molding Process for Ceramic Powders", J. Am. Ceramic Soc., Vol. 72, pp. 1833-1836.
- German, R. M. and Bose, A., 1997, "Injection Moulding of Metals and Ceramics", MPIF, New Jersey, USA.
- Kingery, W. D. et all, 1976, "Introduction To Ceramics", Second Edition, New York, John Willey & Sons, pp. 490-497.
- Mangels, J. A., 1994, "Low-Pressure Injection Molding", Caradyne Inc, Vol. 73(5), pp. 37-42.
- Mutsuddy, B. C. and Ford, R. G., 1995, "Ceramic Injection Molding", Ed. Chapman & Hall, London, U.K., pp. 7-245.
- Nogueira, R.E.F.Q., 1992, "Processing and Properties of Moulded Alumina Bodies", Londres, 192p. Tese (Doutorado) - Brunel University.
- Nogueira, R. E. F. Q., 1993, "Potencialidade e Particularidade do Processo de Moldagem de Pós Cerâmicos por Injeção", Congresso Brasileiro De Engenharia Mecânica, ABCM, Brasília, Vol. 1.
- Nogueira, R. E. F. Q. et all, 1994, "Contribuição para o Estudo do Desgaste de Cerâmicas Injetadas a Base de Alumina", Anais do III Seminário Brasileiro de Materiais Resistentes ao Desgaste, ABM, Fortaleza, Ceará, pp.81-92.
- Schwartzwalder, K., 1949, "Injection Molding of Ceramic Materials", Amer. Ceram. Soc. Bull., Vol. 28, pp.459.
- Zhang, J. G., Edirisinghe, J. and Evans, J. R. G., 1989, "A Catalogue of Ceramic Injection Moulding Defects and Their Causes", Industrial Ceramics, Vol. 9, No.2, pp.72-82.

DEVELOPED A REGIONAL ORGANIC VEHICLE OF LOW VISCOSITY BASED ON CARNAUBA WAX.

M. R. de Sousa- Rua: Raimundo Firmino de Oliveira- 400–Costa e Silva – 59628-330 - Mossoró – RN - rosimarsousa@cefetrn.com. IFRN - Campus -Mossoró.

This work has as purpose to describe the low-pressure ceramic injection-moulding process applied to the fabrication of a ceramic component (thread-guide) used in the textile industry. The material used (ceramic powder and organic vehicle) are of easy obtainment in the national market. It was organized and developed a regional organic vehicle of low viscosity based on carnauba wax, compatible with the ceramic powder injection. Analysis of viscosity was used to optimize the proportions of different components of organic vehicle and the adequate temperature for low pressure mass injection (0,5 MPa). It was designed and assembled a simple mould of two cavities in low carbon steel for injection of thread-guide. The pieces injected were tested as much as homogeneity of the mixture. The removal of the organic vehicle was carried out by thermal degradation in furnace, the ramps utilized for programming were determined by means of thermogravimetric analysis. Finally, the pieces were sintered and characterized physically and mechanically. The results show that the organic vehicle is compatible to the process. The sintered bodies showed densification 93 % of theoretical density, medium hardness compared with the literature. The scanning electronic microscopy (SEM) revealed a homogeneous microstructure. All these results indicated that the low-pressure injection process may be successfully used for fabrication of ceramic thread-guide for textile industry.

Keywords: *Moulding, ceramic, injection, low-pressure, organic vehicle.*