

CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS PARTICULADOS POR “LIGHT SCATTERING”

R. Martinelli Oliveira (1), S.F. Brunatto (1)

(1) Laboratório de Materiais e Tratamentos Superficiais - LaMaTS, Departamento de Engenharia Mecânica, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, Centro Politécnico, Bloco IV, Curitiba PR, Caixa Postal 19011, cep: 81531-990.

Palavras Chaves: metalurgia do pó, light scattering, materiais particulados, ultra-som, distribuição de tamanho de partícula, laser.

RESUMO

Na metalurgia do pó (MP), a caracterização de materiais particulados é etapa fundamental no processo uma vez que suas características determinarão muitas das propriedades do produto acabado. Segundo German (1994), o uso da técnica de “light scattering”, ou de laser, propriamente dito, para a determinação da distribuição de tamanho de partícula e superfície específica é indicado por ser ágil, de baixo custo e boa precisão, podendo ser utilizado tanto na indústria quanto em centros de pesquisa. Para o caso específico da superfície específica da partícula, são consideradas variáveis como a massa específica, o fator de forma e o diâmetro médio. Em uma suspensão, as partículas de pó podem estar aderidas, uma a outra, pela ação de forças eletrostáticas fracas, forças de Van der Waals, sendo que solventes polares em solução eletrolítica e ou ultra-som podem ser usados como técnicas de desaglutinação. Portanto, a homogeneidade da suspensão preparada para análise e a desaglutinação das partículas, são fatores determinantes no sucesso da análise (Iacocca, 1998).

O pentóxido de nióbio é de interesse por tratar-se de um pó usado na fabricação de capacitores cerâmicos, lentes ópticas, atuadores cerâmicos, ferramentas e ainda como elementos estruturais, onde resistência ao calor e à abrasão são necessárias. Considerando tais interesses, este trabalho tem por objetivo avaliar procedimentos de preparação de amostra para serem analisadas por “light scattering”, com a finalidade de identificar fontes de erros, visando à descrição de um procedimento ótimo, quando do uso da referida técnica na caracterização de pós segundo a distribuição de tamanho de partícula, tamanho médio de partícula e superfície específica. Os procedimentos utilizados foram: **a)** preparo da suspensão, na proporção de 200mL de água, 10mL de silicato de sódio e 5g de pó e posterior adição de frações da solução ao recipiente de análise do aparelho até atingir a concentração de operacionalidade do aparelho; **b)** preparo de uma suspensão única com concentração já ajustada, onde todo pó utilizado no preparo será analisado, na proporção de 10mL de água, 5mL de silicato de sódio e 160mg de pó; **c)** preparo de uma suspensão única, na proporção de 10mL de água, 5mL de silicato de sódio e 105mg de pó, seguido de banho de ultra-som para diferentes tempos. Neste trabalho foi utilizado como material de análise o pó de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) de grau óptico, o qual é um pó cerâmico. Nos três procedimentos utilizou-se a água como solvente e silicato de sódio como dispersante, formando-se, portanto, uma suspensão polar com íons Na^+ e Si^{4-} e partículas de Nb_2O_5 dispersas, devido a sua insolubilidade em água. As análises das amostras de pó foram desenvolvidas em aparelho CILAS 1064, o qual obedece ao princípio de Fraunhofer e de Mie, que segundo Pohl (1998), o ângulo e a intensidade de dispersão de um feixe de laser, incidente sobre a partícula, varia de acordo com o tamanho da partícula. Nestes procedimentos, a análise estatística dos

resultados de medição de cada procedimento e a operacionalidade foram utilizados como critérios de comparação entre os procedimentos.

No procedimento **a** após quatro medições realizou-se a análise estatística dos resultados sobre o diâmetro médio de cada distribuição e obteve-se como resultado de medição $24,67\mu\text{m}$, com um desvio padrão de $8,61$. Tendo em vista a alta incerteza o procedimento **a** foi considerado experimentalmente inaceitável, sendo esta dispersão de resultados gerada devido à formação de uma suspensão não homogênea. No procedimento **b** obteve-se um resultado de $33,26\mu\text{m}$ e um desvio padrão de $1,04$. Comparativamente, a dispersão dos resultados obtidos por **b** é muito menor que aquela obtida por **a**, portanto, o procedimento **b** que apresentou repetibilidade. No procedimento **c**, onde foi utilizado o ultra-som como técnica de desaglomeração, obteve-se um resultado de $22,53\mu\text{m}$. Análises encontram-se em andamento para determinar a dispersão dos resultados no caso deste procedimento, entretanto pode-se esperar uma baixa incerteza, tendo em vista os resultados obtidos através do procedimento **b**. Apesar de não ter sido encontrado na literatura específica trabalhos que determinassem o tempo ideal de ultra-som, ou mesmo modelos matemáticos que possibilitassem as informações, Iacocca (1998) preconiza que o tempo e a potência de ultra-som, assim como o volume da suspensão, são parâmetros que afetam a desaglomeração das partículas. Os resultados obtidos através deste procedimento mostram que o diâmetro médio da partícula diminuiu com o tempo de ultra-som no preparo da amostra até um valor determinado, correspondente a um tempo ótimo de ultra-som, onde não ocorrem variações significativas no diâmetro médio de acordo com o tempo de banho, como mostrado na Figura 1.

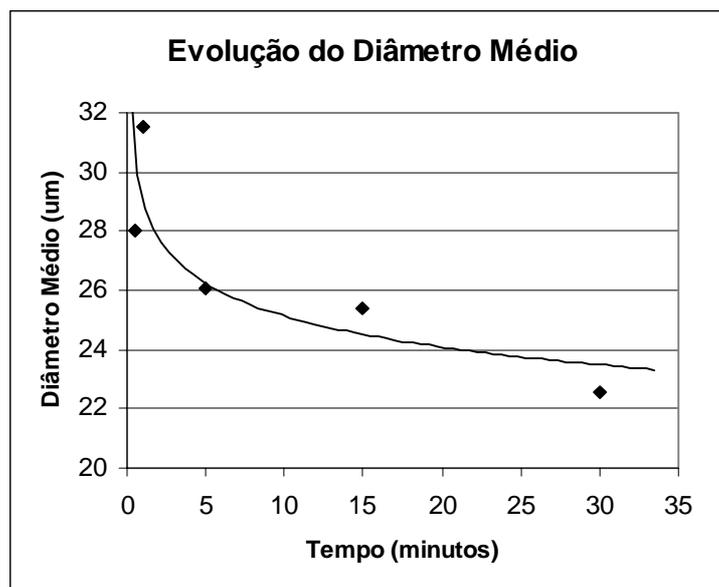


Figura 1: Evolução do diâmetro médio da distribuição de tamanho de partícula de acordo com o tempo de ultra-som utilizado no preparo das amostras.

A diferença entre o diâmetro médio obtido através do procedimento **b** e o procedimento **a** é de aproximadamente 30%, sendo, portanto, a aglomeração das partículas uma fonte de erro considerável no procedimento **b**. A redução da quantidade de pó utilizada no preparo da suspensão do procedimento **c**, deve-se ao fato que a concentração de partículas aumenta com o tempo de ultra-som, à medida que as partículas se desaglomeram.

Portanto, a aglomeração de partículas juntamente com a continuidade da suspensão são fontes geradoras de erros, as quais foram minimizadas no procedimento **c** com o preparo de uma suspensão de solvente polar com íons dispersos, análise de toda suspensão preparada e

o uso do banho de ultra-som, resultando em uma menor incerteza de medição, agilidade, reduções da quantidade de pó necessárias, conseqüentemente reduzindo o custo por análise.

AGRADECIMENTOS:

Os autores agradecem a CBMM, Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, pela doação da matéria prima, ao LAMIR, Laboratório de Minerais e Rochas do Departamento de Geologia da UFPR, pelo apoio à pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

German, R. M. - Powder Metallurgy Science. Metal Powder Industries Federation, p. 16; 28-81. 1994

Iacocca, R. G. - Particle Size and Size Distribution. The Pennsylvania State University. ASM Handbook. V. 7, p 234-237. 1998

Pohl, M. C. - Light Scattering. Horiba Instruments. ASM Handbook. v. 7, p. 250-255. 1998

Maftoum, W. R. R., Ikeda, M., Melo, C. F. - A Metrologia e os Sistemas de Qualidade. LACTEC. 1999

Gonçalves, A.A. - Metrologia – Parte I. LABMETRO. UFSC. Florianópolis. 1997