

1. INTRODUÇÃO

No processamento de materiais cerâmicos, a etapa de conformação consiste na compactação de um pó na forma final, ou próxima da forma final. O processo consiste na aplicação de um campo elétrico em uma barbotina (argila+água em suspensão), onde a argila move-se em direção ao eletrodo positivo (cátodo) e a água é retirada no eletrodo negativo (ânodo).

Este trabalho investigou a fabricação de tubos de cerâmica por conformação eletroforética. O processo consistiu na aplicação de um campo elétrico em uma suspensão aquosa, composta por uma mistura de um caulim e uma argila esmectítica, em diferentes proporções, e o silicato de sódio, como dispersante. As matérias-primas foram caracterizadas por meio de análise química, mineralógica e análise granulométrica. A matriz utilizada para a conformação da massa cerâmica permitiu a obtenção de tubos, de modo a propiciar conformação a partir de um campo elétrico. Os corpos-de-prova foram confeccionados em diferentes dosagens de caulim e argila esmectítica, variando-se a tensão aplicada. O teor de água foi ajustado para otimizar o carregamento da matriz.

Os corpos-de-prova passaram por uma etapa de secagem, com controle da retração e, após, procedeu com a queima em temperatura (1100°C) pré-determinada em estudos anteriores. Os tubos obtidos foram caracterizados em função da retração e porosidade, e associados à tensão aplicada na conformação e quantidade de água. Os resultados obtidos foram relacionados com as propriedades das matérias-primas.

2. OBJETIVOS

- Obtenção de corpos cerâmicos por Deposição Eletroforética (DEF), a partir de uma barbotina à base de uma argila esmectítica com diferentes adições de caulim;
- Caracterização das amostras quanto à retração, porosidade aparente e densidade;
- Determinar a influência da adição de Caulim nas propriedades para diferentes voltagens;
- Determinar metodologia para compreensão de variáveis do fenômeno da DEF e sua aplicação como filtro cerâmico.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Tabela 1: Análise química da esmectita feita por fluorescência de Raios-x.

FRX	Esmectita
SiO ₂ (%)	66,2479
Al ₂ O ₃ (%)	20,4063
Fe ₂ O ₃ (%)	2,6311
MgO (%)	2,2359
CaO (%)	0,3341
Na ₂ O (%)	0,0536
K ₂ O (%)	2,698
P ₂ O ₅ (%)	0,0705

Tabela 2: Distribuição granulométrica das partículas constituintes das argilas analisadas em granulômetro a laser.

Distribuição granulométrica da matéria-prima (m.u.)			
Amostra	<10%	<90%	Média
Esmectita	0,84	18,92	7,48

A Tabela 1 mostra que a esmectita é basicamente composta de SiO₂ e Al₂O₃. Este material foi triturado e moído em um moinho de bolas por 40 min. O pó utilizado para o processo de conformação por eletroforese foi passante na peneira de mesh #200. A distribuição granulométrica da esmectita está mostrada na Tabela 2. A Figura 1 mostra o potencial zeta da esmectita em relação a variação do pH. Observa-se que em meio aquoso, a partícula comporta-se como um portador de cargas negativas, o que implica mobilidade e deposição no ânodo do sistema. Foram analisadas três composições de esmectita(A):e caulim (C) e A100, A80 e A60.

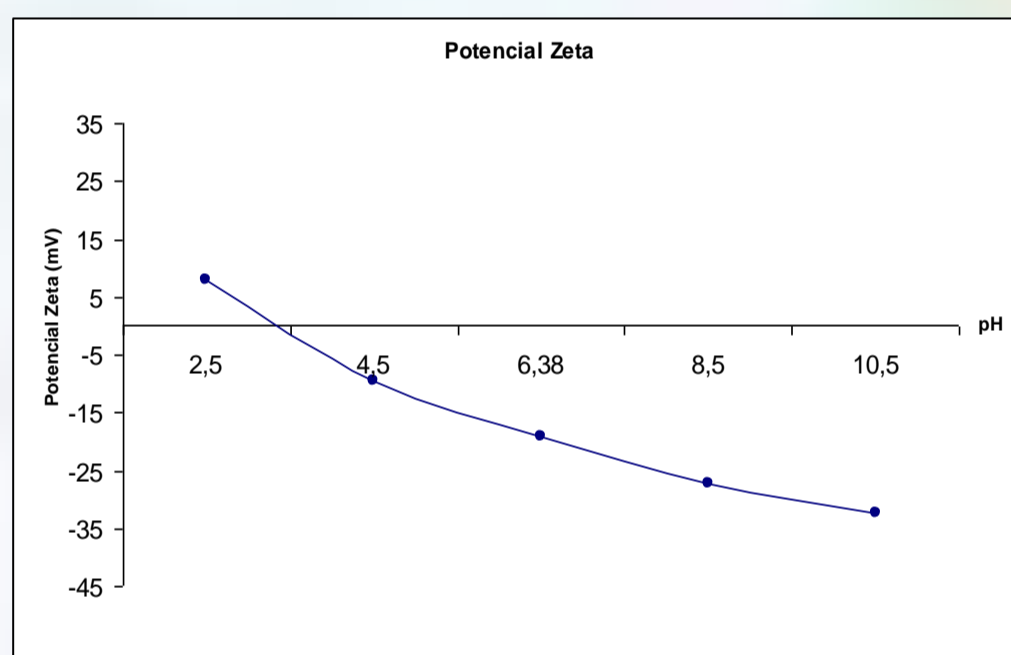


Figura 1. Curva de Potencial Zeta da esmectita em relação à variação do pH. No pH natural 6,38, nota-se um Potencial Zeta de aproximadamente -19,28 mV, significativo em condições naturais.

3.1 EQUIPAMENTO E METODOLOGIA

A máquina aqui utilizada foi feita de forma a se adequar a determinadas características, principalmente que tivesse a menor manipulação possível. Reduzindo desta forma deformações causadas por fatores exteriores à máquina. E como ilustrado na Figura 2 e 3, ela se baseia em duas partes, servindo uma como ânodo e outra como cátodo no processo de conformação.

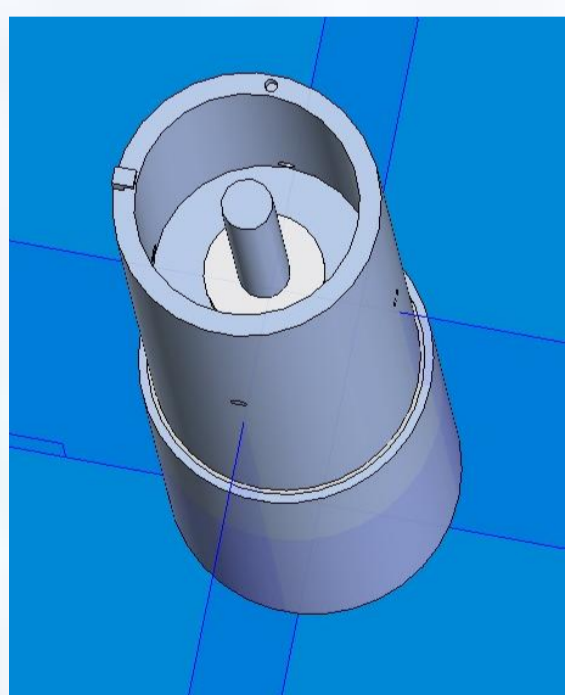


Figura 2. Eletrodo central (positivo) da matriz de conformação e estrutura externa em aço inox, com o cilindro em nylon para efetuar a remoção do tubo conformado.

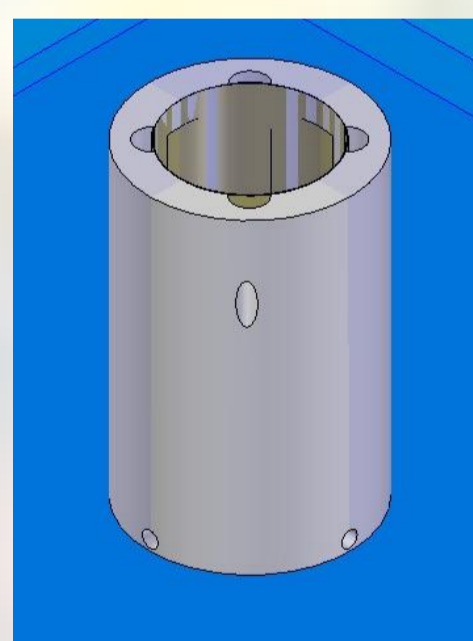


Figura 3. Tela de aço inox e camisa polimérica, (devidamente projetada para que ocorra a saída da água) compondo o eletrodo externo (negativo) da matriz de conformação

O argumento universal de quanto menos água na formulação, melhor; aqui se torna mais evidente. Isto será assunto mais adiante. A outra questão é reológica, que no caso da máquina projetada, determina uma quantidade mínima de água para que a barbotina possa fluir, uma vez que ela é injetada por uma seringa. Os três teores utilizados são de 43, 45 e 47% de água em base úmida.

A segunda variável é a quantidade relativa de esmectita e caulim, aqui as usadas são 100, 80, 60, 50 40% de esmectita. E a terceira variável é a diferença de potencial do campo elétrico: 6, 9 e 12 V. A escolha destes valores é natural, considerado-se esses, os primeiros ensaios como testes iniciais do desenvolvimento do método de pesquisa presente juntamente com a determinação da temperatura de queima para sinterização.

Devido às características construtivas da máquina, o tempo de conformação é determinado pelo aspecto visual de como se comporta o processo. Importante citar que as liberações de oxigênio no eletrodo de conformação (eixo central) e hidrogênio no eletrodo de acúmulo de água (tela periférica) ocorrem em decorrência da eletrólise da água.

3.2 A CONFORMAÇÃO EM TUBOS

A máquina aqui utilizada foi feita de forma a se adequar a determinadas características, principalmente que tivesse a menor manipulação possível. Reduzindo desta forma deformações causadas por fatores exteriores à máquina.

O argumento universal de quanto menos água na formulação, melhor; aqui se torna mais evidente. Isto será assunto mais adiante. A outra questão é reológica, que no caso da máquina deste capítulo determina uma quantidade mínima de água para que a barbotina possa fluir, uma vez que ela é injetada por uma seringa. Os três teores utilizados são de 43, 45 e 47% de água em base úmida.

A segunda variável é a quantidade relativa de esmectita e caulim, aqui as usadas são 100, 80, 60, 50 40% de esmectita. E a terceira variável é a diferença de potencial do campo elétrico: 6, 9 e 12 V. A escolha destes valores é natural a partir das experiências já realizadas.

Devido às características construtivas da máquina, o tempo de conformação é determinado pelo aspecto visual de como se comporta o processo. Importante citar que as liberações de oxigênio no eletrodo de conformação (eixo central) e hidrogênio no eletrodo de acúmulo de água (tela periférica) ocorrem em decorrência da eletrólise da água.

3.3 ANÁLISE QUALITATIVA

O primeiro critério seletivo é qualitativo: manuseio da peça recém conformada. Três níveis são considerados:

- ✓ A peça extraída da máquina não deforma e tem uma aparência rígida.
- ✓ Não deforma com leve pressão.
- ✓ Deforma facilmente.

O nível 3 desqualifica a peça. Esta desqualificação pode ocorrer por insuficiência eletroforética (baixíssima diferença de potencial, excesso de água de formulação e alto teor de caulim). Um segundo critério leva em conta o excesso de deposição eletroforética, ocorre quando a peça sofre alta retirada de água (associa alta diferença de potencial com teor alto de esmectita). Como consequência, a peça trinca.

A figura 3 mostra os limites de operação da máquina, tanto por fatores mecânicos do próprio aparato, como pela formulação da barbotina. Os três retângulos em que cada cor está incluída representam os três níveis de diferença de potencial: 6, 9 e 12 V, a partir da esquerda. Os espaços coloridos representam as peças qualificadas, enquanto que os espaços cinza, as desqualificadas.

Dois limites bastante claros logo aparecem, nenhuma peça é considerada de qualidade se tiver 43% de água (três colunas verticais) ou 40% de esmectita na formulação (faixa horizontal). É claro, por razões diferentes, comentadas anteriormente.

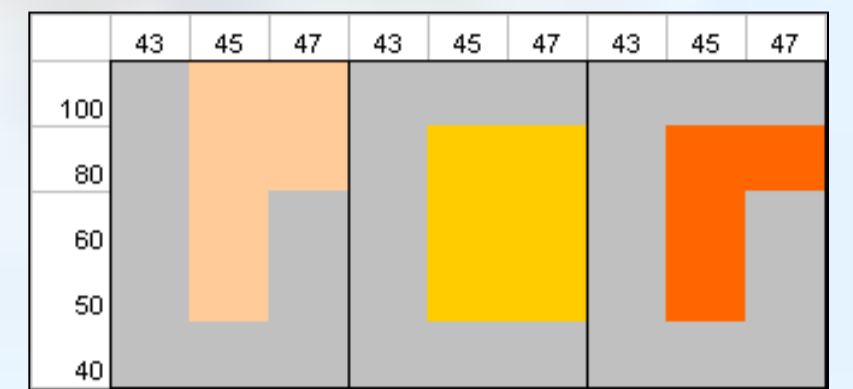


Figura 3 - Limites operacionais na conformação dos tubos conformados

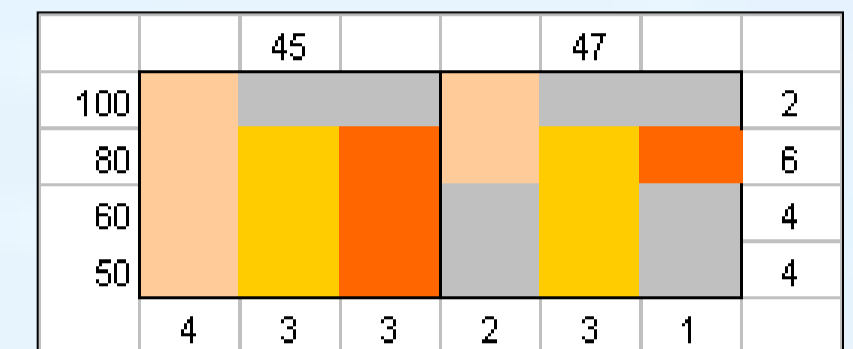


Figura 4 - Regiões operacionais de peças qualificáveis

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Todos os corpos de prova, com mencionados anteriormente, foram submetidos à queima, na temperatura de 1100°C, em uma rampa de aquecimento de 150°C/h. Tais parâmetros foram determinados a partir de estudos anteriores.



Figura 5 - tubos cerâmicos no forno, logo após a sinterização.

a) Retração e porosidade:

Compõem-se no gráfico da figura 6 a relação direta entre dois diâmetros, da peça seca na abscissa e de peça sintetizada na ordenada. A quantidade relativa maior de esmectita, em contrapartida ao caulim, deixa a peça mais compacta e, em decorrência, mais fundente. O que se confirma quando se relaciona o diâmetro da peça seca com a porosidade, mostrado na figura 7.

Fechando o ciclo, a figura 8 apresenta o gráfico da porosidade contra o teor de esmectita. Como esta argila é muito mais fundente que o caulim, seu aumento faz diminuir a porosidade. Existe uma distribuição na variação de porosidade que segue um padrão, é o que também mostra a mesma figura.

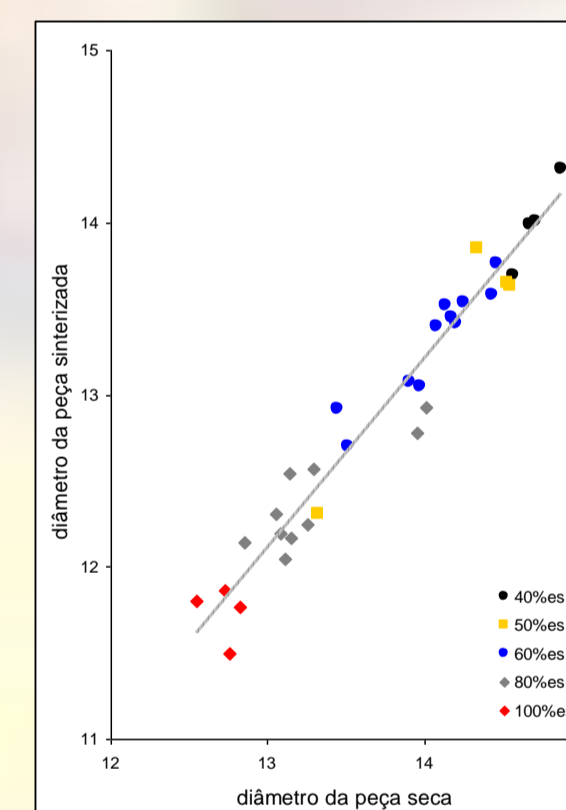


Figura 6 - Correlação entre o diâmetro da peça seca versus diâmetro da peça sinterizada

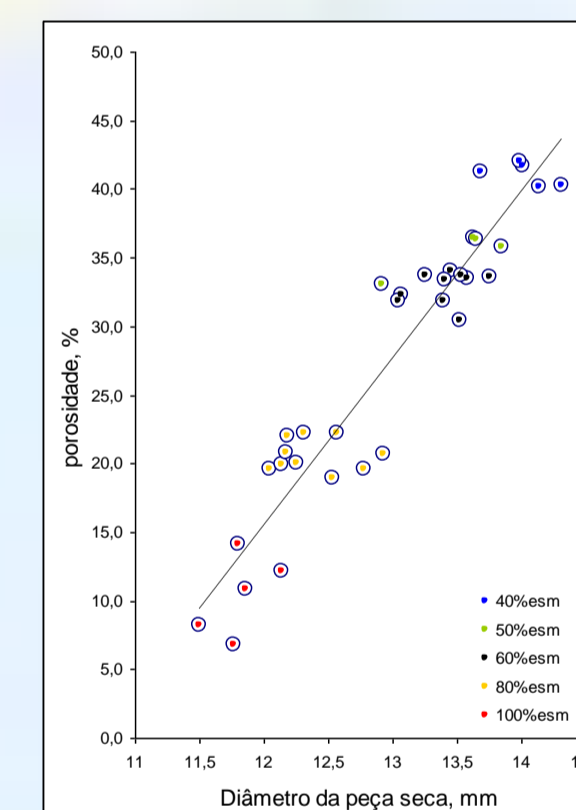


Figura 7 - Correlação entre o diâmetro da peça seca versus porosidade

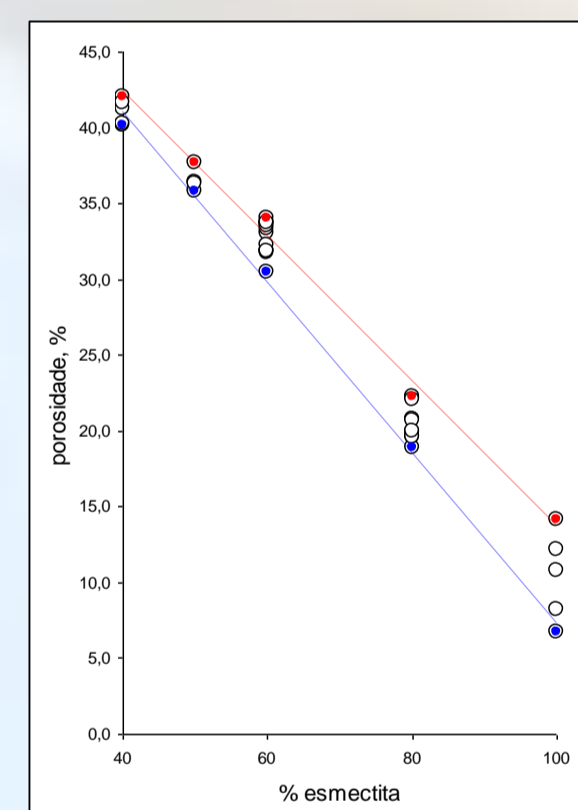


Figura 8 - Correlação entre o teor de esmectita e porosidade

b) Efeitos eletroforéticos:

A priori, um aumento da ddp leva a um acréscimo proporcional da corrente elétrica, este comportamento está exemplificado na figura 9. A corrente elétrica inicial, quando a deposição eletroforética dá a partida, é mostrada em função dos três níveis de ddp. Há um aumento quase linear, para qualquer formulação. Entretanto, quando mais esmectita tiver esta última, menor será a energia necessária. Isto está relacionado com a quantidade de carga existente, a capacidade de troca catiônica da esmectita, que é bastante alta, comparada com a quantidade de cátions existente no caulim.

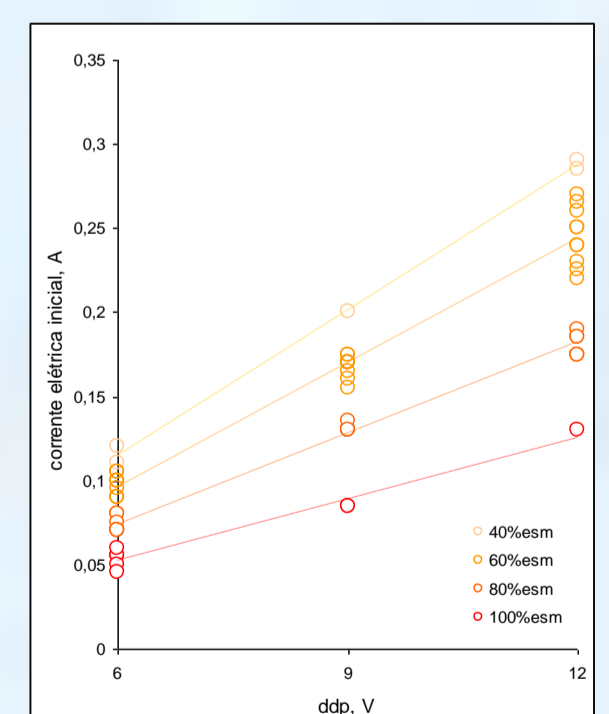


Figura 9 - Corrente elétrica inicial versus ddp para várias formulações

5. CONCLUSÕES

- Os ensaios relatados acima mostram correlações que, na continuidade dos experimentos, devem ser confirmadas e desdobradas;
- O primeiro ponto determinado é a temperatura de queima: 1100°C. Uma segunda afirmação a ser considerada é a água na barbotina. Com a modificação adequada do aparato de conformação eletroforética da peça, a quantidade de água na formulação pode ser levada a um mínimo reológico, independente dos aspectos construtivos da máquina. Assim, experimentalmente esse mínimo é de 42% de água em base úmida.
- O oxigênio, produzido no eletrodo de deposição, deve ser sempre retirado do sistema, pois sua intromissão na peça é danosa, já o hidrogênio saído do eletrodo da água pode ser um gerador de porosidade.
- Foi desenvolvida uma metodologia para obtenção de amostras produzidas por eletroforese da esmectita com diferentes adições de caulim. As variáveis envolvidas diretamente com o processo como tensão elétrica e tempo de conformação foram obtidos através de vários pré testes e mostraram que com tensões entre 4 e 8V se obteve amostras de melhor resistência mecânica.