ADAPTAÇÃO DE MÁQUINA UNIVERSAL DE ENSAIOS PARA ESTUDO DE INJEÇÃO DE MASSA CERÂMICA GELEIFICADA

L. C. Garcia¹, A. L. T. Melo¹, M.S. de Araújo¹, J.A. Cerri² leo-for@hotmail.com, analuisa.tomita@hotmail.com, araujo@utfpr.edu.br, cerri@utfpr.edu.br Campus Curitiba - Sede Ecoville R. Dep. Heitor Alencar Furtado, 4900 - Curitiba / PR, Brasil - CEP 81.280-340 Universidade Tecnológica Federal do Paraná ¹Depto. Acadêmico de Mecânica ²Depto. Acadêmico de Construção Civil / Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

RESUMO

O processo de injeção cerâmica utiliza veículo orgânico (VO) para garantir o fluxo da mistura e, permitir rigidez suficiente para manuseio após etapa de extração do veículo por queima. São utilizados como VO, polímeros termoplásticos, termorrígidos, borrachas, ceras ou termoceras (oligômeros) de menor temperatura de fusão. Alternativamente, foi adicionado água como veículo e amido como agente geleificante a uma massa cerâmica comercial de faiança. Foram avaliados os parâmetros de injeção: velocidade, pressão e tempo de injeção. Para tanto, foi adaptada uma máquina universal de ensaios a um aparato constituído de êmbolo, reservatório e molde de resina epóxi. Os perfis das curvas de força versus deslocamento do êmbolo foram usados para comparar o escoamento do material sem restrição e para preencher a cavidade do molde. A velocidade de deslocamento do êmbolo variou em 10, 50 e 90 mm/min e os diâmetros do bico injetor foram de 2, 4 e 6 mm.

Palavras-chave: injeção, cerâmica, amido, geleificação

INTRODUÇÃO

O processo de injeção de material cerâmico pode ser muito caro, devido ao próprio maquinário, que geralmente trabalha a altas pressões e temperaturas, e também, ao preço do ligante orgânico, que muitas vezes são polímeros ^(1,2). Além do grande consumo de energia térmica para eliminação do ligante, que inclusive pode liberar gases nocivos ⁽³⁾. Existem máquinas comerciais, ainda que poucas,

específicas para este tipo de aplicação. Por exemplo, a empresa Alcoa Howmet Tempcraft possui injetoras com forças de fechamento de 50.000, 75.000 e 100.000 kgf. Outra companhia norte-americana, MPI, possui modelos com 25.000, 38.000, 50.000, e 100.000 kgf de força de fechamento. Para injeção a baixa pressão a empresa Peltsman possui modelos com pressão máxima de moldagem de 4,92 kgf/cm².

Injeções de cerâmica a baixa pressão e em menores temperaturas têm sido estudados com outros veículos orgânicos de baixa massa molecular como ceras e parafinas ^(4,5), como ligantes alternativos. Consequentemente, resultam em menor custo e menor dano ao meio ambiente, como por exemplo o uso de suspensão aquosa com formadores de géis ^(3,6,7).

MATERIAIS E MÉTODOS

A matéria-prima cerâmica utilizada foi uma faiança fornecida pela empresa Cermassa Ltda, de Campo Largo / PR. A concentração, em peso, de pó cerâmico na massa foi em torno de 70%, tendo sido modificada com amido. Tanto as medidas reológicas quanto o teste de injeção foram realizados com o auxílio de uma máquina universal de ensaio da marca EMIC, modelo DL10.000.

A Figura 1 mostra a estrutura que comporta o copo alinhado à máquina de ensaio para os testes de reologia.



Figura 1 - Estrutura de fixação na máquina de ensaio para acomodação do copo e em detalhe o êmbolo que é acoplado à célula de carga

O sistema consiste de uma base rosqueada na máquina para não permitir o deslocamento do copo quando a carga é aplicada, e de uma estrutura na parte posterior que permite ajustes de alinhamento. Em detalhe na Figura 1 é possível

observar o êmbolo, que foi acoplado por meio de uma rosca à célula de carga da máquina de ensaio para deslocamento do material dentro do copo. A injeção do material foi realizada utilizando o mesmo dispositivo para a caracterização reológica, exceto a estrutura rosqueada à base da máquina mostrada na Figura 2, pois impediria o acoplamento dos bicos ao molde.



Figura 2 - Sistema de injeção adaptado à máquina universal de ensaio

O próprio molde restringiu a movimentação vertical do copo. O molde feito em epóxi reforçado com carga mineral, ilustrado na Figura 3 a) e b), foi acoplado ao copo por meio dos bicos injetores, Figura 3 c).



Figura 3 - Molde em epóxi para a injeção: a) molde aberto e b) molde fechado e c) bicos injetores

Para o estudo, foram escolhidas as velocidades de deslocamento do êmbolo de 10, 50 e 90 mm/min e foram acopladas ao copo e ao molde os bicos com 2,65,

4,40 e 6,30 mm de diâmetro, todos com 18 mm de altura total, sendo 5 mm com o diâmetro constante apresentados na Figura 3 c).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização Reológica

Ensaios iniciais foram realizados com o copo vazio, para cada velocidade de descida do êmbolo. Assim, foi possível mensurar o erro associado, desvio ao alinhamento do pistão, e ajustar as partes da estrutura. A Figura 4 mostra os gráficos de força versus deslocamento para os testes com o copo vazio.



Figura 4 - Gráficos de força versus deslocamento com copo vazio para cada velocidade de êmbolo

Antes de começar a medida da força na máquina de ensaio, para todas as condições de velocidade e de diâmetro, o êmbolo foi deslocado até que se começasse o escoamento do material pelo bico para o ambiente externo.

Um exemplo do comportamento das curvas sem esse escoamento prévio é mostrado na Figura 5. É possível notar que há um patamar de força, antes da elevação acentuada da resistência. Este patamar mostrou intervalos de deslocamento e intensidades distintas de força para cada ensaio realizado, sendo influenciado pelo preenchimento manual do copo. A partir disso, foi adotado o procedimento de permitir um escoamento inicial da massa antes dos ensaios, para pré-compactar a massa, com intuito de eliminar bolsões de ar não eliminados durante o preenchimento manual do copo. Para realização dos ensaios, a força medida pelo programa nessa pré-compactação foi então zerada. Isso significa que as curvas e dados apresentados a seguir não consideram essa resistência na primeira etapa. Após esse procedimento inicial, foi então realizado o ensaio.

538



Figura 5 - Curvas força versus deslocamento sem escoamento prévio de material

Da Figura 6 a 8 podem ser observados os gráficos força versus deslocamento para cada velocidade de descida do êmbolo, utilizando os bicos de diâmetros iguais a 6,30, 4,40 e 2,65 mm, respectivamente.

O aumento linear de resistência nos deslocamentos iniciais, para todos os diâmetros de bicos, foi em 124 ± 1 mm, havendo sobreposição das curvas nesta faixa de deslocamento do êmbolo.

Antes de passar por todo o bico e escoar para o ambiente externo, o material precisa ser exposto a uma tensão mínima para o escoamento, tal como um fluido de Bingham. Esse comportamento característico do material é indicado pela equação da reta obtida no gráfico da Figura 9, na qual o valor da força, que representa as perdas, foi considerado igual a zero.

De fato, a força de escoamento é a necessária para vencer a força de adesão entre as partículas e a inércia de uma suspensão coloidal. Em seguida, a força tende a se manter constante como resultado do escoamento, já em fase contínua, em regime permanente.

Tanto para o bico de 6,30 mm, quanto o de 4,4 mm de diâmetro, a força necessária para o regime permanente variou entre aproximadamente 100 a 200 N nas distintas velocidades, produzindo curvas similares, sendo que os valores exatos estão mostrados na Tabela 1. Pode-se observar que foi sensível o aumento da força de escoamento para o bico de 2,65 mm de diâmetro, a qual variou de 277 a 410 N.



Figura 6 - Gráfico de força por deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico injetor de 6,30 mm



Figura 7 - Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico injetor de 4,40 mm



Figura 8 - Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico injetor de 2,65 mm

22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil



Figura 9 - Gráfico de tensão versus taxa de cisalhamento calculadas a partir das forças médias resultantes do escoamento pleno da massa cerâmica

Tabela 1 - Valores médios das forças e o coeficiente de variação para escoamento pleno para cada combinação de diâmetro e velocidade

	10 mm/min	50 mm/min	90 mm/min
6,30 mm	109 N (9%)	124 N (22%)	185 N (6%)
4,40 mm	104 N (19%)	142 N (12%)	192 N (14%)
2,65 mm	277 N (10%)	375 N (8%)	410 N (4%)

<u>Injeção</u>

Em função dos resultados apresentados e discutidos no ensaio reológico, optou-se por testar o preenchimento da cavidade apenas para o bico de 2,65 mm de diâmetro. Esta condição é a mais suscetível às mudanças de velocidade de deslocamento do êmbolo e também, é a que apresenta as condições extremas de esforços para escoamento, uma vez que o intuito deste trabalho é comparar com as pressões já utilizadas em processos de injeção de pós cerâmicos. A Figura 10 exemplifica o comportamento da força de resistência ao deslocamento do êmbolo durante o preenchimento da cavidade do molde.

22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil



Figura 10 - Perfil típico da força de resistência ao deslocamento durante o preenchimento do molde dividido em etapas

As etapas observadas são: a de pré-compactação (I), resistência ao escoamento (II), preenchimento da cavidade (III) e empacotamento (IV), cujos comportamentos são detalhados a seguir:

- pré-compactação (I) esse patamar é resultado do empacotamento do material e da eliminação de grandes espaços com bolsões de ar na massa, que surgem durante o preenchimento manual do copo. Antes do ensaio não foi possível escoar o material, pois o próprio molde apoiava o copo por meio do bico acoplado;
- resistência ao escoamento (II) nessa inclinação do perfil, a força tende a aumentar a uma taxa acentuada para vencer a resistência ao escoamento do material em passar pelo bico, similar ao que ocorreu no ensaio de reologia capilar;
- preenchimento da cavidade (III) nesse segundo patamar ocorre a injeção do material na cavidade do molde, representado pelo aumento da força com uma inclinação bem menos acentuada que em relação a etapa II, antes da passagem do material pelo bico. Nessa região de preenchimento, a força aumenta gradativamente durante o processo como pode ser observado na curva, diferentemente do que ocorre no ensaio de reologia, no qual após a compactação tende a se manter constante. Isso é provavelmente resultado da formação de uma barreira imposta pelo próprio material, que pode ter acumulado na entrada e não ter escoado completamente para as laterais e o fundo do molde. Pode ser também resultado da diminuição do volume disponível para preenchimento, similarmente ao que ocorre no processo de injeção de polímeros,

em que, quanto mais material entra na cavidade, maior é a resistência encontrada para inserir material adicional.

empacotamento (IV) - por último, já com o molde preenchido, a força medida tende a se elevar novamente, visto que agora a massa extra leva a uma maior compactação dentro da cavidade, aumentando significativamente a resistência ao preenchimento. Como não era possível prever a força necessária para o total preenchimento da cavidade antes da realização dos testes, o critério de parada do ensaio foi o rompimento da vedação do molde feita de silicone e, o consequente escoamento do material para o meio externo. Essa região é evidenciada no gráfico como uma queda da força medida após o aumento linear acentuado da fase de empacotamento do material no interior da cavidade.

> ▲ 10 mm/min ■ 50 mm/min ■ 90 mm/min 1600 1400 1200 1000 ŝ Força (800 600 400 200 5 25 30 0 10 15 20 35 Deslocamento (mm)

A Figura 11 apresenta as curvas em função das velocidades estudadas.

Figura 11 - Gráfico de força por deslocamento do preenchimento do molde para as velocidades de êmbolo de 10, 50 e 90 mm/min e diâmetro do bico de 2,65 mm

Comparando as velocidades de deslocamento do êmbolo, observa-se que a inclinação da reta da etapa de resistência ao escoamento na injeção é maior que na caracterização reológica, com taxas entre 126 e 136 N/mm, justamente pelo material ter passado pela etapa de pré-compactação, aumentando assim a força necessária para atingir o escoamento pleno. É possível ainda observar que há um aumento na força de escoamento para o interior da cavidade em relação ao escoamento pleno, nas mesmas condições do ensaio reológico. Isso deve-se ao atrito gerado pela restrição ao escoamento promovido pelo material no molde, juntamente com as forças adicionais necessárias para a pré-compactação da massa, cuja região de

patamar inicial fica evidente nas curvas. Como comentado anteriormente, essas forças não estão inclusas nos resultados da caracterização reológica.

Os valores das forças de início e fim de preenchimento do molde, retirados das curvas apresentadas, foram tanto maiores quanto maior a velocidade do êmbolo, entre 410 e 490 N à velocidade de 10 mm/min; 530 e 650 N à 50 mm/min e; 800 e 1050 N à 90 mm/min. Adicionalmente, o que se verificou foi um aumento da taxa de força por deslocamento com o aumento da velocidade. Como uma aproximação, foi medida a inclinação de uma reta que liga os dois pontos de força mínima e máxima nessa fase, para as três curvas. Os valores obtidos foram de 6, 8 e 18 para as velocidades de êmbolo de 10, 50 e 90 mm/min, respectivamente. Além disso, os tempos entre início e término do preenchimento da cavidade foram de 73, 15 e 9 segundos, da menor para a maior velocidade de êmbolo, inversamente proporcional à velocidade. Ainda é importante destacar que o intervalo de deslocamento percorrido pelo êmbolo foi de 12,2; 12,8 e 13,6 mm com o aumento da velocidade, ou seja, houve um pequeno aumento em torno de 5% do volume de material introduzido no molde. Isso permitiu avaliar que apesar do aumento do esforço, com o aumento da velocidade de entrada do material na cavidade, não há um proporcional aumento da quantidade de massa introduzida no molde.

Provavelmente, o atrito gerado na entrada da cavidade foi o que provocou esse aumento dos esforços durante o preenchimento, devido ao tipo de escoamento imposto na entrada do molde.

Por último, já com o molde preenchido, a máxima variação entre força inicial e final de empacotamento foi de aproximadamente 400 N, valor retirado das curvas de injeção.

O processo de injeção é caracterizado principalmente pela pressão aplicada ao material para preenchimento do molde. Assim será considerada a razão da força final da fase de preenchimento do molde, indicada na curva, pela área do êmbolo, como a pressão de injeção. Essa é uma aproximação, visto que as medidas feitas pela máquina universal de ensaio apresentam erros associados às perdas por atrito e folga entre o êmbolo e a parede do copo. Com intuito de comparar os resultados apresentados, com os da literatura, será utilizada a força máxima de injeção como condição mais crítica, obtida ao utilizar o bico com diâmetro de 2,65 mm e velocidade do êmbolo de 90 mm/min. A força obtida para essa condição é de aproximadamente 1050 N. Como o êmbolo possui diâmetro de 40 mm, a pressão de

544

injeção para essa condição crítica é de 0,83 MPa. Essa pressão calculada é próxima à utilizada por Fortulan ⁽²⁾, em injeção a baixa pressão, que é de 0,70 MPa, utilizando como veículo polímeros e termoceras e, nesse caso, com proporção mássica de carga cerâmica inferior de 55% de alumina. Portanto, mesmo com a condição mais crítica, foi possível injetar material no molde em baixa pressão com a composição da massa proposta. Neste estudo, utilizou-se como veículo a água e aditivos orgânicos não tóxicos em baixa proporção, tendo como principal vantagem em toda a operação o fato de poder ser realizada a temperatura ambiente.

CONCLUSÕES

Por meio da análise reológica, constatou-se que a massa cerâmica apresenta comportamento de fluido de Bingham. Foi possível observar o aumento das forças de escoamento com aumento da velocidade de deslocamento do êmbolo, ou seja, aumento na taxa de cisalhamento. O diâmetro do bico de 2,65 mm apresentou a maior variação nas forças de escoamento devido a maior relação D/L, sendo definido como o caso mais crítico e o escolhido para os ensaios de injeção. Os gráficos, de força versus deslocamento das distintas fases do processo de injeção. Assim, o valor aproximado de pressão de injeção para condição de maior esforço, com velocidade de deslocamento do êmbolo de 90 mm/min foi calculada como 0,835 MPa. Quando comparado com os valores encontrados na literatura, fica comprovado o uso de baixa pressão para injeção da massa cerâmica geleificada a temperatura ambiente.

AGRADECIMENTOS

À Dow Corning e a Cermassa Ltda pelas doações de matérias-primas.

REFERÊNCIAS

^{1.} OLIVEIRA, R. V.; PINHEIRO, E. A.; SOLDI, V.; PIRES, A. T.; FREDEL, M. C. Moldagem por injeção de pós cerâmicos: remoção da parafina e do polipropileno utilizados como veículo orgânico. Polímeros Ciência e Tecnologia, v. 14, p. 150-155, 2004.

^{2.} FORTULAN, C. A. Desempenho das cerâmicas estruturais associado aos métodos de conformação por injeção, prensagem isostática e projetos de equipamentos e moldes. 1997. 213 f. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

3. SANTACRUZ, I.; NIETO, M. I.; MORENO, R.; FERRANDINO, P.; SALOMONI, A.; STAMENKOVIC, I. Aqueous injection moulding of porcelains. Journal of the European Ceramic Society, v. 23, n. 12, p. 2053-2060, 2003.

4. ESCOBAR, C. F.; DOS SANTOS, L. A. New eco-friendly binder based on natural rubber for ceramic injection molding process. Journal of the European Ceramic Society, v. 35, n. 13, p. 3567-3575, 2015.

5. ZORZI, J. E.; PEROTTONI, C. A.; da JORNADA, J. A. H.; DUQUE DE CAXIAS, R. J. Moldagem por injeção em baixa pressão de peças complexas de cerâmicas avançadas produzidas com pós submicrométricos. Cerâmica, v. 50, p. 202-208, 2004.

6. OLIVEIRA, R. R.; SANTOS, A. V. P.; YOSHITO, W. K.; LIMA, N. B.; LAZAR, D. R. R.; USSUI, V. Estudos de conformação de cerâmicas de alumina pela técnica de gel casting utilizando gelatina e amido de milho. 2015. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

7. FANELLI, A. J.; SILVERS, R. D.; FREI, W. S.; BURLEW, J. V.; MARSH, G. B. New aqueous injection molding process for ceramic powders. Journal of the American Ceramic Society, v. 72, n. 10, p. 1833-1836, 1989.

UNIVERSAL MECHANICAL MACHINE TESTING ADAPTED TO STUDY INJECTION OF GELLED CERAMIC SLURRY

ABSTRACT

The ceramic injection process uses organic carrier (VO) to ensure the flow of the mixture and allow sufficient rigidity to handle after the extraction step by burning the vehicle. They are used as VO, thermoplastic polymers, thermosetting, rubber, waxes termoceras (oligomers) of lower melting temperature. Alternatively, water was added as a carrier and starch as gelling agent to a commercial ceramic mass faience. In this study were evaluated the injection parameters: speed, pressure and injection timing. Therefore, a universal testing machine to a device consisting of piston, reservoir and epoxy resin mold was adapted. The profiles of the curves of force versus displacement of the piston were used to compare the unrestricted flow of the material and to fill the mold cavity. The piston displacement speed varied in 10, 50 and 90 mm / min and the nozzle diameters were 2, 4 and 6 mm.

Key-words: injection, ceramic, starch, gelation