

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CAMPUS CURITIBA
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

ANA LUÍSA TOMITA MELO
LEANDRO COELHO GARCIA

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE MASSA CERÂMICA PARA
INJEÇÃO À BASE DE ÁGUA DURANTE O PREENCHIMENTO DO
MOLDE**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2016

ANA LUÍSA TOMITA MELO
LEANDRO COELHO GARCIA

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE MASSA CERÂMICA PARA
INJEÇÃO À BASE DE ÁGUA DURANTE O PREENCHIMENTO DO
MOLDE**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso de Engenharia Mecânica, do campus Curitiba, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientadora: Prof.^a PhD Márcia Silva de Araújo.

CURITIBA

2016

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa " ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE MASSA CERÂMICA PARA INJEÇÃO À BASE DE ÁGUA DURANTE O PREENCHIMENTO DO MOLDE" realizado pelos alunos Leandro Coelho Garcia e Ana Luísa Tomita Melo, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Márcia Silva de Araújo

Damec, UTFPR

Orientador

Prof. Marcos Flávio de Oliveira Schiefler Filho

Damec, UTFPR

Avaliador

Prof. José Alberto Cerri

Dacoc, UTFPR

Avaliador

Curitiba, 04 de Julho de 2016.

RESUMO

GARCIA, Leandro Coelho. MELO, Ana Luísa Tomita. **Análise do comportamento de massa cerâmica para injeção à base de água durante o preenchimento do molde.** 2016. 62 f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Departamento Acadêmico de Mecânica, Campus Curitiba, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

A presente pesquisa discorre sobre os parâmetros e procedimentos necessários para identificar a viabilidade de processar massa cerâmica hidroplástica, pela técnica de injeção em baixa pressão e a temperatura ambiente, com base nos conceitos de materiais e processos já consolidados, tal em injeção de polímeros. A potencialidade da técnica está em sua capacidade de produzir peças com geometrias complexas. Neste trabalho, os materiais utilizados foram uma faiança comercial como massa cerâmica e água como veículo, juntamente com outros aditivos, como o amido, o hidróxido de sódio e o silicato de sódio, que melhoram a resistência mecânica a verde. Adicionou-se o amido de milho, por causa de sua característica em formar gel, já explorada em outras técnicas de manufatura. A fim de analisar o comportamento do material em escoamento, um estudo foi feito com a ajuda de uma máquina universal de ensaio adaptada para trabalhar como um reômetro capilar. Para obter diferentes taxas de cisalhamento foram usadas 9 combinações de velocidades de deslocamento do êmbolo (10, 50 e 90 mm/min) e diâmetros do bico injetor (2,65; 4,40, e; 6,30 mm). Os resultados indicaram que apenas para o menor diâmetro utilizado houve um significativo aumento nas forças de escoamento em regime permanente, com o aumento da velocidade de deslocamento do pistão. Após caracterização da massa cerâmica como fluido de Bingham, a mesma foi injetada em um molde fechado fixado a um aparato adaptado à máquina universal de ensaio. Apenas o diâmetro do bico injetor de 2,65 mm foi usado nesta etapa, por ter apresentado comportamentos muito distintos em função das velocidades do êmbolo, conforme a caracterização reológica. Além da vantagem de operar a temperatura ambiente, a injeção foi considerada de baixa pressão, segundo o cálculo da força máxima de preenchimento do molde de 0,835 MPa. Isso só foi possível com a adição de hidróxido de sódio à massa cerâmica, o qual levou o amido à gelificação.

Palavras-chave: Injeção de cerâmica. Faiança. Amido. Gel. Reologia.

ABSTRACT

GARCIA, Leandro Coelho. MELO, Ana Luísa Tomita. **Análise do comportamento de massa cerâmica para injeção a base de água durante o preenchimento do molde.** 2016. 62 f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Departamento Acadêmico de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2016.

This research aims to study the parameters and proceedings necessary to identify the processability of a ceramic hydroplastic mass, by low-pressure injection at room temperature, using water as a vehicle, based on the concepts of material and processes already established, as for polymer injection. The potential of this technique is the ability to produce pieces of complex geometries. In this research, the materials used were commercial stoneware as ceramic mass and water as vehicle, along with other additives, such as starch, sodium hydroxide and sodium silicate, which improves green mechanical strength. Cornstarch was chosen because of its characteristic of forming gel, that was already explored in others manufacturing techniques. In order to analyze the flow behavior of the material, a study was carried out using a universal testing machine adapted to work as a capillary rheometer. To obtain different shear rates, 9 combinations of piston displacement speeds (10, 50 e 90 mm/min) and nozzle diameters (2.65; 4.40, e; 6.30 mm) were used. The results indicated that only in the case of the smallest diameter used there was a significant increase in the flow force, in the steady state, increasing the speed. After rheology characterization of the ceramic mass as a Bingham fluid, it was injected into a closed mold fixed to an apparatus adapted to a universal testing machine. Only the 2.65 mm nozzle diameter was used in this part of the study, because it showed very different behavior depending on piston speeds, according to rheological characterization. Besides the advantage of operation at room temperature, it was considered a low-pressure injection, according to the maximal strength of 0,835 MPa calculated to fill the mold. This was possible only with the addition of sodium hydroxide to the ceramic mass, what caused the gelation of starch.

Keywords: Ceramic injection. Stoneware. Starch. Gel. Rheology.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Classificação dos materiais cerâmicos de acordo com a aplicação	5
Figura 2 - Processo de queima dos materiais a base de argila	10
Figura 3 - Etapas típicas de processamento de pós cerâmicos.....	11
Figura 4 - Etapas do processo de fabricação de peças cerâmicas por injeção	12
Figura 5 - Classificação reológica dos fluidos.....	17
Figura 6 - Comportamento da viscosidade dos fluidos: (1) newtoniano; (2) de Bingham; (3) pseudoplástico; (4) pseudoplástico com tensão de escoamento; (5) dilatante e (6) dilatante com tensão de escoamento.....	19
Figura 7 - Comportamento dos fluidos não newtonianos dependentes do tempo	20
Figura 8 – Esquema de um reômetro capilar	21
Figura 9 - Esquema do Viscosímetro proposto por Formaggio (1982).....	21
Figura 10 – Máquina universal de ensaio EMIC DL 10000	26
Figura 11 - Estrutura de fixação na máquina de ensaio para acomodação do copo	27
Figura 12 – Êmbolo de aplicação de força ao material dentro do copo para os testes reológicos e de injeção.....	28
Figura 13 – Bicos utilizados na caracterização reológica e na injeção	28
Figura 14 - Molde em Epóxi para a injeção: a) Molde aberto e b) molde fechado	29
Figura 15 - Sistema de injeção adaptado à máquina universal de ensaio.....	30
Figura 16 - Gráficos de força versus deslocamento com copo vazio para cada velocidade de êmbolo.....	32
Figura 17 - Exemplo de curvas força versus deslocamento sem escoamento prévio de material	33
Figura 18 – Gráfico de força por deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 6,30 mm	34
Figura 19 – Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 4,40 mm	35
Figura 20 – Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 2,65 mm	36
Figura 21 - Gráfico de Tensão de cisalhamento (Pa) versus Taxa de cisalhamento (1/s) calculadas a partir das forças médias resultantes do escoamento pleno da massa cerâmica	38
Figura 22 - 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	39
Figura 23 - Molde aberto após injeção da massa cerâmica	44
Figura 24 – Exemplo de filamento de massa cerâmica retirado para medida de retração	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Mudanças sofridas com a temperatura por uma cerâmica constituída pelos três componentes básicos: argila, sílica e feldspato.....	9
Tabela 2 - Comparação entre materiais e parâmetros para processamento de pó cerâmico ...	16
Tabela 3 - Valores médios das forças para escoamento pleno para cada combinação de diâmetro e velocidade.....	37
Tabela 4 - Comparação entre as forças de escoamento no ensaio reológico e as medidas na etapa de injeção da massa.	42
Tabela 5 - Média dos diâmetros iniciais e finais dos filamentos, e retração total	46

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 CONTEXTO DO TEMA.....	1
1.2 CARACTERIZAÇÃO DO PROBLEMA.....	1
1.3 OBJETIVOS.....	2
1.4 JUSTIFICATIVA.....	3
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	4
2.1 CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS.....	4
2.1.1 Produtos à base de argila.....	5
2.1.1.1 Materiais Triaxiais.....	6
2.1.1.2 Faiança.....	7
2.1.1.3 Processamento de produtos à base de argila.....	9
2.2 PROCESSAMENTO DOS MATERIAIS CERÂMICOS.....	10
2.2.1 Injeção de Cerâmica.....	12
2.3 FUNDAMENTOS DE REOLOGIA.....	17
2.3.1 Reometria capilar.....	20
2.3.2 Reologia de suspensões e massas cerâmicas para moldagem.....	23
3 MATERIAIS E MÉTODOS	24
3.1 MASSA CERÂMICA.....	24
3.1.1 Pó cerâmico.....	24
3.1.2 Ligantes e Aditivos.....	25
3.1.3 Mistura da massa.....	25
3.2 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA.....	26
3.3 INJEÇÃO DA MASSA.....	29
3.4 MEDIDA DE RETRAÇÃO.....	31
4 RESULTADOS	32
4.1 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA.....	32
4.2 INJEÇÃO DA MASSA.....	38
4.3.1 Pré-compactação.....	40
4.3.2 Resistência ao escoamento.....	40
4.3.3 Preenchimento do molde.....	41
4.3.4 Empacotamento.....	43

4.3 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS COM LITERATURA	43
4.3 MEDIDA DE RETRAÇÃO	45
5 CONCLUSÕES	48
5.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS.....	49
REFERÊNCIAS	49

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTO DO TEMA

A alta temperatura de fusão, dureza e fragilidade, características da grande maioria dos materiais cerâmicos, tornam alguns processos de fabricação comumente empregados em metais e polímeros, tais como injeção, inviáveis para serem aplicados a esta classe de materiais, sob as mesmas condições. Devido a essas restrições, o processamento de cerâmicos a partir da manipulação de pó consiste em um dos principais meios para a obtenção de produtos que utilizam materiais cerâmicos como matéria-prima. Dentre as técnicas de manufatura a partir de pó cerâmico, a injeção sob pressão, similar ao aplicado a materiais poliméricos, destaca-se pela possibilidade de obter produtos com geometrias mais complexas (ASKELAND e PHULÉ, 2008). A injeção cerâmica elimina a necessidade de operações posteriores como usinagem, que podem representar uma grande parcela do custo do processo, uma vez que as peças se encontram próximo a sua forma final, acarretando menor desperdício de material, em uma técnica que garante alta reprodutibilidade (FANELLI *et al.*, 1989).

Para que isso seja possível, polímeros e aditivos são adicionados ao pó para garantir escoabilidade ao composto durante o preenchimento do molde (ASKELAND e PHULÉ, 2008). Estes materiais orgânicos representam, em peso, boa parte dos componentes, assumem a forma do molde e garantem a coesão entre as partículas do pó cerâmico moldado. A fração orgânica deve ser retirada em uma etapa posterior, processo denominado “debonding”, de modo a não gerar defeitos e afetar as características de qualidade da peça (FANELLI *et al.*, 1989).

1.2 CARACTERIZAÇÃO DO PROBLEMA

Este tipo de processo de injeção, de pó 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. Além do grande consumo de energia térmica para eliminação do ligante, que inclusive pode liberar gases nocivos (SANTACRUZ *et al.*, 2003). 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 50000, 75000 e 100000 kilogramas força. Outra companhia norte-americana, MPI, possui modelos com 25000, 38000, 50000, e 100000 kilogramas força para a força de fechamento. Para injeção a baixa pressão a empresa Peltsman possui modelos cuja pressão máxima de moldagem é de 4,92 Kgf/cm².

Entretanto, um intenso esforço de pesquisadores da área se encontra em estudar as composições das massas utilizadas para técnica de injeção de pós-cerâmicos que permitam melhorar o processo e a qualidade dos produtos, principalmente em relação ao veículo do pó. Desse modo, alternativamente têm sido estudados outros veículos orgânicos ou não orgânicos com ligantes alternativos que permitem injeções de cerâmica a baixa pressão e em menores temperaturas, o que, conseqüentemente, resultam em menor custo e menos danos ao meio ambiente, como por exemplo o uso de suspensão aquosa com formadores de géis (SANTACRUZ *et al.*, 2003; FANELLI *et al.*, 1989).

1.3 OBJETIVOS

O objetivo do presente estudo é identificar a viabilidade do uso de água como veículo não orgânica para injeção à baixa pressão e temperatura ambiente, simulando o processo em uma máquina universal de ensaio e assim verificar as características de preenchimento do molde. Para isso foi utilizado amido como aditivo orgânico formador de gel, hidróxido de sódio e silicato de sódio em baixa concentração em massa na mistura. Para análise foi utilizado como matéria-prima a faiança comercial, e, com auxílio da avaliação reológica da mistura, otimizou-se os parâmetros de processo, verificou-se o correto preenchimento do molde e avaliou-se como a massa se comporta após a moldagem.

1.4 JUSTIFICATIVA

A ideia é estudar uma opção de matéria-prima cerâmica para o processo de injeção convencional, que poderia ser realizada com maquinário menos robusto e com aditivos naturais de alta disponibilidade, que pode trazer então como consequência a redução de emissão de gases provenientes da decomposição de materiais orgânicos na queima e custos na produção de cerâmica a partir dessa técnica.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A proposta de uma composição da massa cerâmica a base de água para moldagem por injeção, utilizando compostos naturais, que permitam processamento a baixas pressões e temperaturas, é baseada nos conceitos já conhecidos em engenharia, e nas áreas de materiais e fabricação, com foco no processamento de cerâmicas. A seguir serão apresentados os conceitos que servirão de base para a avaliação e execução da proposta.

2.1 CARACTERÍSTICAS DOS MATERIAIS CERÂMICOS

Geralmente, os materiais cerâmicos são combinações de materiais metálicos e não metálicos, sendo os principais tipos os óxidos, nitretos e carbetos, englobando também os argilo-minerais, o cimento e os vidros (PADILHA, 1997). Os materiais cerâmicos possuem determinadas propriedades mecânicas superiores a outros materiais, porém algumas características negativas fazem com que não sejam amplamente aplicados na engenharia, principalmente estrutural. A principal característica é a fratura frágil, em que este material não apresenta muita deformação plástica e sua resistência à fadiga é baixa, ou seja, apresenta baixa tenacidade. Porém, a alta resistência à abrasão, a inércia química e as altas temperaturas de fusão fazem deste material ótimo para aplicações como motores cerâmicos, implantes ortopédicos e ferramentas de corte (ZANOTTO e MIGLIORE JR, 1991).

Materiais cerâmicos podem ser classificados de diversas formas. Pode-se dividi-los conforme sua classe de compostos químicos (óxidos, carbetos, nitretos, sulfetos, entre outros), pelas suas principais propriedades ou também de acordo com sua aplicação (ASKELAND e PHULÉ, 2008). No diagrama da Figura 1 é possível verificar a classificação dos materiais cerâmicos de acordo com sua aplicação.

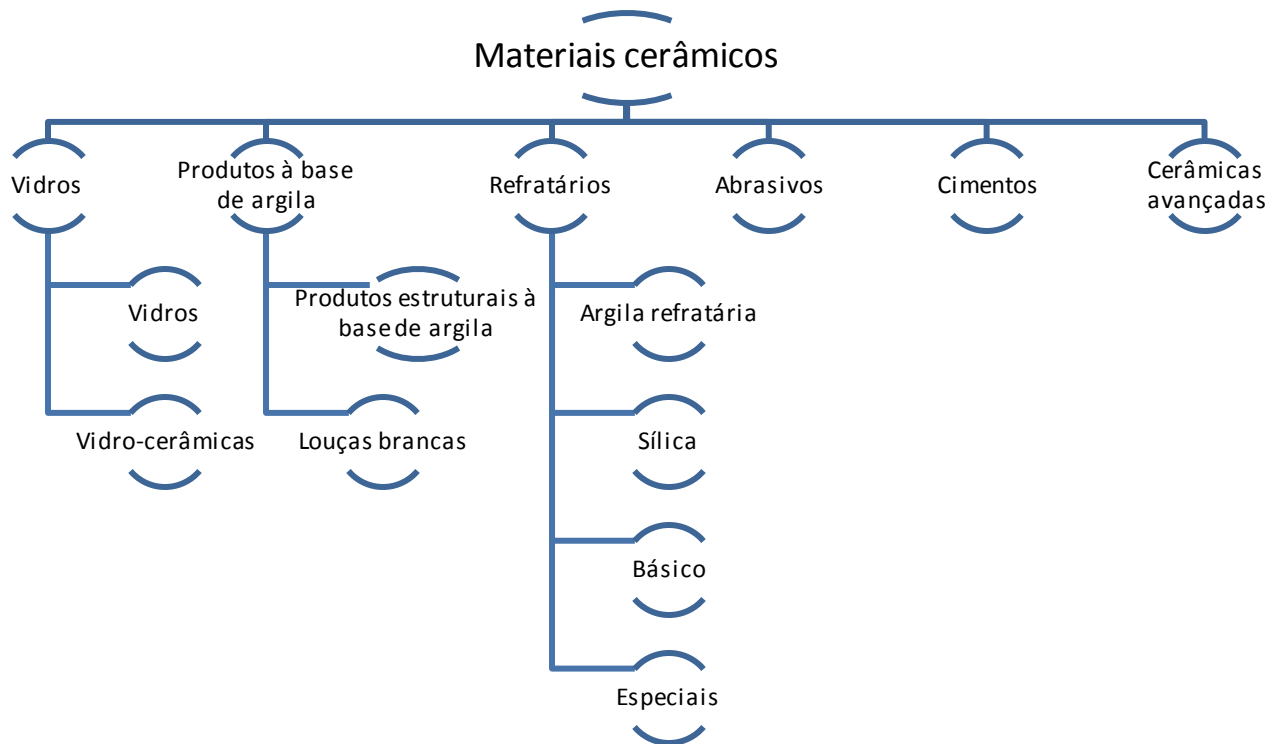


Figura 1 - Classificação dos materiais cerâmicos de acordo com a aplicação

Fonte: Adaptado de Callister (2008 p. 334).

2.1.1 Produtos à base de argila

Argila é uma das matérias-primas mais utilizadas dos materiais cerâmicos, tanto por sua facilidade de conformação quanto pela abundância em que se encontra na natureza (CALLISTER, 2008). Sabe-se que toda argila é composta essencialmente de pequenas partículas cristalinas chamadas de “argilominerais” (SANTOS, 1928). Outro motivo pelo qual ela é amplamente utilizada é a facilidade com que pode ser conformada. Quando misturada com água, forma uma massa plástica fácil de ser modelada. Esta condição é chamada de hidroplasticidade. Após modelada, a argila é seca para retirar parte da umidade e depois cozida em elevada temperatura, o que melhora sua resistência mecânica (CALLISTER, 2008). Quando seco, este material perde a plasticidade, porém pode ser reidratado reestabelecendo suas propriedades

iniciais. O que muda suas propriedades físico-químicas definitivamente, é o processo térmico, perdendo sua plasticidade e impossibilitando a reidratação (BOGAS, 2013).

Na classificação dos materiais cerâmicos de acordo com sua aplicação, este material pode ser dividido em dois principais grupos: os produtos estruturais a base de argila e as louças brancas. Produtos estruturais a base de argila são produtos em que as propriedades estruturais do material são importantes, como tijolos de construção e tubulações de esgoto. Já as louças brancas podem ser encontradas na forma de porcelanas, louças para mesa e louças sanitárias, por exemplo, e recebem esta tonalidade após um cozimento em alta temperatura. Estes produtos possuem além de argila, aditivos não plásticos em sua composição, o que influencia nas características da peça acabada e também nas mudanças que ocorrem no material nos processos de secagem e cozimento (CALLISTER, 2008).

Minerais argilosos possuem duas características de grande importância para os materiais cerâmicos. Além da capacidade já citada de gerar a condição chamada hidroplasticidade, muito relevante para a etapa de conformação, a argila sofre vitrificação em uma baixa faixa de temperaturas. Sendo possível formar uma cerâmica densa e resistente durante o cozimento sem que haja fusão completa, mantendo a forma desejada. Esta faixa varia de acordo com a composição da argila (CALLISTER, 2008).

2.1.1.1 Materiais Triaxiais

Argilas são aluminossilicatos compostas por alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2), e além de argila, os produtos à base de argila contêm algumas matérias-primas não plásticas (CALLISTER, 2008). As massas cerâmicas utilizadas para a fabricação de louça são compostas basicamente por argila caulínica (caulim ou caulinita) ou betonita, feldspato e quartzo, e são chamadas de triaxiais (MORELLI e BALDO, 2003). A massa cerâmica deve apresentar uma proporção correta de materiais plásticos e não plásticos, a fim de que atinjam as características desejadas para as fases de colagem e queima da peça (WENG, 2009).

As argilas são aluminossilicatos, a caulinita em particular é composta por camadas de estruturas octaédricas e tetraédricas intercalada de $\text{Al}_2(\text{OH})_6$ e $(\text{SiO}_4)^{2-}$, respectivamente. A função principal desta argila é dar hidroplasticidade ao composto. Utilizado em massas cerâmicas a fim de aumentar a velocidade de colagem das barbotinas, melhorando a permeabilidade (MORELLI e BALDO, 2003).

O Feldspato também faz parte do grupo de materiais à base de aluminossilicatos (CALLISTER, 2008). Ele possui granulometria fina e age como fundente no composto sendo um dos agentes fundentes mais comuns. Em altas temperaturas (1200 °C) forma uma fase líquida que ajuda na sinterização, proporcionando o aumento da resistência mecânica e diminuindo a porosidade (WENG, 2008). Após resfriado, forma uma fase vítrea que possui um ponto de fusão relativamente baixo. Faz parte do grupo de material à base de aluminossilicatos (CALLISTER, 2008).

Além de argilas, os produtos à base de argila contêm algumas matérias-primas não plásticas, que se constituem no esqueleto do composto, tal como a sílica, que não possui metais quimicamente ligados à estrutura cristalina. Existem três principais formas cristalinas polimórficas para a sílica: quartzo, cristobalita e tridimita. (CALLISTER, 2008). Uma das fases alotrópicas da sílica é o quartzo, que compõe a parte inerte e não plástica da massa cerâmica triaxial, apresentando baixo coeficiente de dilatação, alta dureza e resistência ao choque térmico. Na queima da massa cerâmica, durante a sua fabricação e processamento, uma parte do quartzo permanece em forma cristalina e uma outra parcela mais fina funde com a parte líquida, formando a chamada sílica vítrea (WENG, 2008). Devido a sua alta temperatura de fusão, sofre pouca alteração durante um tratamento térmico de elevada temperatura (CALLISTER, 2008).

2.1.1.2 Faiança

Algumas massas derivadas das triaxiais, que possuem além do quartzo, feldspato e caulim, outras matérias-primas não plásticas, como talco, filito, dolomita ou calcita, dão origem a outro grupo de massa cerâmica. Dependendo da composição

e temperatura de queima, estes produtos se enquadram no que é chamado de faiança. Este grupo pode ser dividido em faianças calcárias, calcário-feldspáticas e faianças feldspáticas (MORELLI e BALDO, 2003). São produtos cerâmicos porosos beneficiados por vidrados, mistura rica e sílica capaz de formar vidro durante o tratamento térmico (BOGAS, 2013).

Faianças calcárias são constituídas basicamente por caulim, quartzo, talco, filito e calcita. Possuem porosidade acentuada, em torno de 30 a 40%. Estes produtos possuem uma cor requerida de creme a branco, o que faz com que sua composição tenha um teor de óxido de ferro e titânio de no máximo 1%. É fabricado por um processo de queima em temperaturas em torno de 1050°C em um ciclo de aproximadamente 8 horas (MORELLI e BALDO, 2003).

As faianças calcárias-feldspáticas são derivadas das faianças calcárias, com a adição de feldspato como provedor de sinterização e uma porosidade aberta mais baixa, em torno de 25%. Outra variação é a temperatura de queima, que é de aproximadamente 1100°C em ciclos de 10 a 12 horas (MORELLI e BALDO, 2003).

Faianças feldspáticas são massas com a mesma composição das massas triaxiais, contendo basicamente caulim, quartzo e feldspato. Sua variação é a temperatura de queima que é mais elevada, da ordem de 1200°C. O que resulta em uma elevada resistência mecânica e baixa absorção de água (MORELLI e BALDO, 2003).

Os componentes da faiança desempenham uma ou mais funções na massa cerâmica. O Filito é uma fonte de mica, sendo muito útil para a colagem das peças, já que a mica adsorve a água tornando a estrutura mais rígida. Também funciona como um fundente durante a queima (MORELLI e BALDO, 2003).

A adição de talco proporciona um aumento da resistência ao choque térmico e da resistência mecânica e do coeficiente de dilatação das massas, mas é prejudicial ao comportamento reológico, porque fornece íons flocculantes ao meio (MORELLI e BALDO, 2003).

2.1.1.3 Processamento de produtos à base de argila

Nos produtos à base de argila, a densificação e a resistência dos objetos conformados é obtida por meio do processo de queima. As mudanças pelas quais passa o material cerâmico a base de argila foi elencada na Tabela 2. Inicialmente a massa é seca a fim de retirar a máxima umidade possível, e em seguida na queima, se submete o corpo moldado a uma temperatura em que a água de ligação é retirada e em seguida também ocorre a fusão do formador de fase vítrea que reage com as outras partículas cerâmicas como a sílica e a própria argila tendo como produto a fase líquida, interligando-as e preenchendo os poros, após o resfriamento essa fase vítrea se enrijece sendo assim responsável pela coesão das partículas e consolidação da massa. A quantidade e tamanhos dos poros dependem e são controlados pelo tamanho e distribuição das partículas e a quantidade de fundente presente, pois ele é responsável pelo preenchimento dos vazios pré-existentes, os tamanhos dos cristais não se alteram substancialmente após a queima sendo influenciados principalmente pelos diâmetros iniciais utilizados na composição da massa, estes fatores também são responsáveis pelo tempo e temperatura necessários para o processo dependendo da rigidez e propriedades requeridas do objeto (ASKELAND e PHULÉ, 2008).

Tabela 1- Mudanças sofridas com a temperatura por uma cerâmica constituída pelos três componentes básicos: argila, sílica e feldspato

Temperatura (°C)	Reações
Até 100	Perda de umidade
100-200	Remoção de água absorvida
450	Perda dos grupos hidroxilicos
500	Oxidação da matéria orgânica
573	Inversão do quartzo para a forma estável a altas temperaturas; pequena deterioração do corpo
980	Formação da espineia a partir de argila; início da contração
1000	Início da formação de mulita
1050-1100	Formação de fase vítrea a partir do feldspato, a mulita cresce e a contração prossegue
1200	Mais fase vítrea, a mulita cresce e os poros vão se fechando e alguma dissolução do quartzo
1250	60% da fase vítrea, 21% de mulita, 19% de quartzo; porcentagem de porosidade mínima

Fonte: Smith (1998).

A Figura 2 ilustra o processo de queima das argilas, mostrando como varia a massa específica com o tempo e as transformações microestruturais características destes materiais.

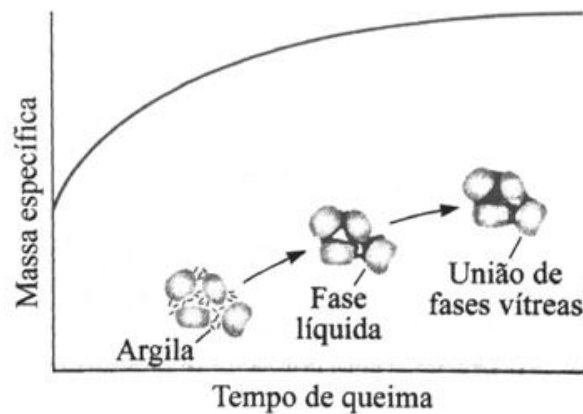


Figura 2 - Processo de queima dos materiais a base de argila

Fonte: Askeland e Phulé (2008).

2.2 PROCESSAMENTO DOS MATERIAIS CERÂMICOS

O processamento das cerâmicas necessita em muitas vezes meios distintos das técnicas utilizadas para materiais de outra natureza como os metais e os polímeros, por exemplo, devido as suas propriedades já descritas, principalmente relacionadas às altas temperaturas de fusão e fragilidade (ASKELAND; PHULÉ, 2008). O processamento de cerâmicas a partir do pó surge então como uma importante alternativa para fabricação de componentes cerâmicos próximos de sua forma final, com geometrias complexas, sem a necessidade de uma etapa de fabricação posterior, como a usinagem, por exemplo, que para estes materiais pode ser muito caro, devido à sua elevada dureza (ZORZI *et al.*, 2004). Há diferentes técnicas de conformação de pó cerâmico, cujos produtos obtidos são denominados cerâmicas verdes, assim chamados, pois o produto da conformação ainda não possui densidade e propriedades mecânicas desejadas quando se trabalha com este tipo de material, sendo necessário ainda um tratamento posterior (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

As etapas típicas do processamento do pó cerâmico, que vai da síntese, que corresponde a toda produção do pó, até o produto em sua forma final estão resumidamente descritos na Figura 3, juntamente com alguns exemplos de técnicas de manufatura utilizadas a partir de cerâmica em pó.

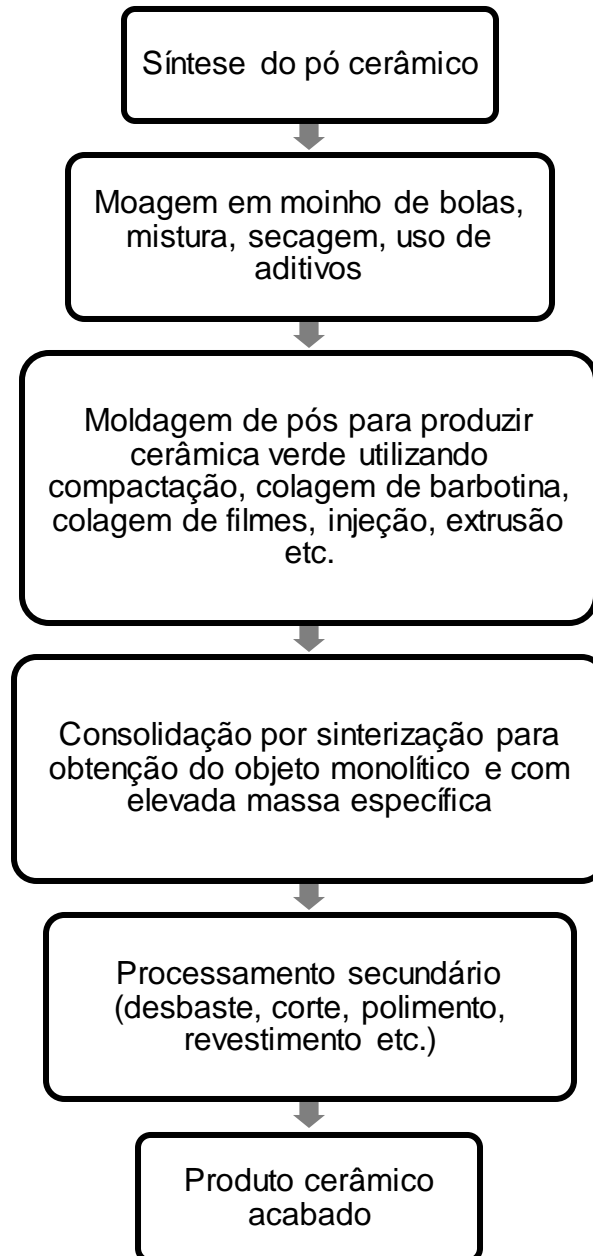


Figura 3 - Etapas típicas de processamento de pós cerâmicos

Fonte: Adaptado de Askeland e Phulé (2008 p. 455).

2.2.1 Injeção de Cerâmica

O processo de injeção de cerâmica consiste em preencher a cavidade de um molde sobre pressão com uma massa formada pelo material cerâmico em pó, misturado a um veículo orgânico, o qual garante fluidez à massa, carregando o pó até a. Este meio de processamento se caracteriza pela possibilidade de se obter peças de geometrias relativamente complexas, não possíveis de serem obtidas com outras técnicas convencionais sem a necessidade de uma etapa posterior de fabricação, resultando em redução de custo e desperdícios (FORTULAN, 1997). A Figura 4 ilustra as etapas do processo de fabricação de componentes cerâmicos por injeção até a obtenção do produto final, que podem ser resumidas em mistura do pó com o ligante, injeção, retirada do veículo orgânico e sinterização (OLIVEIRA *et al.*, 2004, p. 151).

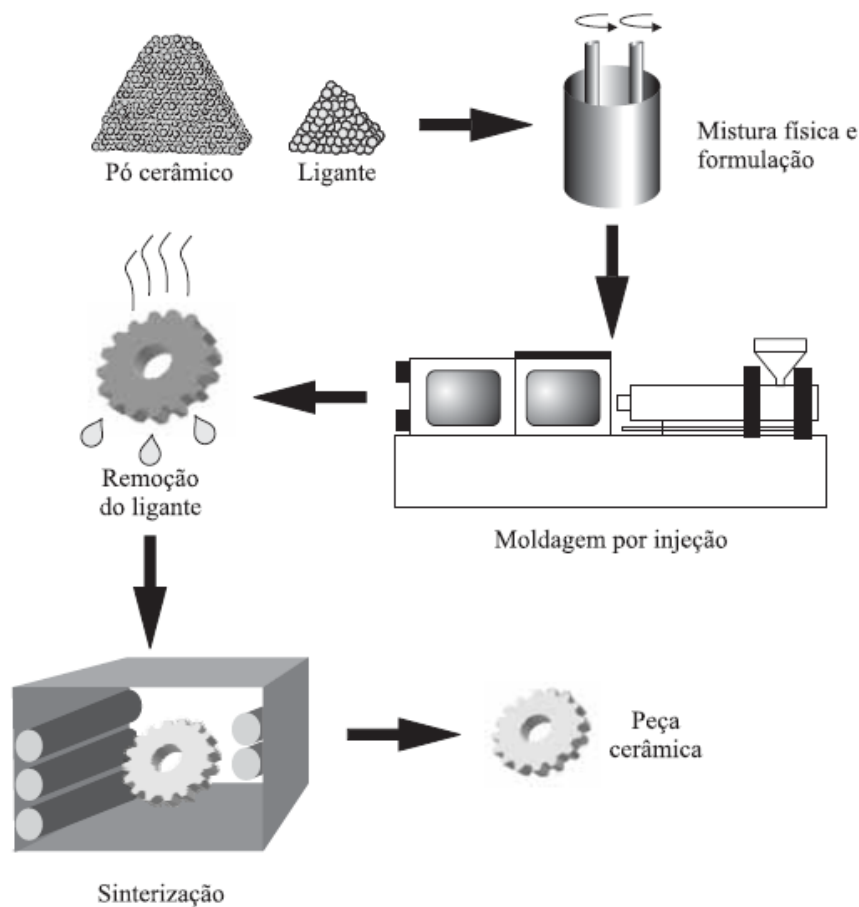


Figura 4 - Etapas do processo de fabricação de peças cerâmicas por injeção

Fonte: Oliveira *et al.* (2004 p. 151).

O veículo orgânico adicionado ao pó tem como função garantir o fluxo da mistura, e ao mesmo tempo dar rigidez suficiente após a etapa de moldagem para que possa ser manuseado até o local de sua extração, ou seja, da queima. A sua composição possui grande influência nos parâmetros importantes de fabricação como um todo, não só sobre a reologia da massa como também sobre a pressão, tempo e temperatura de processo, portanto sua escolha se torna uma das decisões mais importantes do processo (ZORZI *et al.*, 2004). É conveniente então que o veículo tenha baixa viscosidade na temperatura de processo sem se degradar, que compacte e carregue os pós com o mínimo de energia possível sem reagir com o mesmo, que tenha características lubrificantes e que não seja nocivo ao contato humano (FORTULAN, 1997).

Adicionalmente, mesmo fazendo parte em boa proporção em peso do objeto injetado, o veículo orgânico não faz comumente parte do produto final, devendo então ser retirado em uma etapa posterior à moldagem. Sendo assim a composição do componente utilizado para carregar os pós-cerâmicos, afeta consideravelmente o processo de sua extração, e conseqüentemente a qualidade da peça conformada. A retirada do veículo orgânico consiste em uma das etapas mais importantes, falhas em sua execução podem resultar em um produto da injeção com grandes distorções, linhas de solda, trincas, vazios internos, entre outros. Dois principais métodos são utilizados para remoção do VO (veículo orgânico): Processos Térmicos ou Solventes. O primeiro consiste em submeter à massa cerâmica injetada a uma temperatura suficiente para fundir ou decompor o VO, enquanto o outro imerge o moldado em solventes que dissolve o composto orgânico da mistura (FORTULAN, 1997). Em ambos os casos, o VO é extraído por meio dos poros por causa das diferenças de pressão e composição, quando submetidos a determinadas condições de temperatura e tempo, sendo que a distribuição de partículas do pó cerâmico, geometria e dimensões da peça afetam consideravelmente os parâmetros e resultados do procedimento (ZORZI *et al.*, 2004). Assim para uma correta extração do composto orgânico, a fim de eliminar ou reduzir os defeitos, é necessário que a remoção seja uniforme, pelo uso da correta mistura da massa, e que saia pelos poros sem que haja obstruções (FORTULAN, 1997).

Os polímeros são amplamente utilizados como VO no processo de injeção de cerâmica, entretanto devido a sua temperatura de fusão e relativa alta viscosidade, se

torna vantajoso seu uso apenas para alta produção, a moldagem geralmente requer altas pressões e temperaturas, acarretando na necessidade de maquinário e moldes mais robustos e que resistam à abrasão da mistura, o que encarece o processo (ZORZI *et al.*, 2004). Polímeros termoplásticos, termorrígidos e borrachas podem ser utilizados como VO na conformação de materiais cerâmicos por injeção. Os termoplásticos devem ser aquecidos para que diminua sua viscosidade e assim dar fluidez à mistura com os pós, posteriormente o moldado é resfriado no molde após a injeção para enrijecer o polímero e dar sustentação ao produto. Já os termorrígidos e as borrachas, são aquecidos dentro do molde após a injeção, onde por meio do processo de cura do polímero a peça adquire a rigidez necessária, o uso destes materiais nesse processo não permite a sua reutilização além do fato de que o molde deve ter um controle de temperatura rigoroso e por isso deve apresentar elevado custo (ESCOBAR e DOS SANTOS, 2015; FORTULAN, 1997, p. 47).

Alternativamente, ceras ou termoceras (Oligômeros) de baixo ponto de fusão já são também utilizadas na conformação de cerâmicas por injeção como VO (FORTULAN, 1997, p. 47). As ceras contrariamente aos polímeros são formadas por cadeias de ligação curtas, de baixo peso molecular, isso resulta em alta fluidez e garante melhor fluxo da mistura com pó cerâmico. As menores temperaturas e pressões de processamento associadas com a baixa viscosidade podem tornar o processo menos custoso, reduzindo o problema da necessidade de caros equipamentos, como por exemplo, o molde que pode ser feito de materiais menos nobres. Deve-se apenas tomar cuidado com os parâmetros de extração e na composição da cera após a moldagem, dependendo do tamanho e geometria da peça, a alta fluidez deste material pode não dar resistência suficiente ao moldado que como consequência pode acarretar em defeitos no produto (ZORZI *et al.*, 2004).

Outro modo de se obter componentes cerâmicos a partir do pó por injeção a baixa pressão, e assim aproveitar suas vantagens econômicas é pelo do uso de suspensões aquosas com gelificantes como aditivo orgânico, compostos com a capacidade de formar gel sobre certas condições de temperatura. Os géis são formados a partir de uma suspensão aquosa, no qual os flocos começam a formar e se conectarem entre si por causa das forças de atração entre partículas, até que se forme uma estrutura totalmente interligada. Estas formulações de veículo apresentam baixas viscosidades com uma temperatura de processo relativamente baixa e com

baixa concentração de gelificante em peso na mistura, sendo que após a moldagem resfriam formam géis os quais irão prover a resistência requerida para a peça a verde. Ainda pouco se encontra na literatura a respeito do uso deste tipo de VO, um gelificante já empregado foi o Agar, porém alguns outros formadores de géis já são empregados em técnicas de fabricação a partir do pó cerâmico, como por exemplo, a gelatina e o amido por *Gel Casting*. Os amidos embora insolúveis em água a temperatura ambiente, tem a capacidade de formar géis pela absorção da umidade quando a solução é elevada a uma determinada temperatura dependendo de sua origem vegetal, podendo assim serem utilizados como ligantes na injeção de cerâmica. Os gelificantes podem possuir diferentes mecanismos de formação de gel, na pesquisa de Weng (2009) por exemplo, hidróxido de sódio é adicionado a mistura e é responsável pela formação de gel do amido em temperatura ambiente. Há também diferentes proporções ideais de umidade já que as propriedades reológicas dependem da quantidade de água, devendo então ser feita uma escolha criteriosa para a proporção de ambas na solução, o objetivo é sempre obter uma mistura de baixa viscosidade e que ao mesmo tempo garanta resistência ao moldado após a conformação. O uso destes compostos chama a atenção de pesquisa na área, pois possuem também como vantagem o uso de substâncias naturais altamente comerciais, que não são tóxicos, não corrosíveis e de baixo custo (SANTACRUZ *et al.*, 2003; OLIVEIRA *et al.*, 2015; CRUZ, 2007; ZANINELLI e GENOVA, 2011; CAMPOS *et al.*, 1983; LUZ, 2014; WENG, 2009).

Ainda segundo Oliveira *et al.* (2004), Zorzi *et al.* (2004) e Fortulan (1997), os diferentes tipos de VO são usados em conjunto em determinadas aplicações, afim de agregar propriedades impossíveis de serem obtidas com um composto isoladamente, são combinadas características plastificantes que devem dar fluidez a massa, outros que darão rigidez após a moldagem, materiais de menor ponto de fusão que abrem caminho através dos poros para retirada do restante do VO e até uso de determinados ácidos para melhorar o contato entre veículo e pó cerâmico afim de reduzir a viscosidade da mistura. Conjuntamente diferentes técnicas de remoção do VO, seja térmica ou com solventes, também são utilizadas dependendo da composição do composto orgânico para otimizar o processo.

A processo de injeção de pó cerâmico ainda está em pleno desenvolvimento, a Tabela 3 apresenta alguns materiais e parâmetros de processos utilizados em

pesquisas por autores que realizaram experimentos na área e foram usados para o embasamento teórico deste trabalho. A fim de facilitar a comparação entre os distintos veículos, esses foram discriminados, assim como o método e as condições de moldagem

Tabela 2- Comparação entre materiais e parâmetros para processamento de pó cerâmico

Autor	Material Cerâmico	Veículo	Processo	Parâmetros de Processo	
	(% em massa)	(% em massa)		Pressão	Temperatura
Oliveira <i>et al.</i> (2004)	Alumina (87%)	Polipropileno (6%), parafina (6%) e ácidos (1%).	Injeção	35 MPa	180 °C
Escobar e dos Santos (2015)	Alumina (83,93%)	Borracha natural (4,45 a 6,75%), Parafina (6,75 a 9,04%), peróxido de dicumila (1,77%) e ácido (0,80%).	Injeção	15 a 30 MPa	85 °C ¹
Fortulan (1997)	Alumina (55%)	Polietileno de baixa densidade (33%), parafina (33%), cera de carnaúba (20%), cera de abelha (9%), breu (3%) e ácido (2%). ²	Injeção	0,7 MPa	140 °C
Zorzi <i>et al.</i> (2004)	Alumina (86%)	Parafina (10,5%), cera de carnaúba (1,4%), cera de polietileno (1,4%) e ácidos (0,7%).	Injeção	0,4 MPa	90 °C
Santacruz <i>et al.</i> (2003)	Porcelana (72%)	Agar (6%) e restante de umidade	Injeção	0,2 MPa	65 °C
Zaninelli e Genova (2011)	Alumina (72%)	Gelatina (2 a 4 %) e restante de umidade	Gel Casting	0,1 MPa	60 °C
Oliveira <i>et al.</i> (2015)	Alumina (60%)	Gelatina (2 a 3%), amido (2 a 4%) e restante de umidade.	Gel Casting	0,1 MPa	80 °C

Fonte: Autoria própria.

Notas: (1) O molde é aquecido até 160 °C para a cura da borracha.

(2) Proporções em volume em relação a todo o veículo orgânico.

2.3 FUNDAMENTOS DE REOLOGIA

Os materiais quando submetidos a cargas ou tensões tendem a responder sobre duas formas distintas de deformações dependendo de sua natureza: deformação elástica ou deformação plástica. A deformação elástica característica de materiais sólidos é reversível, enquanto a plástica ou escoamento é permanente como o fluxo de líquido, embora existam materiais que possuem ambos os comportamentos. A reologia consiste no estudo do comportamento dos fluidos em relação a tensões cisalhantes externas aplicadas, e cuja principal variável de estudo é a viscosidade. A taxa de cisalhamento consiste no gradiente de velocidade em planos distintos de um fluido qualquer escoando, separados por uma determinada distância e representa assim uma medida da magnitude da deformação. E para que se mantenha um fluido escoando é necessária uma tensão cisalhante que vença a resistência imposta pelo material, a viscosidade é a constante que relaciona então a tensão com a taxa de cisalhamento (OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

A Figura 5 apresenta os diferentes comportamentos que classificam os materiais viscosos.

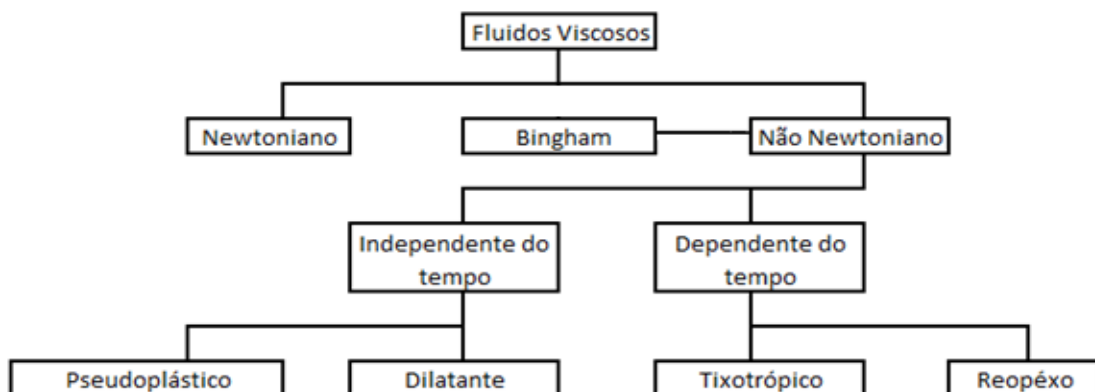


Figura 5 - Classificação reológica dos fluidos

Fonte: Adaptado de WENG (2009 p.30).

Os fluidos newtonianos são aqueles em que a viscosidade independe da taxa de cisalhamentos aplicada em condições fixas de temperatura, isso significa que a

viscosidade é uma propriedade do material nesse caso, a relação com as tensões geradas é dada de acordo com a Equação (1) (OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (1)$$

Sendo:

- τ = Tensão de cisalhamento
- μ = Viscosidade
- $\dot{\gamma}$ = Taxa de cisalhamento

Os fluidos de Bingham se diferenciam dos newtonianos pela necessidade de uma tensão inicial mínima para o início do escoamento (τ_0), como mostra a Equação (2), um exemplo deste tipo de fluido são as argilas (WENG, 2009).

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \quad (2)$$

Para os fluidos que não possuem relação constante entre tensão e taxa de cisalhamento, ou seja, não são diretamente proporcionais é dada a classificação de não newtoniano. Ainda entre os não newtonianos há distinção entre os fluidos cuja viscosidade independem do tempo, mas que variam com a taxa de cisalhamento e os que além de variarem com a taxa de cisalhamento também variam com o tempo (OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

Para os fluidos não newtonianos independentes do tempo a classificação é dada pelo comportamento em função da taxa de cisalhamento, podendo ser pseudoplásticos ou dilatantes. Nos pseudoplásticos se verifica a redução da viscosidade à medida que se aumenta a taxa de cisalhamento, como no caso de suspensões em que o alinhamento das partículas explica esse comportamento durante a elevação da taxa de deformação. Nos dilatantes ocorre o inverso visto que a viscosidade aumenta e fica cada vez mais difícil manter o escoamento elevando a taxa, por exemplo, em suspensões altamente carregadas de sólidos, o choque entre as partículas pode ocasionar esse fenômeno. A Equação (3) governa o comportamento tanto dos fluidos pseudoplásticos quando dos dilatantes (OLIVEIRA *et al.*, 2000).

$$\tau = \mu \dot{\gamma}^n \quad (3)$$

A variável n é denominada índice de potências, e mede a magnitude da variação da viscosidade com a taxa de cisalhamento, sendo que n maior que a unidade corresponde aos fluidos dilatantes, e índice menor que um os pseudoplásticos. Vale ressaltar que estes fluidos podem apresentar uma tensão de escoamento inicial, o comportamento da viscosidade para os fluidos não newtonianos independentes do tempo são exemplificados na Figura 6 (OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

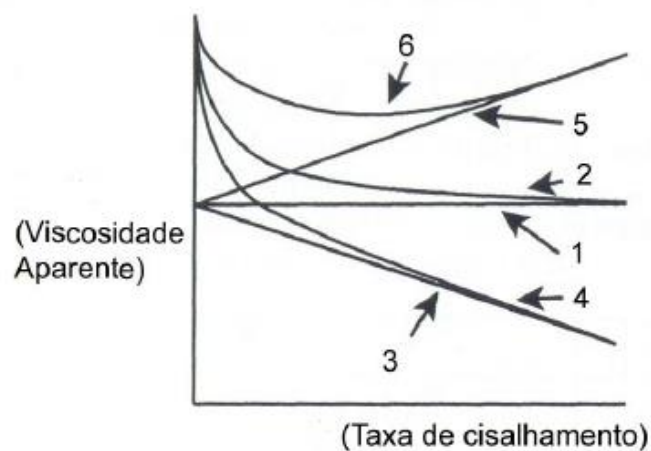


Figura 6 - Comportamento da viscosidade dos fluidos: (1) newtoniano; (2) de Bingham; (3) pseudoplástico; (4) pseudoplástico com tensão de escoamento; (5) dilatante e (6) dilatante com tensão de escoamento

Fonte: Dinger (2002).

Os fluidos não newtonianos cuja viscosidade varia com o tempo podem ser tixotrópicos, ou seja, viscosidade que diminui ao decorrer do tempo, ou reopexos, no qual ocorre o efeito contrário de aumento de viscosidade, ambos para condições fixas de cisalhamento, a Figura 7 ilustra esses efeitos (OLIVEIRA *et al.*, 2000).

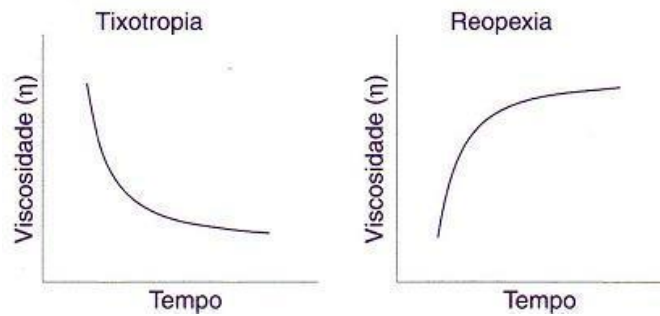


Figura 7 - Comportamento dos fluidos não newtonianos dependentes do tempo

Fonte: Bretas (2000).

2.3.1 Reometria capilar

O estudo do comportamento reológico dos fluidos por meio de métodos experimentais é denominado reometria. Os reômetros ou viscosímetros são instrumentos que permitem obter propriedades reológicas de maneira prática para prever o comportamento de distintos fluidos em diversas aplicações. Como foi visto, as viscosidades representam a facilidade de escoamento do fluido, mas dependem das condições de fluxo em determinados materiais (FORMAGGIO, 1982; NASCIMENTO, 2008).

Existem inúmeros tipos de viscosímetros, cujas aplicações variam com o tipo de material, faixa de propriedades e condições de fluxo as quais se deseja analisar. Os viscosímetros capilares são aqueles em que as propriedades reológicas são obtidas indiretamente pelo escoamento do fluido em um capilar, cujas variáveis consistem no gradiente de pressão, vazão e condições geométricas do capilar, e com elas, dados reológicos são obtidos considerando o escoamento plenamente desenvolvido, como exemplifica a Figura 8 (DEPARTAMENTO..., 2015; FORMAGGIO, 1982; NASCIMENTO, 2008).

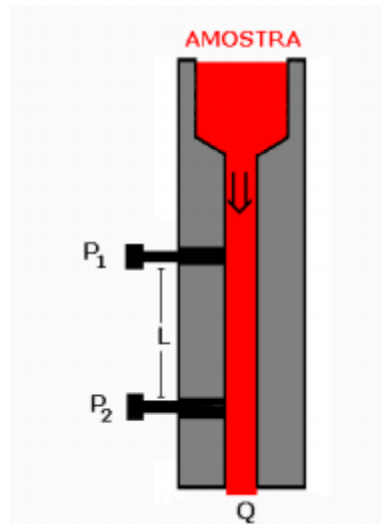


Figura 8 – Esquema de um reômetro capilar

Fonte: Adaptado de Nascimento (2008).

No experimento de Formaggio (1982) foi projetado um viscosímetro com um pistão aplicando pressão no material contido no copo, conforme esquema mostrado na Figura 9.

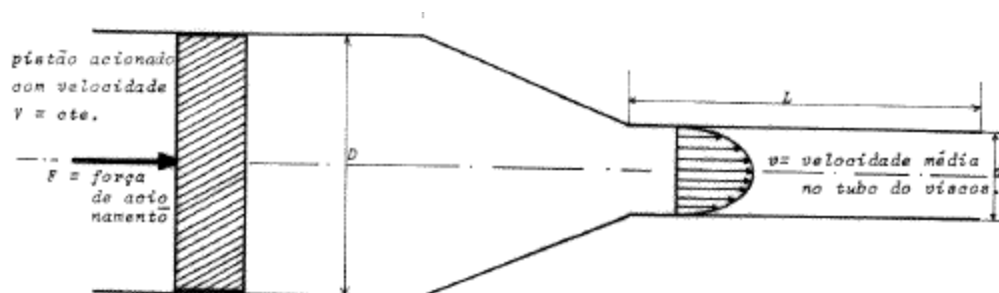


Figura 9 - Esquema do Viscosímetro proposto por Formaggio (1982)

Fonte: Formaggio (1982).

Por meio das equações de Navier Stokes com as hipóteses de regime laminar, variação de pressão apenas na direção de escoamento, considerando a velocidade média do escoamento na análise e representando as perdas através de uma força F_0 , a tensão é relacionada com a força do acionador para manter o fluxo de material segundo Equação (5):

$$\tau = \frac{d(F-F_0)}{\pi D^2 L} \quad (5)$$

Sendo:

- τ = Tensão de cisalhamento na parede
- d = Diâmetro do Capilar
- D = Diâmetro do Copo
- L = Comprimento do capilar
- F = Força do acionador
- F_0 = Força que representa as perdas

Da mesma maneira a taxa de deformação ou cisalhamento aparente é obtida, em conjunto com o fundamento de conservação da massa, pela Equação (6), a taxa é denominada aparente, pois considera o fluido como newtoniano para a dedução (FORMAGGIO, 1982).

$$\dot{\gamma} = \frac{8VD^2}{d^3} \quad (6)$$

Sendo:

- $\dot{\gamma}$ = Taxa de cisalhamento
- d = Diâmetro do Capilar
- D = Diâmetro do Copo
- V = Velocidade de deslocamento do pistão

Deste modo é possível mensurar por meio de aproximação a viscosidade relacionando a tensão com a taxa de cisalhamento como uma aproximação com o uso das equações apresentadas na seção 2.1.

2.3.2 Reologia de suspensões e massas cerâmicas para moldagem

O comportamento reológico da massa ou suspensão cerâmica para conformação é dependente naturalmente das características do pó cerâmico e dos aditivos utilizados, sejam eles para diminuir a viscosidade, melhorar a molhabilidade entre as partículas, dar resistência à peça, facilitar a extração, entre outros. A avaliação da reologia da matéria-prima é de extrema importância já que ele influencia diretamente no maquinário a ser utilizado e, portanto no custo do processo (FORTULAN, 1997; OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

Dentre as características da matéria-prima cerâmica utilizada na manufatura que influenciam a reologia da massa é possível citar o tamanho das partículas, a área superficial das mesmas, a geometria, a rugosidade, a proporção na mistura além das características químicas quando em contato entre si e outros componentes da massa (FORTULAN, 1997; OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

Para as distintas técnicas de fabricação, há diferentes meios de suspensão, aditivos ou ligantes adicionados ao pó, para desempenhar diferentes funções no sistema, geralmente com o intuito de dar plasticidade e fluxo à mistura com uma quantidade controlada para ao mesmo tempo prover resistência ao objeto após a moldagem, sem introduzir defeitos após o processo de retirada, como distorções, alta retração e alta porosidade. Portanto a reologia depende da quantidade relativa no sistema, da natureza destes materiais utilizados como aditivos, como viscosidade, densidade, interação física e química com os sólidos e das condições de temperatura, pressão e fluxo da mistura. Dentre os componentes utilizados na conformação por pó podemos citar as suspensões a base de água, polímeros, ceras, formadores de géis, ácidos, entre outros (FORTULAN, 1997; OLIVEIRA *et al.*, 2000; WENG, 2009).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A proposta desta pesquisa consiste em simular a injeção de faiança, com água como veículo, por meio de uma máquina universal de ensaios. A composição da massa escolhida para o estudo possui as características das massas utilizadas nas técnicas de manufatura por gel, cujos aditivos têm a vantagem de serem não tóxicos, de alta disponibilidade, fácil acesso e baixo preço, que permitem operação a temperatura ambiente e a baixa pressão. A proposta é correlacionar a reologia dessa massa aos parâmetros mais adequados para a técnica de injeção, ainda não encontrados na literatura para essa composição. Os materiais e procedimentos são descritos a seguir.

3.1 MASSA CERÂMICA

Os materiais utilizados e sua concentração em peso na massa foram:

1. Faiança comercial (~70%);
2. Amido de milho (<1,5%);
3. Silicato de sódio (0,5% da massa de faiança);
4. Hidróxido de sódio (<1,5%);
5. Água (~27%).

3.1.1 Pó cerâmico

A matéria-prima cerâmica utilizada foi uma faiança fornecida pela Cermassa. A concentração em peso de pó cerâmico na massa foi em torno de 70%, similar à proporção encontrada na literatura para injeção à base de água, a fim de se obter uma peça com a maior densidade possível. As condições e os parâmetros de injeção foram

estudados com base no comportamento reológico da mistura sob as mesmas condições de ensaio.

3.1.2 Ligantes e Aditivos

O veículo utilizado para a proposta de injeção à baixa pressão e temperatura ambiente foi a água. Adicionalmente, com a finalidade de melhorar ainda mais o escoamento da massa e dar resistência à cerâmica verde, após a injeção, outros aditivos foram incorporados à massa.

Silicato de sódio foi utilizado como defloculante na mistura, a fim de melhorar a fluidez da massa. A proporção de silicato de sódio foi de 0,5% em relação ao peso do pó cerâmico.

O formador de gel selecionado para o estudo em injeção foi o amido de milho, já que o intuito da pesquisa foi o de utilizar um composto natural à base de água.

O processamento da massa por injeção à temperatura ambiente foi possível pela adição à mistura de hidróxido de sódio (NaOH), que é capaz de gelificar o amido sem a necessidade da elevação da temperatura da suspensão, baseado na proposta de Weng (2009). A proporção em peso do amido e do hidróxido de sódio na massa foi mantida abaixo de 1%, para garantir que a concentração de sólidos e a formação dos géis não aumentasse significativamente a viscosidade da mistura antes da injeção, além das considerações explicitadas em relação à redução da porosidade do produto cerâmico.

3.1.3 Mistura da massa

Primeiramente, o amido foi dispersado em quase toda água, deixando reservado apenas uma quantidade para diluir o hidróxido de sódio concentrado e o silicato de sódio. Isso evitou a formação de aglomerados de pós aprisionados na massa. Este procedimento levou a posterior formação homogênea do gel, além de

impedir o aparecimento de defeitos de preenchimento no moldado. O silicato de sódio foi, então, dissolvido em uma pequena quantidade de água, antes de ser adicionado à dispersão de amido em água, com intuito de não deixar resíduos no recipiente, o que afetaria os resultados, pois a proporção do mesmo já é pequena na mistura. Faiança foi então adicionada à essa dispersão, misturando constantemente para homogeneização. Finalmente, hidróxido de sódio diluído em água foi adicionado à massa, atuando na formação do gel de amido e conseqüentemente a massa se tornou mais viscosa. Por isso, decidiu-se por sua adição na última etapa, de modo a facilitar a adição dos sólidos tornando, conseqüentemente, a mistura mais fácil e homogênea.

3.2 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA

O estudo do comportamento reológico da mistura foi feito por meio do método de reometria capilar baseado em Luz (2014), com variação da pressão aplicada, conforme proposto por Formaggio (1982). A força foi aplicada à massa no interior de um copo por meio de um êmbolo fixado por rosca à máquina universal de ensaio da marca EMIC, modelo DL10000, conforme modelo mostrado na Figura 10. A máquina fornece informações sobre a resistência ao deslocamento do pistão a uma velocidade constante que pode ser ajustada, pelo programa integrado ao sistema.



Figura 10 – Máquina universal de ensaio EMIC DL 10000

Fonte: Mecalux Logismarket o diretório industrial (2015).

A Figura 11 mostra a estrutura confeccionada que comporta o copo alinhado à máquina de ensaio para os testes de reologia. Consiste de uma base rosqueada na máquina para não permitir o deslocamento do copo quando aplicada carga, e de uma estrutura na parte posterior que permite ajustes de alinhamento.

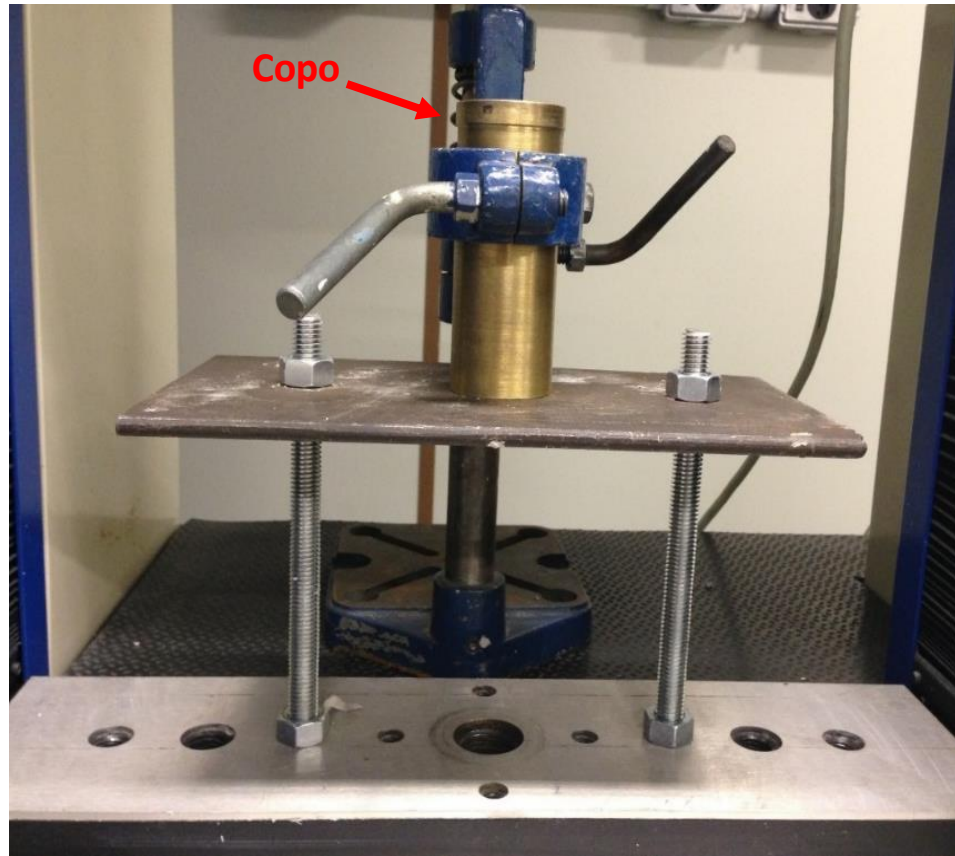


Figura 11 - Estrutura de fixação na máquina de ensaio para acomodação do copo

Fonte: Autoria própria

Na Figura 12, é possível, por sua vez, 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.



Figura 12 – Êmbolo de aplicação de força ao material dentro do copo para os testes reológicos e de injeção

Fonte: Autoria própria.

A extremidade inferior responsável pela transmissão de tensão ao material no interior do copo foi feita de Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular, a fim de evitar desgaste excessivo do copo metálico.

Para o estudo, foram escolhidas as velocidades de deslocamento do êmbolo de 10, 50 e 90 mm/min e foram acopladas ao copo os bicos com 2,65, 4,40 e 6,30 mm de diâmetro, todos com 5 mm de comprimento, apresentados na Figura 13. Contudo, como o intuito era comparar os esforços necessários para escoamento livre e dentro do molde, foi somente obtida uma curva força versus deslocamento do êmbolo para um único comprimento de capilar, 5 mm, para cada combinação de diâmetro de bico e velocidade de injeção.

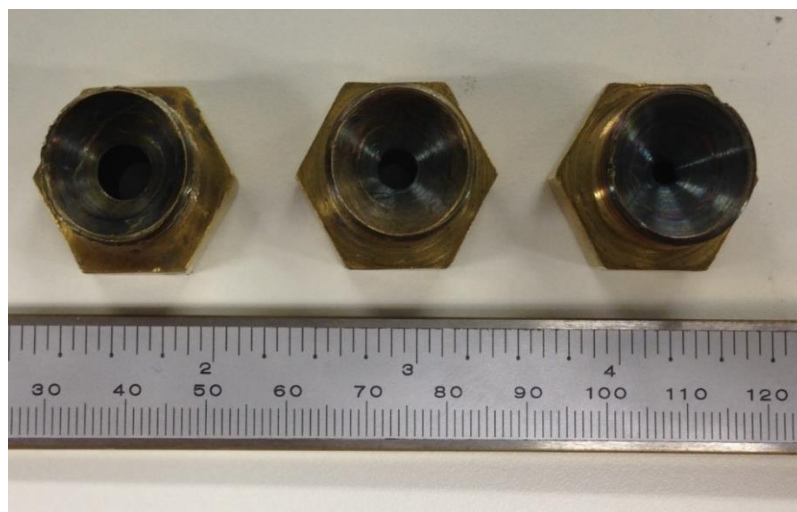


Figura 13 – Bicos utilizados na caracterização reológica e na injeção

Fonte: Autoria própria.

3.3 INJEÇÃO DA MASSA

A injeção do material foi realizada utilizando o mesmo dispositivo apresentado na seção anterior para a caracterização reológica, exceto a estrutura rosqueada à base da máquina mostrada na Figura 11, pois impedia o acoplamento dos bicos ao molde. O próprio molde restringiu a movimentação vertical do copo. O molde feito em epóxi, ilustrado na Figura 14, foi acoplado ao copo por meio dos bicos injetores.

Vale ressaltar que a prática consiste em uma simulação do processo de injeção, já que não será utilizado maquinário específico para tal, e sim, foi feita uma adaptação utilizando uma máquina universal de ensaio. Além disso a composição da massa cerâmica utilizada é baseada nos processos de conformação de pós-cerâmicos de consolidação por gel, que precisaria um leve aquecimento para retração e retirada do molde.

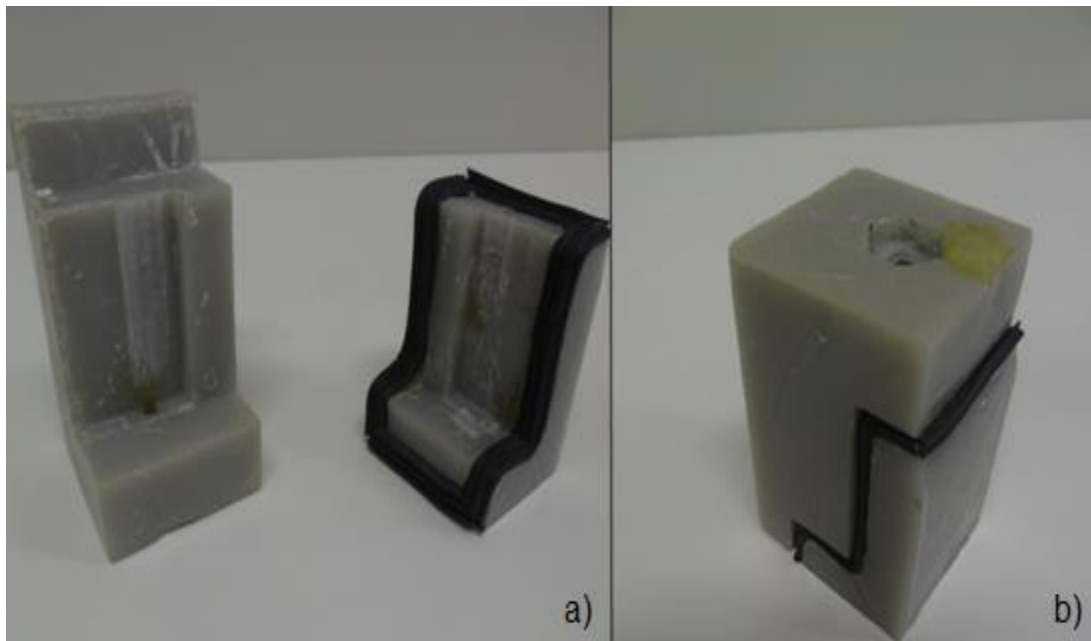


Figura 14 - Molde em Epóxi para a injeção: a) Molde aberto e b) molde fechado

Fonte: Autoria própria

Nessa fase, distintos diâmetros do bico injetor foram testados com diferentes velocidades de injeção, controladas pela máquina de ensaio, e uma nova curva de força por deslocamento auxiliou a análise do comportamento do fluido durante o preenchimento do molde. A curva força por deslocamento registrou no início a

compactação do material antes do escoamento, depois a resistência da massa ao deslocamento do êmbolo que foi necessário para manter o fluxo de massa durante todo percurso até total acomodação dentro da cavidade, e por fim a compactação do material dentro do molde. O sistema montado para esta etapa de injeção na máquina universal de ensaio é mostrado na Figura 15.

A massa escoará do interior do copo para o bico rosqueado em sua parte inferior. As velocidades de deslocamento do êmbolo foram de 10, 50 e 90 mm/min para os diâmetros de bicos injetores de 2,65, 4,40 a 6,30 mm já mostrados anteriormente na Figura 12, assim como na seção anterior de caracterização reológica.

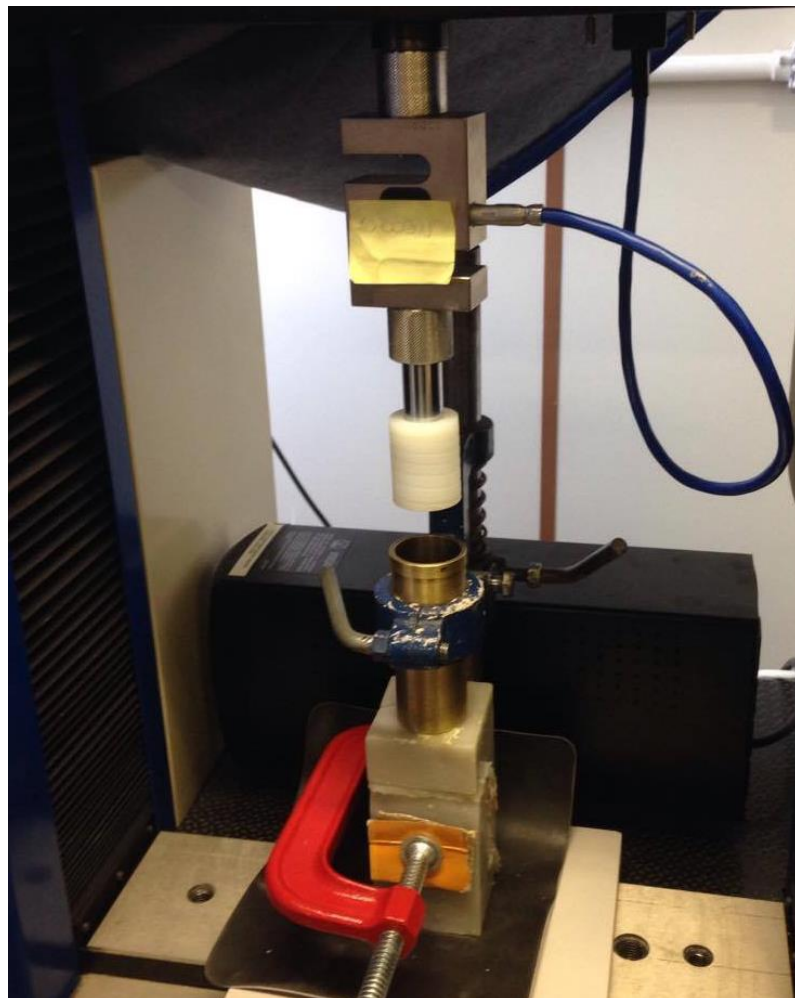


Figura 15 - Sistema de injeção adaptado à máquina universal de ensaio

Fonte: Autoria própria

3.4 MEDIDA DE RETRAÇÃO

Foi medida a retração do material obtida no estudo do comportamento reológico. Primeiramente, o material foi mantido a temperatura ambiente por pelo menos vinte e quatro horas para secagem, e depois queimado por duas horas a 1150°C, com rampa de aquecimento e resfriamento de 10°C por minuto, de acordo com as condições sugeridas pela empresa fornecedora da faiança.

A retração da peça é consequência da eliminação da umidade e dos aditivos presentes na massa, além claro, da densificação por formação de fase vítrea durante a queima. A medida da retração linear pelo diâmetro, assim como feito por Carginin *et al.* (2012) por meio da Equação (7), permitirá avaliar a variação geométrica do corpo de prova após a queima do corpo de prova.

$$R_l(\%) = \left[1 - \left(\frac{D_f}{D_i} \right) \right] \cdot 100 \quad (7)$$

Sendo:

- D_f = Diâmetro final do corpo
- D_i = Diâmetro inicial do corpo

As medidas do corpo de prova antes e depois da queima, para cálculo da retração, foram determinadas com o auxílio de um paquímetro.

4 RESULTADOS

4.1 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA

A caracterização reológica da massa cerâmica se restringiu à determinação da curva de força versus deslocamento do êmbolo.

Na pesquisa de Zhou (2013) foi utilizada diâmetros de bicos de 8 a 15 mm e velocidade máxima de pistão de 90 mm/min para estudar a extrusão de argamassa de cimento reforçado com fibras curtas. Setz (2011) também utilizou um diâmetro de bico de 10 mm e velocidades que variavam de 40 a 360 mm/min, para estudo do comportamento reológico de massa de alumina com alta concentração de sólido para laminação. Deste modo escoamento da massa testado em cada uma das velocidades do êmbolo, acoplado à máquina de ensaios, foi realizado em cada um dos bicos, já especificados, em concordância com valores já testados em reologia capilar com materiais cerâmicos encontrados na literatura.

Ensaio iniciais foram realizados com o copo vazio, para cada velocidade de descida do êmbolo. Assim, foi possível mensurar o erro associado ao não perfeito alinhamento e ajustar as partes da estrutura. A Figura 16 mostra os gráficos de força versus deslocamento para os testes com o copo vazio.

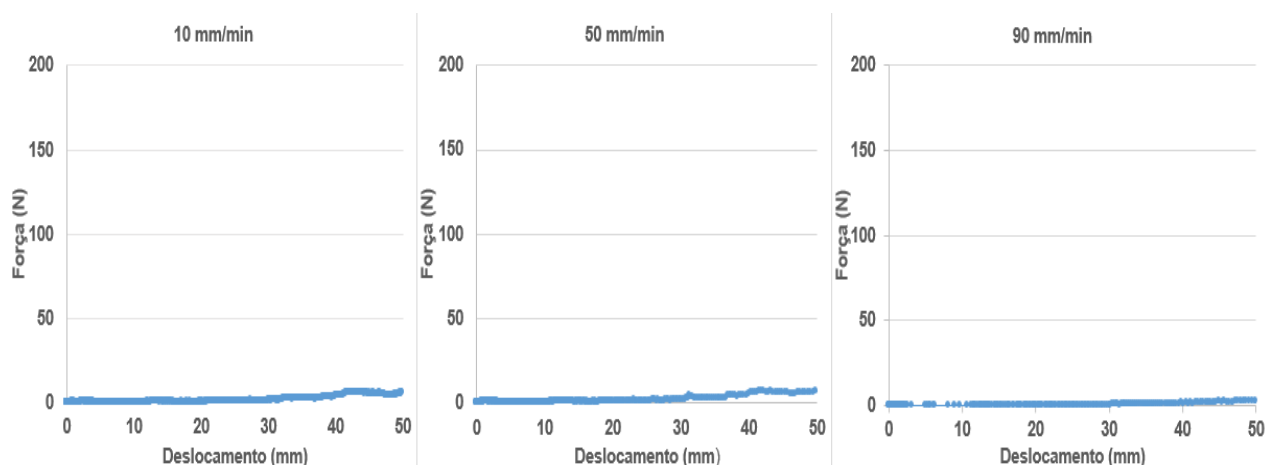


Figura 16 - Gráficos de força versus deslocamento com copo vazio para cada velocidade de êmbolo

Fonte: Autoria própria

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 17.

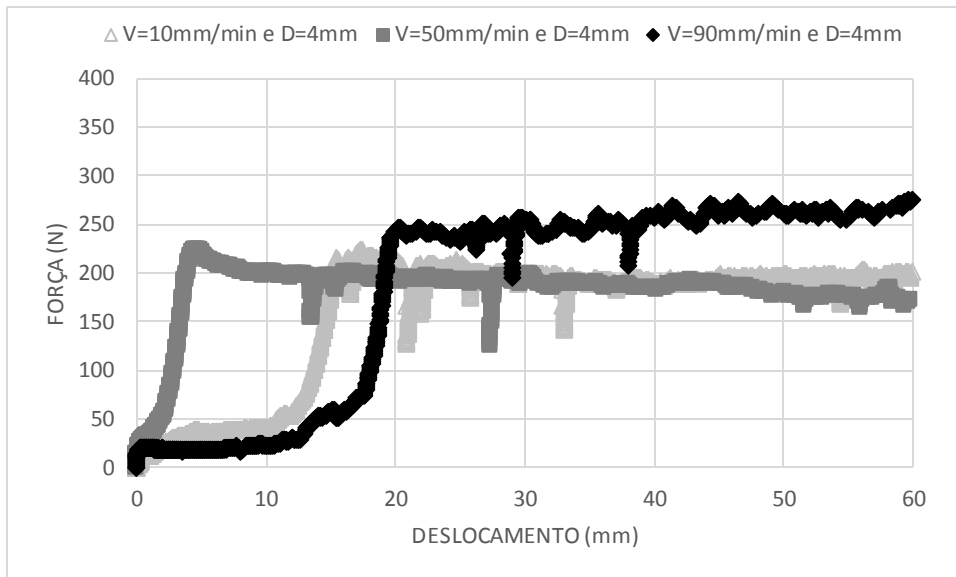


Figura 17 - Exemplo de curvas força versus deslocamento sem escoamento prévio de material

Fonte: Autoria própria

É possível notar que há um patamar de força, antes da elevação acentuada da resistência. Este patamar mostrou intervalos de deslocamento e intensidades de força distintos para cada ensaio realizado, sendo influenciado pelo preenchimento manual do copo. A partir disso, o procedimento de escoamento inicial da massa antes dos ensaios foi adotado, para dar uma pré-compactação à 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 levam em conta essa resistência na primeira etapa. Após esse procedimento inicial, foi então realizado o ensaio.

A Figura 18 mostra o gráfico com a curva de força versus deslocamento para cada velocidade de descida do êmbolo, utilizando o bico de diâmetro de 6,30 mm.

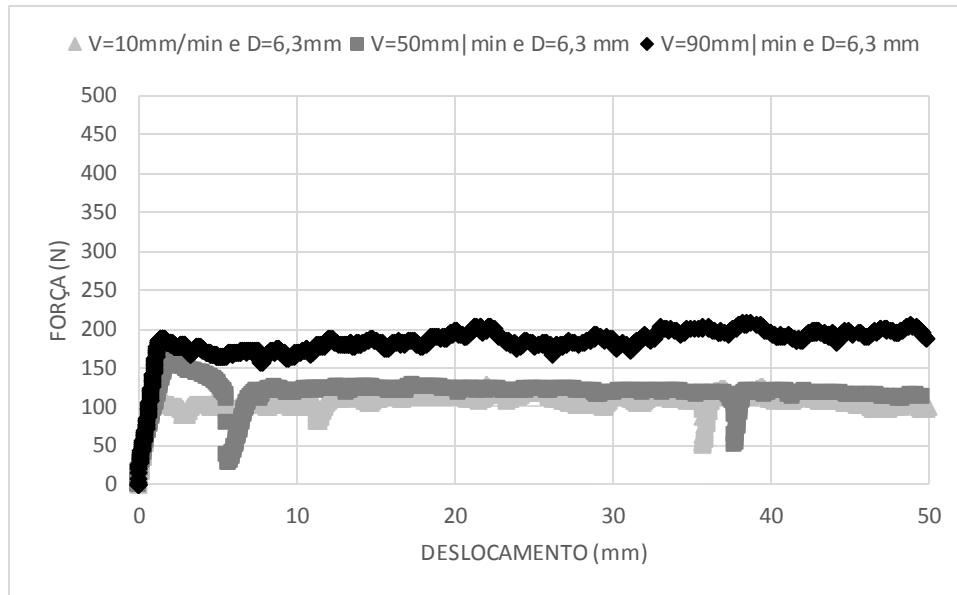


Figura 18 – Gráfico de força por deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 6,30 mm

Fonte: Autoria própria

A primeira fase observada na curva, apresentada na Figura 18, é a de compactação do material, na qual a força tende a aumentar de forma linear com o deslocamento e com uma inclinação constante, igual a aproximadamente 125 N/mm. 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, o que explicaria esse comportamento. Na verdade, é a força 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. Entretanto, observam-se oscilações da força nesse segmento, algumas leves e outras mais agudas, devido ao rompimento do filamento de material observado após passagem pelo bico. Durante o escoamento, ouvia-se um estalo e uma rápida, e relativamente grande, oscilação da força no gráfico plotado no programa da máquina. Isso deve ser resultado de espaços com ar ainda não eliminados contidos no volume, em combinação ao aumento da turbulência do escoamento na região de transição copo-capilar. O que explica também as pequenas oscilações à medida em que o escoamento é afunilado abruptamente em relação ao diâmetro do copo, o qual tem geometria do fundo plana, dificultando uma transição mais suave, provocando aceleração da massa e, conseqüentemente, maior atrito viscoso e colisão entre as partículas sólidas.

Para o bico de 6,30 mm, houve variação dos esforços necessários para o regime permanente com a variação da taxa de cisalhamento, promovido pela mudança de velocidade do êmbolo, como era previsto. Na Figura 19 é apresentado o comportamento do escoamento para o bico de 4,40 mm de diâmetro, para as distintas velocidades.

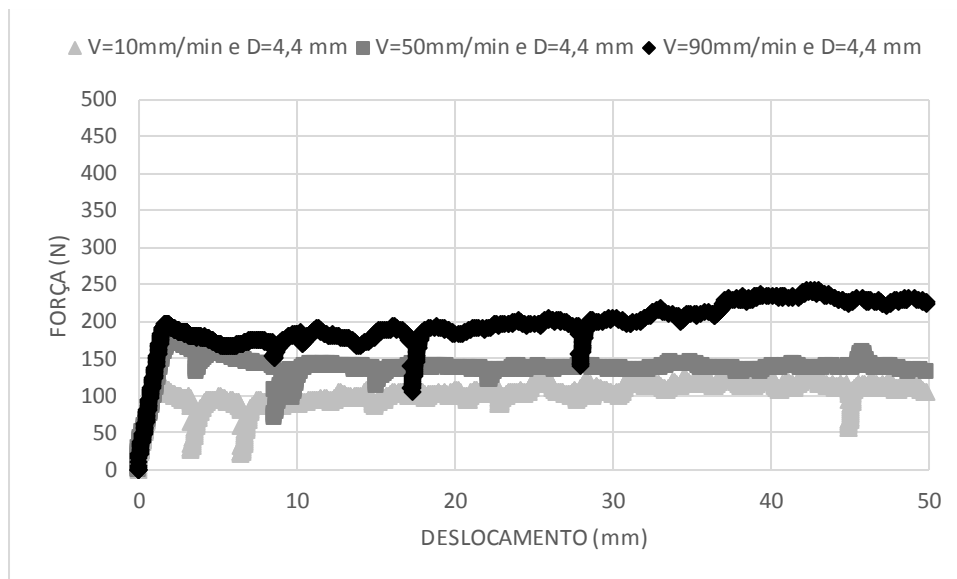


Figura 19 – Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 4,40 mm

Fonte: Autoria própria

No escoamento da massa por esse diâmetro, as forças necessárias para o desenvolvimento do escoamento no estado pleno tendem a aumentar com o aumento da velocidade, o que já era esperado. Entretanto, a faixa de valores se encontrou muito próxima às obtidas com o bico de 6,30 mm, no qual se esperava que o aumento da taxa de cisalhamento provocado pela diminuição do diâmetro se pronunciasse nas curvas e se distinguíssem dos valores obtidos com o diâmetro maior. A inclinação da curva neste caso ficou em torno de 123 N/mm. Em seguida, a Figura 20 mostra a última análise para o bico de 2,65 mm de diâmetro.

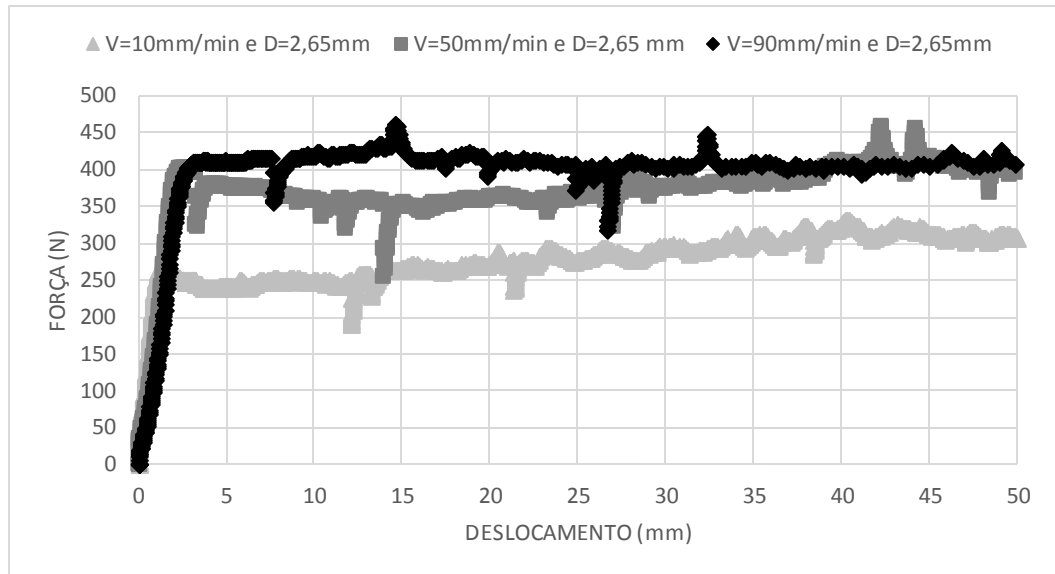


Figura 20 – Gráfico de força versus deslocamento para cada velocidade de êmbolo com diâmetro do bico de 2,65 mm

Fonte: Autoria própria

Analogamente ao ocorrido anteriormente com os bicos maiores, há um aumento dos esforços para escoamento pleno para as três velocidades propostas. Entretanto, essa diferença para cada velocidade é mais evidente para o diâmetro de bico de 2,65 mm em relação aos demais. Comparando as mesmas velocidades, variando o bico nas três figuras anteriores, nota-se um considerável aumento dos esforços de escoamento pleno para o bico de diâmetro de 2,65 mm.

Analisando todas as curvas obtidas para cada condição, fica claro a importância do escoamento inicial do material para pré-compactação antes do ensaio. Pode-se notar que a inclinação da reta na fase de compactação é praticamente constante para todas as condições, com coeficiente angular variando entre 123 e 136 N/mm. Isso significa que todas possuem o mesmo gradiente de força no deslocamento para essa fase, resultado da estabilidade da massa e devido à pré-compactação, que deixou a massa em condições iguais para todos os ensaios.

Para melhor comparação dos diferentes níveis de esforços necessários para escoamento pleno, para as distintas combinações de velocidades e diâmetros de bico, foi calculado a média aritmética das forças obtidas nessa região das curvas. A Tabela 3 mostra o valor médio das forças e respectivos coeficientes de variação para região de escoamento pleno da massa cerâmica, para cada combinação de velocidades e bicos.

Tabela 3 - Valores médios das forças e 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%)

Fonte: Aatoria Própria

Observando as curvas apresentadas e os valores da Tabela 3, é evidente que as forças, para atingir o escoamento em regime permanente, foram significativamente mais altas quando foi usado o bico de 2,65 mm. Esse comportamento pode ser explicado pela razão L/D , que corresponde a divisão do comprimento do capilar pelo diâmetro do bico. As equações usadas para os cálculos da tensão e da taxa de cisalhamento, apresentados na seção 2.3.1, em escoamento capilar, partem do princípio de que os efeitos de entrada da massa no capilar são desprezados. Isso significa que é considerado todo comprimento do capilar como a região denominada viscosimétrica, em que os efeitos previstos da perda de carga pelo atrito viscoso no desenvolvimento do escoamento acontecem. As razões L/D calculadas para os diâmetros de 4,40 mm e 6,30 mm são 1,14 e 0,79, respectivamente. Morita *et al.* (2005) utilizaram razões entre 10 e 30 para ensaio com Poliestireno, Stedman *et al.* (1990) testaram valores entre 6,67 e 23,33 para massa cerâmica testada em injeção composta de carbeto de silício e nitreto de silício com polipropileno como veículo orgânico e Luz *et al.* (2014) usou L/D igual a 2 para massa a base de faiança similar à que foi utilizada nesta proposta, todos foram estudos de reometria capilar. Para o diâmetro de 2,65 mm a razão calculada sobe para o valor de 1,89. Por isso, fica evidente o aumento dos esforços de escoamento provocados pela variação da taxa de cisalhamento com a mudança de diâmetro do bico. No caso dos bicos maiores, em função do curto comprimento em relação ao diâmetro, o atrito viscoso do escoamento da massa não se desenvolve e nem se evidencia devidamente durante a passagem pelo capilar.

As forças médias para escoamento pleno apresentadas anteriormente, são influenciadas pelas características da massa e de seus constituintes, das restrições impostas ao escoamento na transição do copo para o bico, das perdas, como atrito

entro êmbolo e o copo. Principalmente, pelas tensões desenvolvidas pelo atrito viscoso do material, quando aplicado à uma determinada taxa de cisalhamento, representada pelo valor de τ , previsto na Equação (5). Se para efeito de cálculo, o valor da força que representa as perdas (F_0) da Equação (5) for considerado 0, é possível calcular a tensão de cisalhamento com base nas forças médias de escoamento apresentadas na Tabela 3. Assim foi obtido o gráfico de tensão versus cisalhamento na Figura 21. No qual é possível distinguir o comportamento de fluido de Bingham, descrito pela Equação (2). Os valores da tensão de escoamento e da viscosidade devem ser menores que os previstos pela equação de ajuste dos pontos experimentais apresentada no gráfico, que são de 34815 Pa e 75 Pa, respectivamente.

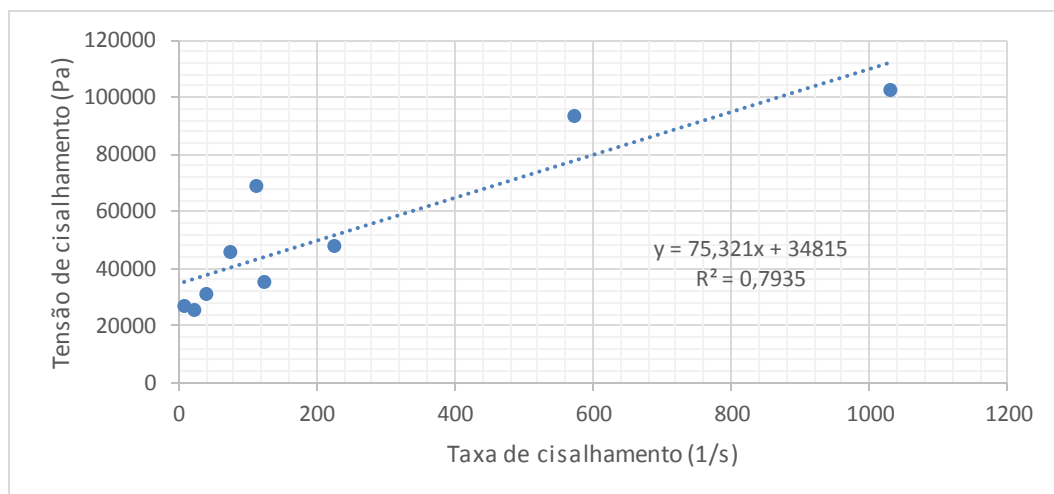


Figura 21 - Gráfico de Tensão de cisalhamento (Pa) versus Taxa de cisalhamento (1/s) calculadas a partir das forças médias resultantes do escoamento pleno da massa cerâmica

Fonte: Autoria própria.

4.2 INJEÇÃO DA MASSA

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 em injeção. Pois, é o mais suscetível às mudanças de velocidade de

deslocamento do êmbolo, e também, é o que apresenta as condições extremas de esforços para escoamento, já que o intuito deste trabalho é comparar com as pressões já utilizadas em processos de injeção de pós cerâmicos. A Figura 22 mostra a força de resistência ao deslocamento do êmbolo durante o preenchimento da cavidade do molde, para as velocidades estudadas. As etapas observadas são a de pré-compactação (primeiro patamar), resistência ao escoamento (primeira inclinação), preenchimento (patamar) e empacotamento (segunda inclinação).

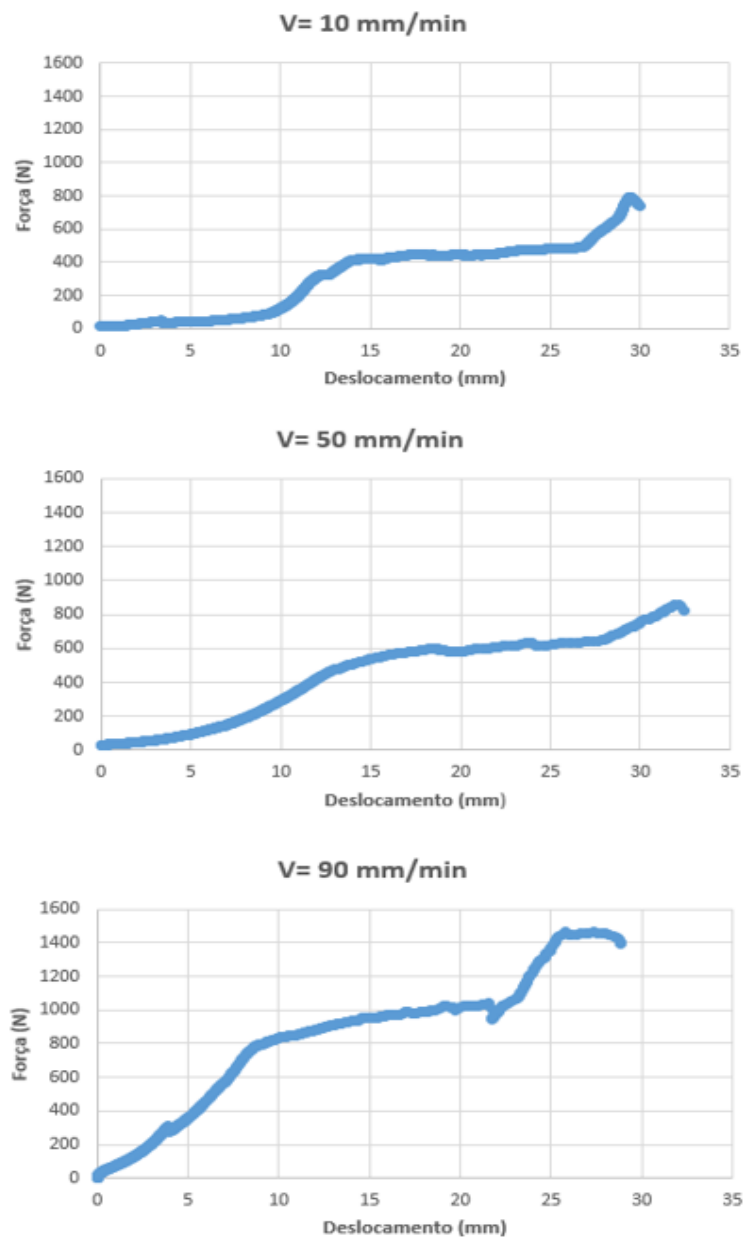


Figura 22 - Gráfico de força por deslocamento do preenchimento do molde para as velocidades de êmbolo de 10, 50 e 90 mm/min e diâmetro do bico de 2,65 mm

Fonte: Autoria própria.

4.3.1 Pré-compactação

Logo no início do deslocamento do êmbolo, nota-se um degrau de aumento da força, que precede uma subida acentuada e parcialmente retilínea, como mostram os gráficos da Figura 21. Esse degrau é resultado de uma pré-compactação, que elimina grandes espaços com bolsões de ar na massa, feita durante o preenchimento manual do copo. Nessa etapa não foi possível deixar escoar o material antes da realização do ensaio, pois o próprio molde apoia o copo por meio do bico acoplado.

O fato da etapa de pré-compactação começar e terminar em posições diferentes para as distintas velocidades, e até ter intervalo de força distintos, não significa que seja resultado da variação dos parâmetros, mas sim, dos erros associados ao preenchimento manual do material dentro do copo.

4.3.2 Resistência ao escoamento

Em seguida, verifica-se uma inclinação em que a força tende a aumentar a uma taxa acentuada, que consiste em vencer a resistência ao escoamento do material ao passar pelo bico, similar ao que ocorreu no ensaio de reologia capilar. Entretanto, observa-se que a inclinação dessa reta na etapa de injeção é menor que na caracterização reológica, com taxas entre 126 e 136 N/mm, justamente pelo material ter sido pré-compactado, e assim, atingir a força para escoamento pleno mais rapidamente.

Foi possível notar que as inclinações das retas foram diferentes durante os ensaios de injeção, fato que não ocorreu nos ensaios reológicos, no qual as inclinações foram praticamente as mesmas. Novamente, fato causado pelo preenchimento manual do copo, suscetível às variações da força imposta, devido ao erro humano.

4.3.3 Preenchimento do molde

Em seguida, no gráfico da Figura 21, é possível verificar outro patamar, no qual ocorre a injeção propriamente dita do material na cavidade do molde, nele a força tende a subir com uma inclinação bem menos acentuada que em relação a fase de compactação antes da passagem do material pelo bico. Nessa região de preenchimento, a força sobe gradativamente durante o processo como pode ser visto na curva, diferentemente do que ocorre no ensaio de reologia, no qual após a compactação ela tende a se manter constante. Isso é provavelmente resultado da formação de uma barreira imposta pelo próprio material, que pode ter se acumulado na entrada e não escoado completamente para as laterais e fundo do molde. Também, pode ser resultado da diminuição do volume disponível para preenchimento. É o que similarmente ocorre no processo de injeção de polímeros, quanto mais material entra na cavidade, maior é a resistência encontrada para inserir material adicional.

É possível perceber, no entanto, 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 se deve ao atrito gerado pela restrição ao escoamento promovida 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. Forças essas que não estão inclusas nos resultados da seção de caracterização reológica, como comentado anteriormente.

Os valores das forças de início e fim de preenchimento do molde, retirados das curvas apresentadas, foram 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 também é um aumento da taxa de força por deslocamento com o acréscimo das velocidades. 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, 10 e 16 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 79, 18 e 9 segundos, da menor para a maior velocidade de êmbolo. Os tempos variaram de acordo com a velocidade utilizada, inversamente proporcionais. Ainda é importante

destacar que o intervalo de deslocamento percorrido pelo êmbolo, ou seja, o volume de material introduzido no molde, não apresentou mudança significativa, sendo de 12,2; 12,8 e 13,7 mm com o aumento da velocidade. Isso permitiu avaliar que apesar do aumento do esforço, com o aumento da velocidade de entrada do material na cavidade, não há 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.

Esses dados podem ser comparados aos obtidos nos ensaios reológicos, tal como pode ser visto na Tabela 4. Se comparada à fase de regime de escoamento pleno do ensaio reológico (índice r), houve um aumento significativo da diferença entre o início (índice i) e o fim (índice f) da medida de força de escoamento da massa na etapa de injeção (índice i) com a velocidade do êmbolo (V). Nesta mesma tabela, é possível comparar os valores médios (índice m) encontrados. A tabela permitiu avaliar, que mesmo com os erros do processo referentes ao alinhamento dos equipamentos, evidenciados nas oscilações das curvas de reologia, os valores de injeção apresentaram valores superiores às variações das forças de reologia que naturalmente tenderiam a ser constantes, indicando que a contribuição do erro não interferiu nas análises apresentadas e discutidas.

Tabela 4 - Comparação entre as forças de escoamento no ensaio reológico e as medidas na etapa de injeção da massa.

V (mm/min)	Ensaio Reológico				Ensaio de Injeção				
	Fri (N)	Frf (N)	Frf-Fri (N)	Frm (N)	Fii (N)	Fif (N)	Fif-Fii (N)	Fim (N)	Fim-Frm (N)
10	257	304	47	277	410	490	80	450	173
50	396	392	-4	375	530	650	120	590	215
90	390	412	22	400	800	1050	250	925	525

Fonte: Autoria própria.

4.3.4 Empacotamento

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 seu 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 de rompimento da resistência 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 seu aumento linear acentuado, da fase de empacotamento do material no interior da cavidade. A máxima variação entre força inicial e final de empacotamento foi de aproximadamente 400 N, valor retirado das curvas de injeção.

É importante salientar que, resultados como coeficiente angular de reta e tempo, apenas são apresentados na fase de injeção, porque são influenciados por outros fatores externos, além da variação dos parâmetros de velocidade e diâmetro do bico. Como por exemplo, o preenchimento do copo, que influenciou na inclinação das fases de pré-compactação e resistência ao escoamento. E também, a resistência e eficiência da vedação do molde, que era reparada a cada ensaio, e que influenciavam na curva na fase de empacotamento.

4.3 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS COM LITERATURA

Estes resultados apresentados nesta seção e na anterior, de caracterização reológica, são úteis para o projeto de um equipamento de injeção com esse e outros tipos de materiais, ou até de adaptações de máquinas comerciais já existentes. Visto que, uma alteração de velocidade de injeção e geometria do bico injetor podem alterar significativamente parâmetros importantes do processo, como a pressão de injeção, que dita a robustez necessária do maquinário, requisitos do projeto de molde, energia gasta no processo, entre outros fatores.

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 ou injeção 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 de atrito e folga entre o êmbolo e a parede do copo. Com intuito de comparar os resultados apresentados com os parâmetros de injeção já utilizados em outras composições de massa, como consta na Tabela 2, será utilizada a força máxima de injeção como condição mais crítica, gerada utilizando o bico de diâmetro de 2,65 mm e velocidade do êmbolo de 90 mm/min. A força obtida na curva para essa condição é de aproximadamente 1050 N. Como o êmbolo possui diâmetro de 40 mm, a pressão de injeção para essa condição crítica é de 0,83 MPa. Essa pressão calculada é próxima à utilizada por Fortulan (1997), em injeção a baixa pressão, que é de 0,70 MPa, como mostra a Tabela 2, utilizando como veículo polímeros e termoceras, e nesse caso, tendo proporção mássica de carga cerâmica inferior. Portanto, mesmo com a condição mais crítica, foi possível injetar material no molde em baixa pressão com a composição da massa proposta. Tendo como veículo a água e aditivos orgânicos não tóxicos em baixa proporção, com a principal vantagem de toda a operação poder ser realizada a temperatura ambiente.

Após a realização da injeção e obtenção das curvas, foi feita a abertura do molde para retirada do corpo de prova, entretanto devido as características do molde e da massa não foi possível retirar o corpo intacto do molde, como pode ser visto na Figura 23.



Figura 23 - Molde aberto após injeção da massa cerâmica

Fonte: Autoria própria.

Como consequência, não foi possível realizar o ensaio mecânico do corpo, que consistia de uma etapa que forneceria um resultado importante da qualidade do produto dessa massa quando moldada por injeção. Uma possível solução seria secagem superficial do corpo com utilização de um molde poroso, já que a massa por ser a base de água permite evaporação a temperatura ambiente, para assim desprender o produto do molde com mais facilidade, e aumentar a resistência da cerâmica verde para manuseio.

4.3 MEDIDA DE RETRAÇÃO

Como alternativa a não obtenção da medida de retração a partir do corpo de prova injetado, já que não foi possível retirá-lo intacto da cavidade, foram medidos segmentos do filamento proveniente da caracterização reológica como mostrado na Figura 24, para cada condição de diâmetro de bico e velocidade de êmbolo. Assim, a medida de retração linear foi obtida pela variação do diâmetro. Com o intuito de comparar com a literatura e entre si, o comportamento da variação geométrica dessa composição de massa, devido à perda de umidade e aditivos durante a etapa de queima.



Figura 24 – Exemplo de filamento de massa cerâmica retirado para medida de retração: a) após a saída do bico e b) após a queima

Fonte: Aatoria própria.

Deste modo, para cada condição foi medido o diâmetro do filamento em 5 partes diferentes de sua extensão, logo após saída do bico e após a queima, conforme condições pré-estabelecidas, citadas na seção 3.4. As médias das medidas dos diâmetros iniciais e finais do filamento, com seus respectivos coeficientes de variação, e o valor total de retração são apresentados na Tabela 5.

Mesmo com o filamento possuindo formato irregular em sua extensão, os coeficientes de variação das respectivas médias calculadas apresentaram valores abaixo de 10%, indicando um baixo erro associado às medições, como pode ser visto a seguir.

Tabela 5 - Média dos diâmetros iniciais e finais dos filamentos, e retração total

		Diâmetro inicial médio (mm)	Diâmetro final médio (mm)	Retração total
		(Coef. de variação)	(Coef. de variação)	
D= 6,4 mm	V= 10 mm/min	6,87 (6,5%)	5,16 (1,8%)	25%
	V=50 mm/min	6,33 (5,0%)	5,20 (1,5%)	18%
	V= 90 mm/min	6,44 (2,4%)	5,09 (1,1%)	21%
D= 4,40 mm	V= 10 mm/min	4,93 (3,5%)	3,66 (1,1%)	26%
	V=50 mm/min	4,56 (4,1%)	3,64 (1,8%)	20%
	V= 90 mm/min	4,46 (3,4%)	3,62 (3,2%)	19%
D= 2,65 mm	V= 10 mm/min	2,80 (4,6%)	2,06 (2,0%)	26%
	V=50 mm/min	2,68 (6,7%)	2,09 (2,6%)	22%
	V= 90 mm/min	2,62 (5,0%)	2,18 (2,1%)	17%

Fonte: Autoria própria.

De acordo com Fortulan (1997), as porcentagens de retração esperadas para peças injetadas se encontram na faixa de 15,00 a 22,00 %, dependendo das condições do processo e método de extração do veículo. Nos testes de Weng (2009), que utilizou também massa à base de faiança sem amido em colagem de barbotina, foram obtidos valores de retração que variam entre 21,76 e 23,20 %. É possível observar que as porcentagens não seguem um padrão e nem mudam significativamente, variando o diâmetro para uma mesma condição de velocidade, porém, mantendo constante o diâmetro a retração tende a diminuir com aumento da velocidade. Além disso, de acordo com os dados apresentados na Tabela 5, nota-se que, exceto para a condição de velocidade de 10 mm/min de descida do êmbolo, os

valores totais de retração se encontram na faixa esperada de acordo com Fortulan (1997) e encontrados na dissertação de Weng (2009).

Uma hipótese que pode explicar esses resultados é a influência da compactação da massa nos resultados de retração, assim como mostra a pesquisa de Nasseti e Palmonari (1997). O aumento dos esforços ocasionados dentro do copo pela variação de velocidade de 10 para 50 mm/min podem ter gerado uma compactação das partículas sólidas, e conseqüentemente, eliminação da umidade, diminuindo assim o valor de retração após a queima. Entretanto, para a mudança de velocidade do êmbolo de 50 para 90 min/min, esse fenômeno não teria mais surtido efeito, não gerando muita variação dos valores para um mesmo diâmetro.

5 CONCLUSÕES

Com base na fundamentação teórica, estudo reológico da massa e posterior análise dos parâmetros de injeção, foi possível verificar a viabilidade do processo de injeção de massa cerâmica à base de água, em temperatura ambiente e baixa pressão. Entretanto, não foi possível fazer a retirada do corpo de prova da cavidade do molde, e conseqüentemente a medida de retração foi prejudicada e a caracterização mecânica foi impossibilitada, o que prejudicou a análise qualitativa, como a resistência mecânica, do produto da injeção com a composição utilizada.

Utilizando como pó cerâmico uma faiança comercial e água como veículo, com as proporções já estabelecidas dos aditivos, silicato de sódio e hidróxido de sódio, foi possível aperfeiçoar o método de mistura da massa, para que levasse a maior homogeneidade possível. Lembrando que a gelificação à temperatura ambiente só foi possível graças à adição de hidróxido de sódio à massa.

Após preparação da massa, pela análise reológica, constatou-se que a massa cerâmica apresenta comportamento de fluido de Bingham e foi determinada a força de escoamento pleno em função da velocidade de deslocamento do êmbolo, utilizando os bicos de diâmetro 2,65; 4,40, e; 6,30 mm. Parâmetro esse que deveria ser analisado antes da injeção da massa para escolha da condição mais crítica de ensaio. Foi possível notar o aumento das forças de escoamento com aumento da taxa de cisalhamento pela velocidade de êmbolo, para cada bico. O diâmetro do bico de 2,65 mm apresentou a maior variação nas forças de escoamento.

A injeção, então, foi feita utilizando o bico injetor de diâmetro de 2,65 mm, definido como o caso mais crítico na caracterização reológica. Os gráficos gerados pela máquina universal de ensaio, de força versus deslocamento, possibilitaram analisar o comportamento das distintas fases do processo de injeção. E 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 comprovada a baixa pressão de injeção da massa cerâmica a temperatura ambiente.

A retração linear medida pela variação do diâmetro dos filamentos provenientes da caracterização reológica, indicaram influência da velocidade do êmbolo nos valores

de retração, somente para as duas maiores velocidades os valores se encontraram dentro da faixa esperada relativa a literatura.

5.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros, em virtude da necessidade de avaliar a qualidade dos produtos injetados com essa composição, visto que a massa à base de argila e água é suscetível à secagem ambiente, uma possível solução seria utilização de um molde poroso que permita a secagem superficial, seja natural ou forçada, para desprendimento da peça. Com um corpo de prova obtido a partir da injeção, seria possível verificar a influência, também, da compactação na retração do corpo de prova de uma forma mais precisa, confirmando os resultados apresentados nesse trabalho. Além disso, dados importantes como resistência mecânica, densidade, influência dos parâmetros de secagem e queima na qualidade da peça poderiam ser analisados. Outra análise seria referente a proporção dos constituintes da massa, com intuito de otimizar a carga sólida mantendo o processamento em baixa pressão.

REFERÊNCIAS

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P.. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C674-88**: Standard test methods for flexural properties of ceramic whiteware materials. 1989.

BOGAS, J. A. **Materiais cerâmicos**. Técnico Lisboa, 2013.

BRETAS, R. E. S.; D'AVILA, M. A. **Reologia de polímeros fundidos**. São Carlos: EDUFSCAR, 2000.

CALLISTER Jr, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. LTC, 2008.

CAMPOS, J. R.; VIEIRA, M. B. D. S.; CAMPOS, L. V. D. Emprego do amido de araruta gelatinizado com hidróxido de sódio como auxiliar de floculação de águas para abastecimento. In: **Trabalhos apresentados ao 12º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental**. Universidade de Sao Paulo, 1983. p. 1.

CARGNIN, M.; ALBANAZ, I.; CAMISA, I. D. S.; JUNG, M.; PEREIRA, S. L. D. S.. Comparativo entre diferentes métodos de determinação da retração linear de placas cerâmicas. **Revista Técnico Científica do IFSC**, v. 1, n. 2, p. 242, 2012.

CRUZ, Tessie Gouvea da. **Monitoramento por microscopia óptica e processamento digital de imagens do processo de conformação cerâmica por conformação com amidos comerciais**. 2007. 128f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

DEPARTAMENTO DE ENERGIA, FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA DA UNICAMP. **Determinação da viscosidade**: métodos de Stokes e do Copo Ford. Disponível em <http://www.fem.unicamp.br/~em712/viscos.doc>. Acesso em [14/11/2015](#).

DINGER, Dennis R. **Rheology for ceramists**. Clemson: Morris Publishing, 2002. 203 p.

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.

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.

FORMAGGIO, G.J. **Projeto, construção e ensaio de um viscosímetro capilar**. 1982, 97p. Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos e Agricultura, UNICAMP, Campinas, São Paulo. 1982.

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.

LUZ, A. B. da; CAMPOS, Antônio Rodrigues de. **Rochas e minerais industriais: usos e especificações**. Rio de Janeiro: CETEM, 2005.

LUZ, N.; BERTOLETI, L.; ARAUJO, M. S.; CERRI, J. A.. **Análise reológica de massa cerâmica para o processo de prototipagem usando viscosímetro copo Ford adaptado á máquina universal de ensaios**. UTFPR. 2014.

MECALUX LOGISMARKET O DIRETÓRIO INDUSTRIAL. **Medição e controle**. Disponível em: <www.logismarket.ind.br/instron-emic/3978273513-4293293130-c.html> Acesso em 18 Nov. 2015

MORELLI, A.C., BALDO, J.B.. **Um novo defloculante para barbotinas do triaxial cerâmico**. Cerâmica Industrial, São Paulo, v. 9 , n.3, p. 30-34, Mai/Jun, 2004.

MORELLI, A.C., BALDO, J.B.. **Barbotinas cerâmicas contendo rejeito de vidro soda cal para maturação em baixa temperatura**. Cerâmica industrial, São Paulo, 2003.

MORITA, A. T.; TOMA, M. S.; DE PAOLI, M.-A.. Módulo de reometria capilar e Auto-Reforçamento de baixo custo. **Polímeros: ciência e tecnologia**, v. 15, n. 1, p. 68-72, 2005.

NASCIMENTO, C. R.. **Reologia e reometria aplicadas ao estudo de polpas minerais**. CETEM, 2008.

NASSETTI, G.; PALMONARI, C. Moagem fina à seco e granulação vs. Moagem à úmido e atomização na preparação de massas de base vermelha para monoqueima rápida de pisos vitrados. **Cerâmica Industrial**. set./dez, 1997.

OLIVEIRA, I. D.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C.. **Dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico**. São Paulo: Fazendo Arte, 2000.

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.

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.

PADILHA, A.F.. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997.

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.

SANTOS, Pérsio de Souza. **Ciência e tecnologia de argilas**. v.1, 2 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1989. 408 p.

SETZ, L. F. G.; KOSHIMIZU, L.; PARDO, A. R. F.; MORELLI, M. R.. Estudo da conformação de substratos cerâmicos por laminação a partir de suspensões concentradas de alumina (Rolling study of ceramic substrates from concentrate alumina suspensions). **Cerâmica**, v. 57, p. 409-415, 2011.

SMITH, W. F.. **Princípios de ciência e engenharia dos materiais**. 3. ed. Alfragide: McGRAW-HILL de Portugal, 1998. 892 p.

STEDMAN, S. J.; EVANS, J. R. G.; WOODTHORPE, J. Rheology of composite ceramic injection moulding suspensions. **Journal of materials science**, v. 25, n. 3, p. 1833-1841, 1990.

WENG, L. YIN. **Adição de amido em massa comercial para produção de louça de mesa por colagem sob pressão**. 2009. 121 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

ZANINELLI, G.; GENOVA, L. A.. **Comportamento reológico de suspensões cerâmicas contendo gelatina como gelificante para conformação por gel casting**. 2011. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

ZANOTTO, E.D.; MIGLIORE, A.R.. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução. **Cerâmica**, 1991.

ZHOU, X.; LI, Z.; FAN, M.; CHEN, H.. Rheology of semi-solid fresh cement pastes and mortars in orifice extrusion. **Cement and Concrete Composites**, v. 37, p. 304-311, 2013.

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 (Low-pressure injection molding of complex parts of advanced ceramic produced with fine powder). **Cerâmica**, v. 50, p. 202-208, 2004.