

INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS COMO: DISTRIBUIÇÃO E TAMANHO DE PARTÍCULAS E PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO NA POROSIDADE DE COMPACTOS A VERDE DE AÇO INOXIDÁVEL PARA FABRICAÇÃO DE FILTROS.

*Nelson Karsokas Filho**, *Silvio Luiz Miranda Brito***, *Kleber Lanigra Guimarães***, *Cleusa Maria Rosseto****

* Técnico no IPT, Mestrando pelo Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - (EPUSP)

** Mestre e Doutorando pelo Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - (EPUSP)

*** Mestre, Arquit.^a, Prof.^a Plena na FATEC-SP – Departamento de Edifícios

Resumo

Filtros metálicos porosos são unicamente obtidos por Metalurgia do Pó e são amplamente utilizados em diversos segmentos industriais. Tais filtros requerem um alto controle de permeabilidade, parâmetro que define sua aplicação. Dentre os tipos mais comuns de filtros, os filtros de aço inoxidável autêntico 316L merecem especial atenção, pois possuem propriedades únicas de resistência mecânica e à corrosão em meios agressivos, inclusive sob temperaturas de até 500°C. Visando a obtenção de filtros porosos de aço inoxidável 316L, foi feito um estudo de alguns parâmetros que têm influência direta na porosidade de compactos a verde, como por exemplo: a distribuição e tamanho de partículas, e a pressão de compactação, para tal foram utilizadas como técnicas de caracterização ensaios de distribuição granulométrica por laser e peneiramento (dos pós), e porosimetria de mercúrio (dos pós e dos compactos).

Introdução

Os aços inoxidáveis são conhecidos por combinarem excelente estética com resistência mecânica e à corrosão. Devido à sua crescente importância tem-se buscado melhorias em seu processo de obtenção, bem como em suas propriedades e novas aplicações.

Dentre os métodos de obtenção de aços inoxidáveis, destaca-se o processo de atomização, fundamentada na técnica de Metalurgia do Pó, onde seu produto se dá na forma de pó. Este processo é de suma importância no que se refere à produção de filtros metálicos porosos, sendo esse pó sua matéria prima.

As vantagens dos filtros metálicos porosos, quando da seleção adequada do material são: moderada resistência mecânica, ductilidade, durabilidade associada à estabilidade térmica (resistência ao calor), elevada resistência à corrosão e controle da porosidade residual.

O filtro metálico poroso é um produto comercial muito utilizado em indústrias química, petroquímica, siderurgia, hospitais, farmacêutica, alimentos, bebidas, entre outras, no processo de

separação de gases, de líquidos, filtragem, aeração, dispersão.

O processo de conformação de pós é importante porque define propriedades e características que terão intensos reflexos nos processos subsequentes e no produto final.

No caso dos filtros procura-se uma combinação adequada entre o volume total e a distribuição de tamanho de poros presentes. Tais características definem a permeabilidade e por consequência a utilização do produto. Para se conseguir tais combinações devem-se ter um bom conhecimento das propriedades do pó, dentre elas é possível citar: Pureza e composição química; Morfologia e distribuição de tamanho das partículas; Porosidade da partícula; Aditivos e lubrificantes; Densidade aparente e batida; Escoabilidade; Área superfície específica; Compressibilidade.

Conhecendo essas propriedades é possível estabelecer parâmetros de processo para obtenção dos filtros metálicos porosos com as características voltadas à aplicações específicas.

Este trabalho trata de compactação de pós de aço inoxidável austenítico comercial, tipo 316L, de grande interesse industrial por possuir moderada resistência mecânica e elevada resistência à corrosão, mesmo em meios agressivos a temperaturas de até 500°C. O objetivo deste é avaliar a influência de alguns parâmetros como: a morfologia, a distribuição e o tamanho de partículas e a pressão de compactação no processo de produção do compacto à verde.

Materiais e Métodos

No intuito de avaliar os efeitos físicos do pó nas propriedades das amostras, foram escolhidos pó de aço inoxidável comercial 316L, atomizado à água, fornecido pela Höganäs do Brasil Ltda., com diferentes especificações de faixas granulométricas indicadas pelo fabricante, sendo a Amostra 1 composta pela faixa 75 a 150 µm, Amostra 2 composta pela faixa 125 a 180 µm e Amostra 3 por 180 a 300 µm.

Na caracterização desses pós foram feitos ensaios de escoabilidade, densidade aparente, densidade batida, distribuição granulométrica (por peneiramento e espalhamento de laser^[1]), compressibilidade e ainda a correlação desses resultados com a forma da partícula.

A avaliação da eficiência de empacotamento dos compactos a verde foi feita utilizando-se um porosímetro de mercúrio modelo Autopore III 9420 (Micromeritics Instruments Corp., Norcross, U.S.A). O modelo proposto por Washburn^[2], considerando geometria de poro cilíndrica, foi utilizado para relacionar a pressão aplicada (P) com o diâmetro médio de poro (D) sendo preenchido. Para efeito de simplificação, somado à indisponibilidade de dados mais precisos, foram adotadas como sendo invariantes as seguintes grandezas: tensão superficial do Hg (γ) e ângulo de contato (θ) respectivamente iguais a 485 din/cm e 130°.

Complementando, a eficiência de empacotamento foi avaliada no momento da compactação, onde foram obtidas curvas de pressão aplicada em função de uma deformação sofrida.

Resultados e Discussões

Caracterização da Matéria-Prima

Avaliação da Morfologia

A avaliação da morfologia deu-se através de Lupa óptica, onde foi possível observar de maneira bem representativa a forma das partículas.

A Figura 1, ilustra as fotos tiradas das Amostras 1, 2 e 3 respectivamente, com um aumento de 80 vezes. A partir destas fotos fica evidenciado a diferença do tamanho das partículas e ainda, o aspecto irregular das mesmas, o que comprova que o método de obtenção desses pós foi por atomização à água.

Imagem da Amostra 1

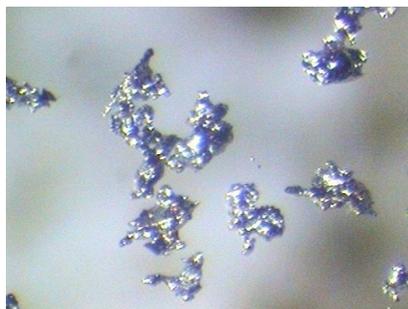


Imagem da Amostra 2

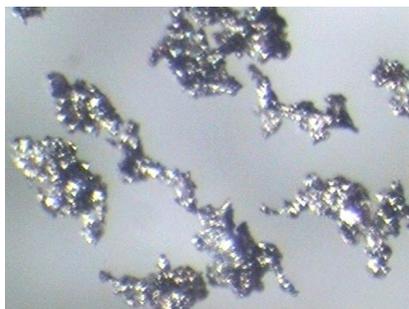


Imagem da Amostra 3

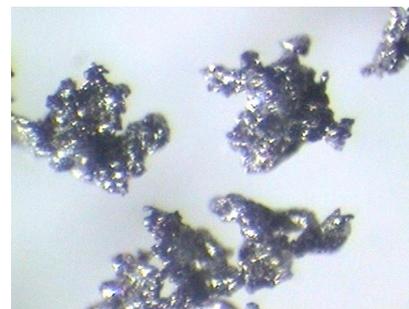


Figura 1- Imagens dos pós obtida com um aumento de 80 x.

Escoabilidade, Densidades Aparente e Batida

Segundo os procedimentos padrões de normas da ABNT, ASTM e ISO, foram obtidos os seguintes resultados de escoabilidade, densidade aparente e densidade batida mostrados na tabela abaixo.

Partindo-se do princípio de que os três pós possuem a mesma morfologia de partícula, os resultados acima indicam uma influência do tamanho da partícula nas características do pó, pois nota-se que quanto menor o tamanho de partícula, mais rápido há o escoamento, maior é a densidade aparente (explicado pela menor quantidade de vazios) e ainda maior a densidade batida devido ao melhor acomodamento entre elas.

| Amostra | Escoabilidade (s/50g) | Dens. Aparente (g/cm ³) Funil de Hall | Dens. Aparente (g/cm ³) Porosimetria de Hg | Dens. Batida (g/cm ³) |
|---------|-----------------------|---|--|-----------------------------------|
| 1 | 41,27 | 2,24 | 2,54 | 2,85 |
| 2 | 52,30 | 1,99 | 2,40 | 2,49 |
| 3 | Não esco | 1,99 | 2,19 | 2,46 |

A tendência de superestimava dos resultados obtidos através de porosimetria ao mercúrio, em comparação aos resultados obtidos com o Funil de Hall, provavelmente está

fundamentada em uma possível acomodação do conjunto de partículas em função da aplicação de pressão positiva (30 psi) para preenchimento do penetrômetro com o mercúrio.

Vale ressaltar que o simples fato da Amostra 3 não se apresentar auto-escoante não a descarta para aplicação prática de fabricação do produto desejado.

Distribuição de Tamanho de Partículas

Para caracterização da distribuição de tamanho das partículas, como mencionado anteriormente, optou-se pela utilização de duas técnicas distintas não complementares. A primeira, largamente usada em indústrias pela praticidade,

utilizando um conjunto de peneiras sob sistema Rotap. A Figura 2 ilustra a distribuição obtida pelo método de peneiramento e a Figura 3 mostra a distribuição obtida pela técnica de Difração de Laser.

Em uma primeira análise podemos notar uma diferença de tamanhos para as duas técnicas aplicadas, onde os valores para espalhamento laser ficaram acima dos obtidos por peneiramento, podendo este fato ser explicado pela forma irregular e alongada das partículas.

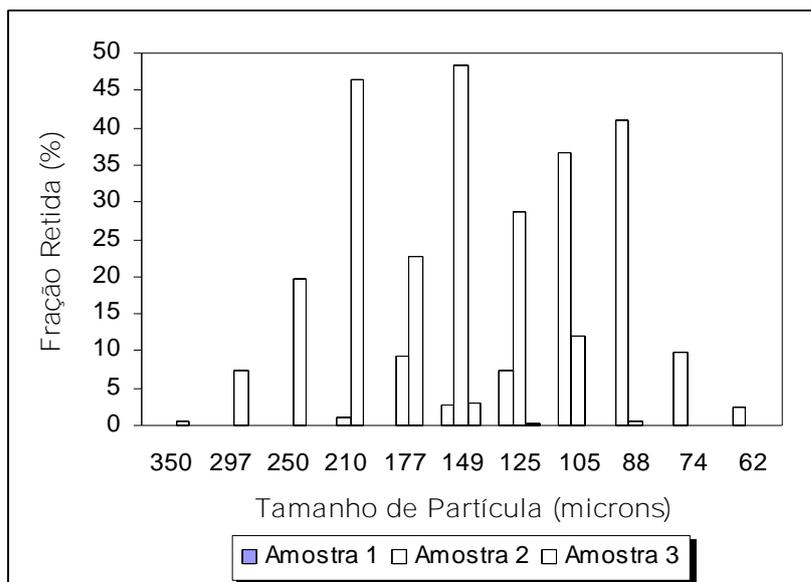


Figura 2: Distribuição de tamanho de partículas para os diferentes pós metálicos empregados [Amostras 1, 2 e 3] pela técnica de peneiramento.

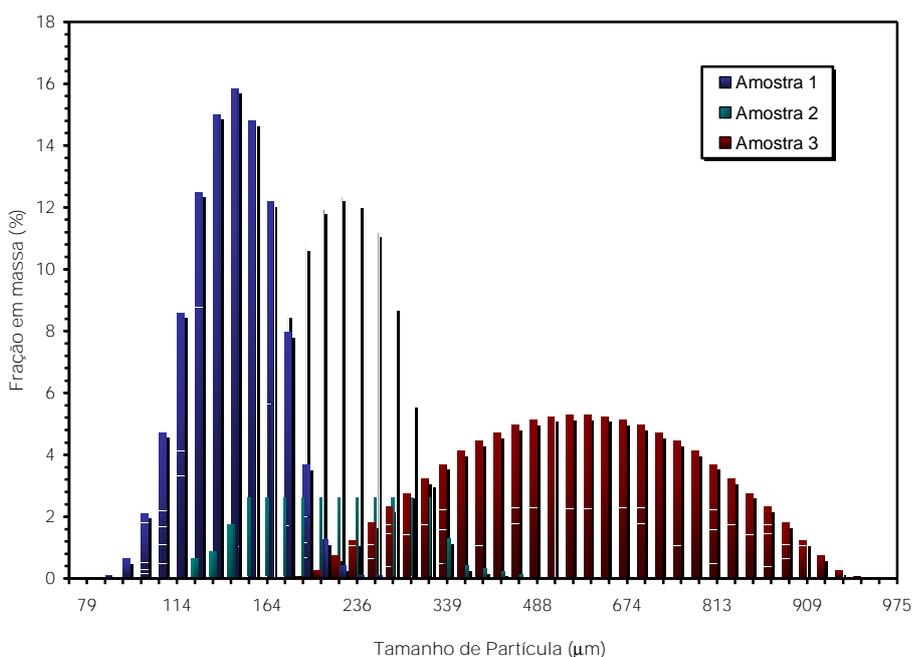


Figura 3 - Distribuição de tamanho de partículas para os diferentes pós metálicos empregados [Amostras 1, 2 e 3] pela técnica de difração de laser.

Através da Figura 2 e da Figura 3 podemos destacar a ocorrência de distribuições monomodais relativamente estreitas para as diferentes amostras [Amostras 1, 2 e 3] com diâmetros médios respectivamente iguais a 88, 149 e 210 μm para o método Rotap e, 142, 219 e 604 μm para o sistema de difração a laser. Cabe ressaltar, quando do interesse de estudo mais aprofundado e otimização do comportamento de empacotamento de materiais particulados, que o diâmetro médio de partícula é insuficiente para efeitos de projeto do sistema, devendo-se sempre considerar a distribuição de tamanhos como um todo (contínuo).

Estimativa da área superficial específica

A impossibilidade de aplicação da técnica de adsorção de gases (BET) para determinação com precisão de área superficial específica inferior a $1 \text{ m}^2/\text{g}$ motivou o emprego da porosimetria ao mercúrio como técnica experimental alternativa para realização das medições. O conjunto de dados

primários pressão (P) vs. volume (V) apresenta-se suficiente para a realização de tal estimativa assumindo-se válidas as seguintes hipóteses e considerando-se a relação:

$$P \cdot dV = \gamma \cdot dA \quad (1)$$

A relação acima apresentada exprime a dependência existente entre o trabalho exercido para [$P \cdot dV$] e o aumento de área sofrido pelo Hg decorrente da [$\gamma \cdot dA$] ocorrência de intrusão (aumento da molhabilidade da superfície sólida). A hipótese fundamental da proposta centra-se, quando considerado um volume suficiente de amostra, no fato da relação existente entre a área efetivamente ocupada pela superfície ("envelope") e a área total de poros (vazios) presentes apresentar valor insignificante. A reduzida área total de contato entre as partículas em comparação à área superficial específica do sistema também deve ser considerada como hipótese validadora da proposta apresentada.

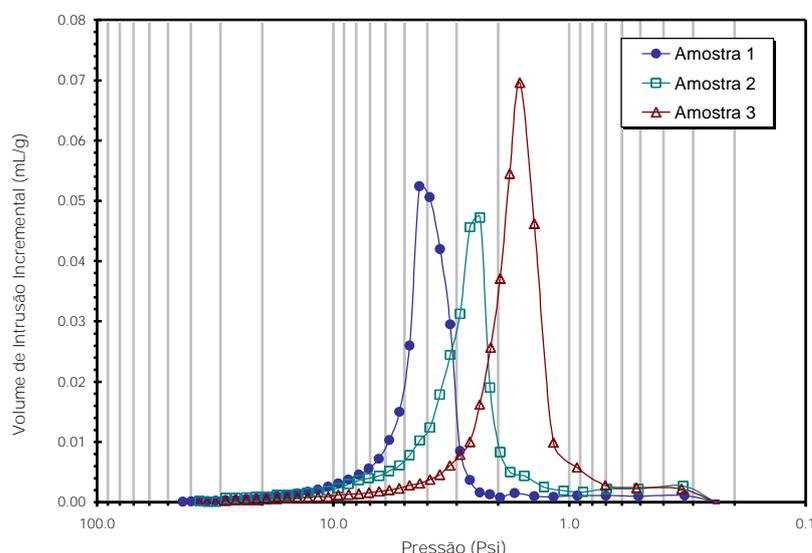


Figura 4: Base de cálculo para avaliação (estimativa) da área superficial específica dos diferentes pós metálicos empregados [Amostras 1, 2 e 3].

A Figura 4 apresenta os resultados obtidos experimentalmente utilizados como base de cálculo para estimativa da área superficial específica dos diferentes pós empregados. Os valores encontrados para as diferentes amostras [Amostras 1, 2 e 3] foram respectivamente iguais a 320, 248 e 175 cm^2/g .

Caracterização dos Compactos a Verde

Curvas de Compressibilidade

As curvas de compressibilidade são fundamentais no estudo de pós, pois nesse ensaio é definida a capacidade de deformação que cada pó possui, característica essa que depende fundamentalmente do processo de obtenção do pó, da forma e da distribuição de tamanho de partículas. Na Figura 5 é mostrada, as curvas de compressibilidade para as Amostras 1, 2 e 3. Pode-se notar que elas possuem a mesma tendência (comportamento) de compressão, comprovada pela pequena diferença entre os valores obtidos.

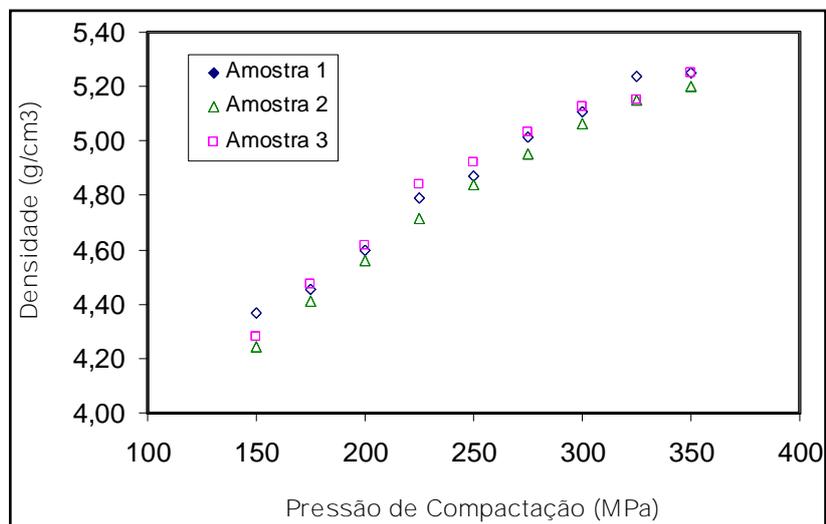


Figura 5 – Curvas de Compressibilidade para as amostras 1, 2 e 3.

Efeito da Pressão de Compactação

A Figura 6 mostra um fator de grande relevância no estudo do efeito da pressão de compactação, que é a curva de deformação dos pós em função da força aplicada. A partir destas, podemos notar que os comportamentos são bem

semelhantes, porém a deformação do pó mais fino é menor que a deformação do pó mais grosso.

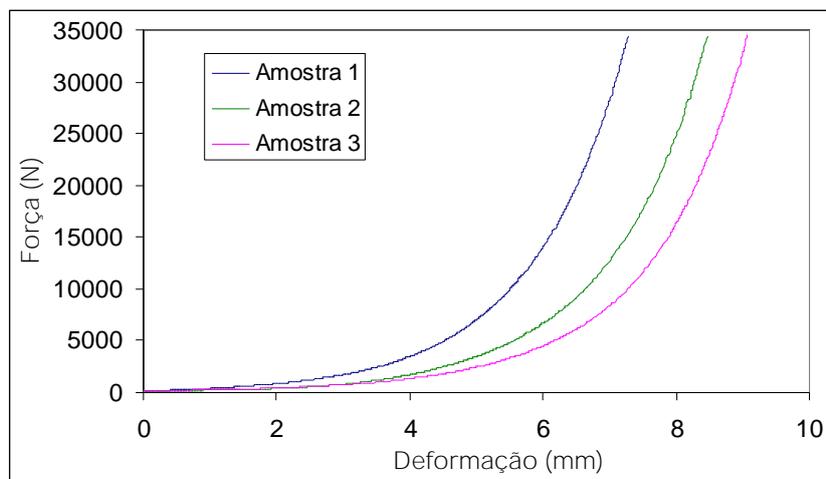


Figura 6 – Deformação das amostras em função da Força aplicada

A possibilidade de rearranjo das partículas e acúmulo de deformação plástica em função do aumento da pressão de compactação favorece a redução da porcentagem de porosidade presente e como consequência implica em elevação da densidade aparente do compacto a verde. A elevação da pressão de compactação de 150 para 350 MPa, quando considerada a Amostra 2, permite uma redução da fração volumétrica de poros presentes de, respectivamente, 47% ($4,08 \text{ g/cm}^3$) para 36% ($4,95$

g/cm^3). Nota-se também, de acordo com a Figura 7, uma tendência de redução do diâmetro médio do poros em função do aumento da pressão de compactação. Considerando-se valores crescentes de 150, 250 e 350 MPa, verifica-se uma redução do diâmetro médio de poro, quantificado na faixa de 26,8, 16,7 e 13,1 μm .

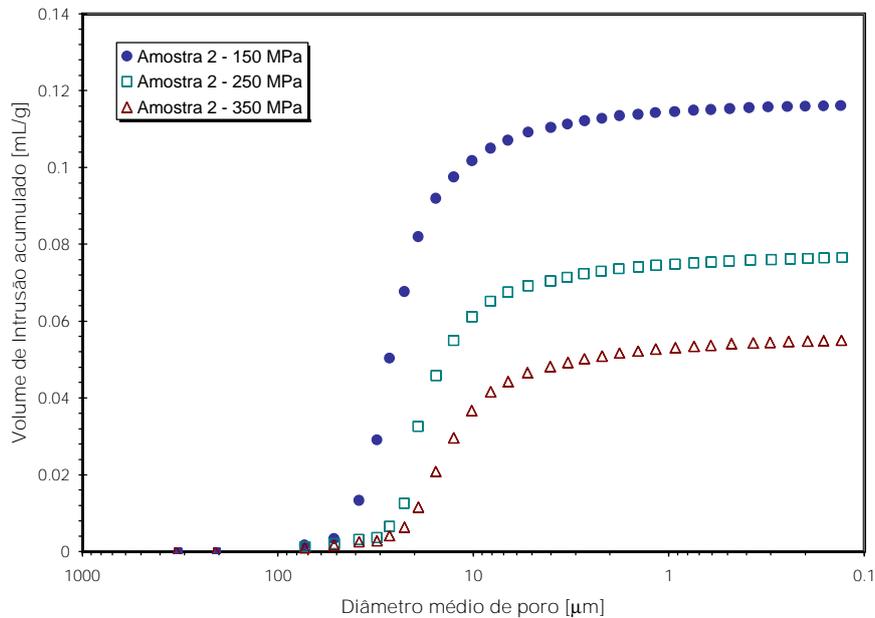


Figura 7: Efeito da pressão de compactação [150, 250 e 350 MPa] sobre o empacotamento (Volume de Intrusão Acumulado vs. Diâmetro Médio de Poro) de compactos a verde – Amostra 2.

A funcionalidade do produto, representada em termos de permeabilidade e resistência mecânica, compatíveis com a aplicação desejada, é dependente da microestrutura do compacto a verde. As condições de processamento, tais como técnica de conformação empregada, controle de atmosfera e ciclo térmico empregado na etapa de sinterização, entre outras, também desempenham papel fundamental no controle da microestrutura final.

De acordo com o tipo de aplicação desejada para o produto (filtro) destaca-se a presença de porosidade fechada, isolada em relação ao meio externo, como indesejável. A possibilidade de ocorrência de deformação plástica associada à aplicação de pressões de compactação excessivas favorece a ocorrência de fechamento dos poros ainda no compacto a verde e, portanto, deve ser considerada de forma criteriosa. Uma vez destacada a tendência, resta quantificar o efeito da pressão de compactação sobre o volume total de poros fechados.

Tal estimativa pode ser feita levando-se em consideração o máximo volume de intrusão experimental ($V_{int}^{max,exp}$), equivalente aos valores dos patamares encontrados na Figura 7, e o máximo volume de intrusão esperado ($V_{int}^{max,teo}$), extrapolado para que a densidade teórica coincida com o valor de $7,8 \text{ g/cm}^3$. O valor adotado como referência foi determinado experimentalmente para a amostra

compactada com uma pressão de 150 MPa assumindo-se a inexistência de porosidade fechada (valor de densidade em concordância com as especificações listadas pelo fabricante).

$$V_{pen,cal}^{teórica} = \frac{m_{amostra}}{V_{pen,cal} - \left(\frac{m_{conjunto} - m_{pen} - m_{amostra}}{Hg} \right) - V_{int}^{max}} \quad (2)$$

$$\% \text{ poros- fechados} = 1 - \frac{V_{int}^{max,exp}}{V_{int}^{max,teo}} \quad (3)$$

Os resultados encontrados indicam que para pressões de compactação iguais a 250 e 350 MPa ocorre o fechamento de aproximadamente 13 e 24% do volume total de poros presentes. Vale ressaltar o compromisso existente entre a pressão de compactação selecionada, o comportamento mecânico do compacto a verde (vinculado à necessidade de manuseio durante as diversas etapas do processo produtivo) e a ocorrência de fechamento dos poros presentes (vinculado à funcionalidade do produto sendo produzido).

A Figura 8 apresenta de forma resumida os principais resultados obtidos, indicando as principais tendências decorrentes do aumento da pressão de compactação.

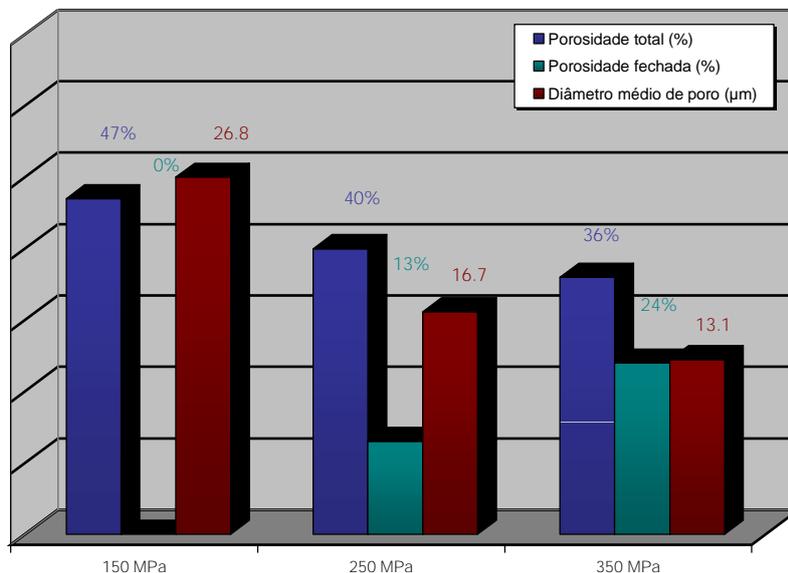


Figura 8: Efeito da pressão de compactação [150, 250 e 350 MPa] sobre as propriedades físicas de compactos a verde – Amostra 2.

Efeito da Distribuição de Tamanho de Partículas

A maneira como as partículas se distribuem para ocupar um dado volume restrito do espaço depende, além da metodologia de compactação adotada, também da distribuição de tamanho das mesmas. Uma tendência generalizada indica um aumento do atrito interno do sistema, decorrente do aumento do número total de contatos, em função da redução do tamanho médio de partícula e, portanto, sugere o desfavorecimento do arranjo espacial para ocupação do menor volume aparente possível. A otimização das frações em número das diversas classes de tamanho presentes, baseada em modelos empíricos, possivelmente alcançada por meio de

“blending” atua de forma contrária favorecendo o aumento do fator de empacotamento do sistema.

A redução do tamanho médio de partícula, expresso de forma alternativa por meio da área superficial específica do sistema (considerando-se que o coeficiente de forma -razão de aspecto- das partículas seja equivalente para as três amostras), de $175 \text{ cm}^2/\text{g}$ ($604 \text{ }\mu\text{m}$) para $320 \text{ cm}^2/\text{g}$ ($142 \text{ }\mu\text{m}$) mantém praticamente inalterada a fração total de poros presentes em torno de 39%. A Figura 9 indica uma redução do diâmetro médio de poro em função da redução do tamanho médio de partícula presente, quantificados na faixa de 14,5, 16,7 e 26,8 μm respectivamente para as Amostras 1, 2 e 3.

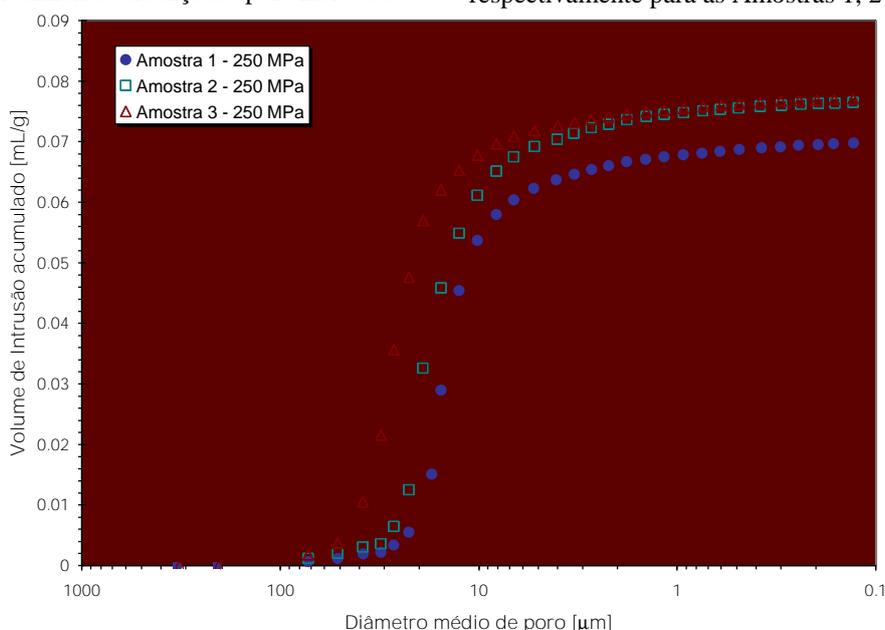


Figura 9: Efeito da distribuição de tamanho de partículas [Amostras 1, 2 e 3] sobre o empacotamento (Volume de Intrusão Acumulado vs. Diâmetro Médio de Poro) de compactos a verde – P=250 MPa.

Da mesma forma, conforme discutido anteriormente, a presença de poros fechados já no compacto a verde é indesejável visto que a fração representada pelos referentes tende a se intensificar após a etapa de tratamento térmico (sinterização). Sendo assim, a determinação exclusiva da fração volumétrica de poros presentes é insuficiente para caracterizar o compacto a verde e justifica o cálculo de uma estimativa da fração volumétrica de poros fechados.

Utilizando o mesmo procedimento para o cálculo da porosidade fechada, verifica-se uma redução da fração volumétrica de poros fechados,

quantificada na faixa de 16, 13 e 4%, respectivamente para as Amostras 1, 2 e 3. Destaca-se, portanto, uma tendência acentuada de fechamento dos poros, fixada uma determinada pressão de compactação, em função do aumento do número total de contatos em decorrência da redução do tamanho médio de partícula.

A Figura 10 apresenta de forma resumida os principais resultados obtidos, indicando as principais tendências decorrentes da alteração da distribuição de tamanho de partículas.

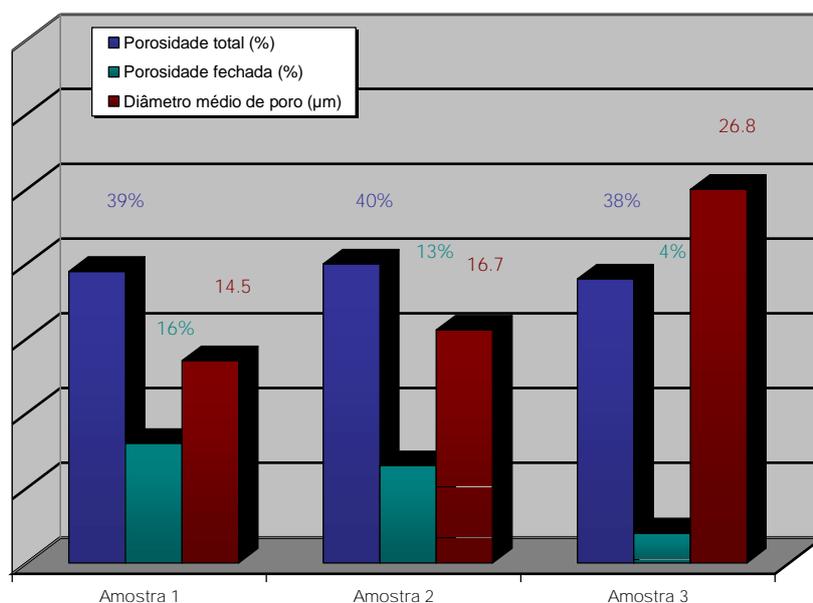


Figura 10: Efeito da distribuição de tamanho de partículas [Amostras 1, 2 e 3] sobre as propriedades físicas de compactos a verde (P=250 MPa).

Conclusões

Com base nos resultados acumulados ao longo do presente trabalho, verifica-se uma tendência acentuada de ocorrência de fechamento dos poros já no compacto a verde quando da aplicação de pressões de compactação excessivas (fixada uma dada distribuição de tamanho de partículas) ou ainda quando da seleção de uma distribuição de tamanho de partículas inadequada (fixada uma dada pressão de compactação).

A utilização de pós mais finos (valores de grandeza referentes às diferentes amostras empregadas para realização do presente trabalho), apesar de aparentemente mais indicada em função da melhor escoabilidade e facilidade de preenchimento do molde na etapa de pré-conformação, exige uma seleção criteriosa da pressão de compactação a ser aplicada em virtude da possibilidade de existência de poros fechados já no compacto a verde. O compromisso com a resistência mecânica do compacto a verde também deve ser levado em consideração durante o dimensionamento do

processo. O maior número de contatos entre as partículas e o reduzido diâmetro médio do poro aparentam favorecer o fechamento dos mesmos.

A utilização de pós mais grosseiros desfavorece a ocorrência de poros fechados já no compacto a verde, porém introduz dificuldades adicionais no que se refere ao preenchimento adequado do molde. A morfologia irregular dos pós, característica do processo de fabricação, associada à distribuição de tamanho de partículas aparenta controlar o comportamento referente a escoabilidade dos mesmos. A mesma tendência apresentada é verificada quando considerado o arranjo espacial das partículas para ocupação de um dado volume do espaço, indicando o alcance de fatores de empacotamento reduzidos quando da elevação do diâmetro médio de partícula.

Tratando-se da questão referente à determinação da distribuição de tamanho de partículas destaca-se a não coincidência dos resultados obtidos com as diferentes técnicas experimentais adotadas e a necessidade de atenção redobrada do usuário para seleção do método mais

adequado (representativo) às suas necessidades e também para a realização de ensaios complementares para certificação dos resultados. A razão de aspecto acentuada das partículas tende a mascarar ambos os resultados evidenciando as limitações envolvidas.

Bibliografia Consultada

[1] A. Rawle; The Basic Principles of Particle Size Analysis; Malvern Instruments Ltd.; UK; p. 1-8; 1995.

[2] E. W. Washburn; Comments about a method for the determination of the pore size distribution in a porous material; Proc. Nat. Acad. Sci., 7; p. 115-121; 1921.