

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CURSO DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

EFEITO DE PARÂMETROS DE PROCESSO NA COMPACTAÇÃO  
DE PÓS CERÂMICOS

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTACATARINA  
PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

CLAUDIO COELHO

FLORIANÓPOLIS, AGOSTO DE 1991

EFEITO DE PARÂMETROS DE PROCESSO NA COMPACTAÇÃO  
DE PÓS CERÂMICOS

CLAUDIO COELHO

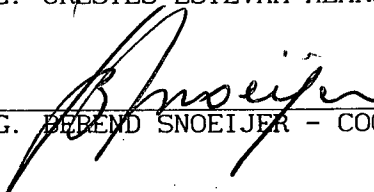
ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE

MESTRE EM ENGENHARIA

ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO FABRICAÇÃO  
MECÂNICA, APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO CURSO DE PÓS GRADUAÇÃO  
EM ENGENHARIA MECÂNICA



PROF. DR. ENG. ORESTES ESTEVAM ALARCON - ORIENTADOR



PROF. DR. ING. BERND SNOEIJER - COORDENADOR DO CURSO

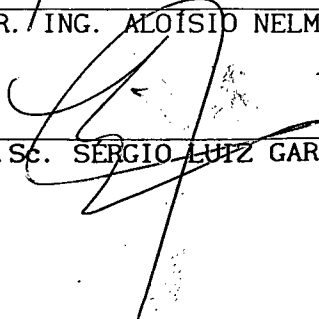
BANCA EXAMINADORA



PROF. DR. ENG. ORESTES ESTEVAM ALARCON



PROF. DR. ING. ALOÍSIO NELMO KLEIN



PROF. M.Sc. SERGIO LUTZ GARGIONI

1 - Introdução .....	01
2 - Revisão bibliográfica .....	03
2.1 - Introdução .....	03
2.2 - Processo de fabricação .....	03
2.2.1 - Produto final .....	03
2.2.2 - Sinterização ou queima .....	05
2.2.3 - Esmaltação .....	08
2.2.4 - Secagem .....	08
2.2.5 - Prensagem ou compactação .....	09
2.2.6 - Moagem e atomização .....	10
2.3 - Operação de compactação .....	12
2.3.1 - Variáveis de operação .....	12
2.3.2 - Propriedades e características da peça compactada. .	15
2.3.2.1 - Densidade .....	16
2.3.2.2 - Resistência mecânica .....	22
3 - Procedimento experimental .....	24
3.1 - Caracterização física dos grânulos .....	24
3.1.1 - Distribuição granulométrica .....	24
3.1.2 - Escoabilidade ( velocidade de fluxo ) .....	24
3.1.3 - Índice de Hausner .....	24
3.2 - Preparação dos pós .....	26
3.3 - Compactação .....	26
3.4 - Curva de compactação .....	26
3.5 - Secagem .....	28
3.6 - Microestrutura .....	29
3.7 - Medida das propriedades, a cru, da peça .....	29
3.7.1 - Densidade a seco .....	29
3.7.2 - Resistência mecânica a cru .....	31
4 - Resultados e discussões .....	33
4.1 - Caracterização do pó atomizado .....	33

4.1.1 - Análise química e distribuição granulométrica .....	33
4.1.2 - Velocidade de fluxo e índice de Hausner .....	35
4.1.3 - Curva de compactação .....	39
4.1.3.1 - Comprovação do modelo proposto por Reed.....	39
4.1.3.2 - Influência da umidade no diagrama de compactação .....	40
4.1.3.3 - Equações de compactação .....	45
4.2 - Densidade a seco .....	47
4.2.1 - Influência da pressão e umidade .....	47
4.2.2 - Influência da granulometria .....	49
4.3 - Resistência mecânica a seco .....	55
4.3.1 - Influência da pressão e umidade .....	55
4.3.2 - Influência da granulometria .....	58
5 - Conclusões .....	62
Anexos .....	64
Bibliografia .....	68

## RESUMO

A otimização da densidade e resistência a seco, do compactado cerâmico, é fundamental para a garantia de boas propriedades mecânicas finais, no produto sinterizado. Foram estudadas as influências da pressão de compactação, teor de umidade e distribuição granulométrica na densidade e resistência mecânica a seco. Esta última propriedade foi determinada pelo método de compressão diametral. Determinou-se, também, a curva de compactação para diferentes umidades. Com o aumento da pressão de compactação e umidade obteve-se um aumento nos valores da densidade e resistência a seco, até certos limites. A distribuição granulométrica também mostrou sensível influência nas propriedades. Finalmente propõe-se um modelo matemático que equacione os parâmetros de compactação e propriedades.

## ABSTRACTS

Optimizing ceramic compact density and dry strength is fundamental for warranting good mechanical properties in the sinterized product. Compactation pressure, humidity content and particle size influence density and mechanical dry strength were studied. The latest property was determined by the diametral compression method. Compactation curve for humidity contents were also determined. With raising compactation pressure and humidity an increase in density and dry strength was obtained certain limits. The particle size distribution also showed marked influence in the properties. Finally a mathematical model relating compaction parameters and properties is proposed.

## INTRODUÇÃO

Na indústria cerâmica de pavimentos e revestimentos a etapa de compactação ou prensagem dos pós é fundamental na qualidade final do produto sinterizado, com relação à suas propriedades físicas e mecânicas. A microestrutura à verde do compactado deve ter uma resistência mecânica adequada, para que o material não frature, durante as etapas que precedem a sinterização, e densidade maximizada para minimizar a porosidade do produto, após a queima. O fator limitante do processo de compactação fica, então, dependente de fatores operacionais, tais como capacidade da prensa ( carga máxima ) e produtividade ( número e dimensões dos corpos ).

Os mecanismos de compactação de pós cerâmicos têm sido investigados por diversos autores [4,9,10,16], sendo, geralmente, aceito que estes mecanismos podem ser divididos, sequencialmente, em tres etapas:

- 1<sup>a</sup> - rearranjo dos grânulos;
- 2<sup>a</sup> - diminuição da porosidade intergranular por deformação e fratura dos grânulos;
- 3<sup>a</sup> - diminuição da porosidade intragranular por deslizamento de partículas no interior do grânulo.

A última etapa é a mais controvertida, visto que ela só é observada em determinadas condições de pressão e umidade de compactação. A água ( umidade ) na cerâmica tem a função de servir como lubrificante. Assim sendo, à medida que se aumenta a umidade de compactação, os grânulos tenderiam à ter um menor coeficiente de atrito. Resultaria, assim, num melhor empacotamento. Isso deve acontecer até o momento em que essa mesma umidade ocupe os lugares vazios entre os grânulos, não permitindo mais a movimentação dos mesmos. Um melhor empacotamento significa menor número de poros, maior densidade e menor resistência mecânica ( a umidade impede uma maior adesão entre os grânulos ). No momento em que o corpo compactado é seco a densidade sofre uma pequena variação ( saída da água ) e um aumento

considerável da resistência mecânica ( a película de água que recobria os grânulos é destruída, surgindo um grande número de contatos entre os grânulos ).

A variação da pressão de compactação causa um efeito semelhante. Ao aumentarmos a pressão força-se o rearranjo dos grânulos, prosseguindo-se até a fratura dos mesmos. Alcança-se, então, um maior empacotamento e, conseqüentemente, menor número de poros, aumentando a densidade e resistência mecânica a seco.

A combinação de pressão e umidade deve induzir a condições melhores de densidade e resistência mecânica a seco, até o limite ( altas pressões e umidades ) de não se ter o que rearranjar ou fraturar, e/ou a água ocupar os poros tornando-os incompressíveis.

O tamanho do grânulo exerce papel importante para um melhor empacotamento. Grânulos muito finos apresentam problemas de escoamento, devido sua grande superfície livre. Já os muito grandes apresentam uma superfície muito rugosa, tendo as mesmas conseqüências. As granulometrias médias deveriam levar à condições intermediárias, e portanto melhores. Uma mistura de várias granulometrias deveria levar, também, à condições melhores, já que grânulos menores ocupariam os espaços entre os maiores, levando em conta o estado das superfícies e a quantidade delas. Fica claro que aqui encontramos situações mais e menos favoráveis de mistura, visto que algumas granulometrias podem levar à um aumento do coeficiente de atrito, dificultando a mobilidade dos grânulos.

Assim sendo, o objetivo deste trabalho, é estudar o comportamento de pós atomizados, durante o desenvolvimento da etapa de compactação, visando explicar os mecanismos que regem a compactação. Em complementação, pretende-se determinar, também, a influência das variáveis de processo ( umidade, pressão e granulometria ) nas propriedades ( resistência mecânica e densidade ) a seco da peça, visando a otimização das condições de operação industriais.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo será abordado, inicialmente, o processo de fabricação de massas cerâmicas para revestimentos, como um todo, relacionando cada uma das suas etapas com a de compactação ( que é o enfoque central desta dissertação). A operação de compactação será revista posteriormente em detalhes, destacando-se os aspectos relativos a fabricação do compactado e suas propriedades físicas e mecânicas

### 2.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO

As etapas do processo de fabricação de pavimentos e revestimentos cerâmicos obedecem o fluxograma da figura 1.

Para um melhor entendimento do processo a abordagem será feita a partir do produto final ( corpo cerâmico ), regredindo-se até a etapa de moagem.

#### 2.2.1 PRODUTO FINAL

O produto final deve apresentar qualidades mecânicas e estéticas. As qualidades estéticas devem ser fornecidas pelos "designers", e pelo bom acabamento superficial. Este último está diretamente ligado ao recobrimento vidrado ( esmalte ) da peça cerâmica.

Do lado mecânico ( de onde parte nosso enfoque ) deseja-se boa uniformidade de tamanho, baixa absorção d'água e retração, elevada resistência mecânica e densidade, planaridade e não torto, devido às normas e as exigências do mercado.

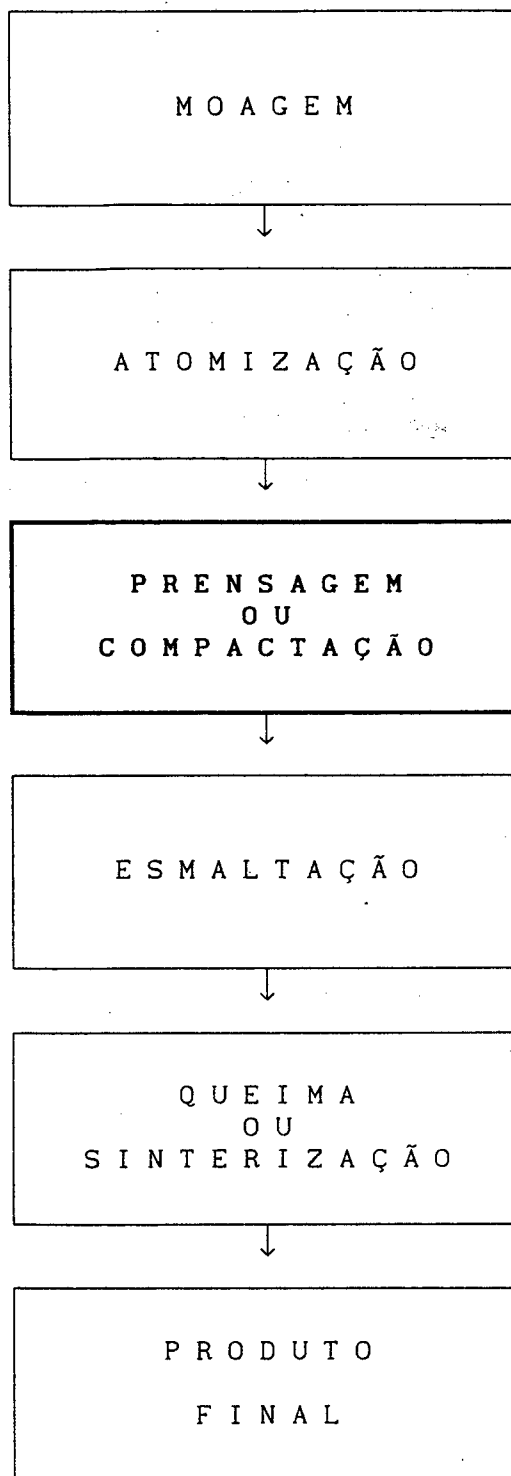


Figura 1 - Etapas do processo de fabricação de revestimentos cerâmicos

Os possíveis defeitos, que afetam as propriedades mecânicas, são dependentes da fase de compactação e da composição da massa cerâmica, embora na maior parte das vezes só se definem durante a sinterização ou queima.

## 2.2.2 SINTERIZAÇÃO OU QUEIMA

A sinterização é a etapa final do processo de fabricação, sendo que, nela, se refletem todos os acertos e/ou desacertos das etapas anteriores.

Existem basicamente dois processos de queima: monoqueima e biqueima. Na biqueima há primeiro a queima do corpo cerâmico e posteriormente a queima do esmalte. Já na monoqueima o corpo e o esmalte são queimados numa única operação. Desta forma, entre outras vantagens da monoqueima, cabe ressaltar o menor ciclo de queima e, conseqüentemente, menor consumo energético e maior produtividade. As reações físico-químicas se sobrepõem e se acumulam com diferentes intensidades e a diferentes temperaturas, provocando tensões, às quais o produto cerâmico deve opor uma resistência termo-mecânica suficiente para impedir a deformação e a formação de defeitos.

Um bom controle nesta fase é feito construindo-se o diagrama de greificação. Este consiste na representação gráfica da variação de algumas propriedades físicas do produto acabado em função da temperatura máxima do ciclo de queima. Para obter-se este diagrama submetem-se várias amostras de uma mesma massa de idênticos tratamentos, a ciclos de queima análogos, que se diferenciam unicamente na temperatura máxima que se alcança em cada um deles ( figura 2 ).

As propriedades físicas mais facilmente mensuráveis no produto acabado e que melhor o caracterizam, são a absorção d'água ( diretamente relacionada com a porosidade aberta ) e a contração linear. Por isto, as

massas cerâmicas são normalmente selecionadas para a construção dos citados diagramas, que são de grande utilidade para definir o intervalo ótimo de queima de uma massa de gres [3].

Com a ajuda do diagrama de greificação de uma massa pode-se determinar, facilmente, o intervalo ótimo de temperaturas de queima. Nestas circunstâncias se obterá uma melhor resistência mecânica da peça queimada, dado o grau de vitrificação alcançado pela mesma. Pode-se, também, obter informações a respeito de possíveis deformações que podem ocorrer, em decorrência dos possíveis gradientes de temperatura no interior do forno.

Com relação as variáveis de processo que influenciam as curvas de greificação pode-se comentar o seguinte:

- À medida que o tempo de moagem aumenta ( o que supõe a obtenção de um diâmetro médio de partícula menor ), se incrementa a contração linear assim como a variação desta com a temperatura ( velocidade de contração ) [2]. Por outro lado, a diminuição do tamanho médio de partícula traz consigo uma redução da temperatura de greificação. Com efeito, o máximo das curvas de contração linear e o mínimo das de absorção se deslocam em direção a zona de temperaturas mais baixas. Assim mesmo, parece que se reduz o intervalo ótimo de greificação.

- À medida que aumenta a densidade aparente a crú ( pressão de compactação maior ) diminui a temperatura de contração máxima, e se reduz sensivelmente o intervalo ótimo de temperaturas de queima. Se observa uma diminuição da velocidade de contração linear e da capacidade de absorção d'água, a medida que aumenta a pressão de compactação, na zona de greificação. Este efeito é muito importante, pois significa que, à medida que a compactação da massa é maior, se reduz consideravelmente a variação de tamanho que experimenta a peça cerâmica na greificação, obtendo-se maior uniformidade de tamanho do produto acabado.

- Pelo exposto, é facilmente compreensível que pequenas variações de

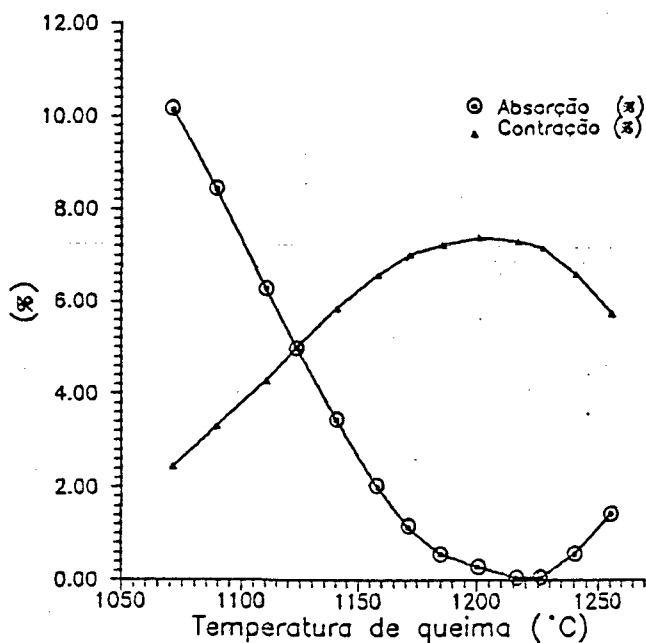


Figura 2 - Diagrama de greificação

densidade aparente ( diretamente relacionada com a porosidade a crú ) em distintas zonas de uma mesma peça de tamanho industrial, a crú, motivadas por uma distribuição de carga não uniforme durante a compactação e enchimento desuniforme, possam conduzir a contrações, durante a fase de queima, que originam deformações na peça. Além disto, utilizando-se uma prensa que não mantenha pressão de compactação constante, pode-se também produzir irregularidades na peça.

- O aumento da velocidade de aquecimento ou a diminuição do tempo de permanência da massa à temperatura máxima de queima, afetam analogamente as duas curvas: a de absorção d'água e de retração linear frente à temperatura de queima, de modo que ambas se deslocam em direção à zona de temperaturas mais elevadas, sem alterar-se a amplitude do intervalo ótimo de queima.

- A combustão da possível presença de matéria orgânica na massa é um

fator importante, quando se trata de reduzir a duração do ciclo de queima, às custas de aumentar a velocidade de aquecimento. Se a quantidade de matéria orgânica é considerável, para velocidades de aquecimento excessivamente altas, podem apresentar-se efeitos não desejáveis, tais como inchamento da peça e coração preto.

### 2.2.3 ESMALTAÇÃO

Na esmaltação o primeiro fator a considerar é que a peça crua, para suportar uma aplicação água-esmalte, deve estar quente, a uma temperatura entre 60-80°C.

Para evitar defeitos macroscópicos de cobertura ou de retratação o esmalte deve ser aditivado com um colante, em quantidade de 0,6-1,0%, de modo a permitir-lhe uma maior adesão à base. A aplicação do esmalte é extremamente importante sobre o resultado final, já que na queima ele dificilmente terá o tempo para maturar e cobrir eventuais defeitos gerados no momento da aplicação. É importante, então, um maior controle dos parâmetros do processo e intensificar a inspeção da superfície das peças na entrada do forno.

### 2.2.4 SECAGEM

A secagem é a fase do processo que consiste na redução d'água contida nas peças prensadas, de valores máximos de 8-10% a valores mínimos 0,5-1%. Esta fase é de extrema importância na monoqueima, pois deve conferir ao material seco a resistência mecânica necessária para suportar os movimentos sobre a linha de esmaltação, e os eventuais esforços mecânicos derivados das eventuais serigrafias. Valores aceitáveis de resistência mecânica a seco são compreendidos entre 1,5 e 2,5 MPa.

## 2.2.5 PRENSAGEM OU COMPACTAÇÃO

A prensagem ou compactação dos pós é a etapa do processo que atua através de tres operações fundamentais:

- a) formação da peça - consiste em dar uma forma estável ao pó;
- b) consolidação da massa - operação que atua no sentido de dar consistência à matéria-prima, conferindo ao manufaturado ( corpo cerâmico ) uma correta resistência em crú e em queimado ( diminuição da distância entre grânulos );
- c) densificação - é a operação que diminui os vazios existentes entre as partículas, aumentando, assim, a densidade aparente do manufaturado ( diminuição da distância entre partículas ).

Um aumento da pressão de compactação tem como consequência sobre o corpo cerâmico queimado uma tendência geral ao melhoramento de suas características ( como o aumento da resistência a flexão, e diminuição da retração linear e absorção d'água ).

Uma compactação inadequada ou um carregamento incorreto dos estampos gera uma série de defeitos [27] sobre materiais greificados, tais como: material fora de bitola, material empenado ou com falta de planaridade, fora de esquadro, "luneta ou bombatura", mancha escura ou coração preto, inquinamento devido aos materiais ferrosos ou presença de fragmentos reprensados.

Os defeitos geométricos ou dimensionais podem ser resolvidos com a compactação ou carregamento corretos dos pós. Diferente é o caso do coração preto presente na bi e monoqueima, que tem como causa as substâncias orgânicas. A incompleta oxidação de tais substâncias carbônicas provoca a presença de uma mancha central, que muitas vezes danifica a coloração final do produto.

A permeabilidade da peça, que depende da granulometria do pó, tem muita influência sobre este fenômeno. Uma pressão de compactação,

associada a umidade dos pós bastante alta, intensifica o problema do coração preto e da mancha.

Cosiderando o produto prensado, este deverá ter uma resistência mecânica específica compreendida entre 0,6 e 1,0 MPa, valor suficiente para resistir as solicitações mecânicas que sofre o material no percurso prensa-secador [4].

## 2.2.6 MOAGEM E ATOMIZAÇÃO

### a) Moagem

A fase de moagem das matérias-primas componentes da massa cerâmica tem uma notável importância sobre a qualidade do produto final. Existe uma relação direta entre a granulometria da massa moída e a qualidade dos produtos queimados. A fase de moagem é, todavia, caracterizada por duas tecnologias bem distintas: moagem a seco e a úmido.

A moagem a seco é muito antiga, sendo que, quando não havia necessidade de pós extremamente finos, a tecnologia imposta era a fragmentação por impacto de martelo e sucessiva granulação e umidificação.

A introdução do processo de monoqueima proporcionou aos fabricantes de equipamentos a demanda de moinhos destinados a moagens finas; moinhos de pêndulos ou de cubículos, isto para evitar a presença de defeitos sobre produtos acabados, gerados pelas impurezas ( matéria orgânica ) presentes na massa.

Uma moagem fina (abaixo de  $125 \mu\text{m}$  ), quando a seco, apresenta problemas de carregamento nas prensas e defeitos de compactação, devido a baixa escoabilidade do pó. Para melhorar esta característica torna-se necessário granular o pó.

A moagem a umido, apesar de ser altamente dispendiosa, pelas potências instaladas e pelo alto consumo de combustível, é o sistema mais usado para a preparação das massas para monoqueima. Algumas inovações



importantes neste âmbito giram em torno da utilização de revestimentos em borracha dos moinhos, em substituição aos de sílica e alumina, com vantagens no consumo energético. O grau de moagem assume maior relevância na monoqueima enquanto age sobre a superfície específica das partículas. Isto resulta diretamente na reatividade dos pós na queima, ativando o processo.

A moagem a seco pode levar todas as partículas abaixo de uma granulometria dada, mas a parte argilosa ficará sempre sob a forma de agregados parcelados, com superfície específica inferior referente àquela diluída em água. Já a moagem a úmido dá logo uma suspensão homogênea e a fração argilosa alcança a máxima superfície específica, enquanto as partículas tem as dimensões próprias do estado coloidal, e apresentam, então, a máxima reatividade.

#### **b) Atomização**

O processo de atomização reúne dois objetivos: secagem da massa cerâmica até uma umidade desejada e granulação da massa, proporcionando escoabilidade adequada para o processo de compactação.

A distribuição granulométrica do pó atomizado não depende da composição da massa, mas das características reológicas da barbotina e dos vários parâmetros de atomização.

O pó atomizado se apresenta, ao microscópio, com a forma esférica cava, que é particularmente fluida e garante um carregamento uniforme da cavidade dos estampos ( matrizes de compactação ). A sua baixa densidade aparente é garantia de boa oxidação na fase de pré-aquecimento do ciclo de queima e da facilidade na secagem. A umidade influi sobre a retração linear, a qual apresenta uma diminuição progressiva com o aumento da umidade. Há, por outro lado, uma progressiva diminuição dos valores de absorção d'água com o aumento do teor de umidade do atomizado. A resistência mecânica é incrementada com o aumento do teor de umidade do

pó, até certos limites.

## 2.3 OPERAÇÃO DE COMPACTAÇÃO

### 2.3.1 VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO

Os fatores que influem sobre a operação de compactação são [4]:

a) ciclo de prensagem ou programa de compactação da peça e b) características do pó a compactar.

#### a) Programa de compactação

Compreende o conjunto de ações sincronizadas que intervem nas distintas etapas do processo de compactação. O ciclo para pavimentos e revestimentos cerâmicos compreende as seguintes etapas:

- enchimento do molde;
- ciclo da primeira compactação;
- período de desaeração;
- ciclo de segunda compactação;
- extração da peça.

O enchimento do molde é a etapa mais crítica; sua incorreta realização ( falta de reprodutividade e desuniformidade ) é a principal causa da maior parte dos defeitos. As variáveis de operação que influem sobre a correta realização desta fase, além das características do pó, são: a velocidade de enchimento do molde, a forma e tamanho das peças a obter, e a distribuição e quantidade da cavidade da matriz.

O ciclo de primeira compactação é a etapa mais crítica da operação de desaeração, e tem por objetivo evacuar a maior parte de ar que se introduz no molde durante a etapa de enchimento. Uma má desaeração traz

como consequência, excessiva expansão da peça ou de uma parte dela, quando se retira o punção. Isto ocasiona certos defeitos como laminações e outros. A pressão de compactação deve ser tal que permita a expulsão dos gases.

O ciclo de segunda compactação é a fase que contribui mais significativamente para a formação da microestrutura a verde da peça, e conferir-lhe propriedades. Durante esta segunda compactação se produz a definitiva compactação da peça. Portanto, modificando adequadamente as variáveis de operação ( pressão máxima de compactação, velocidade de aplicação da carga e tempo de permanência da pressão ) [4] é possível variar a microestrutura da peça a crú. Na indústria a única variável que normalmente se modifica é a pressão máxima de compactação.

Finalmente, durante a extração da peça podem se originar fissuras e deformações, como consequência das tensões que se produz pelo atrito com as paredes da matriz e pela expansão elástica desta. A resistência mecânica a tração dos produtos compactados é relativamente baixa ( da ordem de 0,6 a 1,0 MPa ), de forma que pequenas tensões desenvolvidas na extração podem originar os defeitos antes mencionados.

#### **b) Características do pó a compactar**

A adequada realização da operação de compactação, assim como a microestrutura da peça resultante, dependem das características do pó empregado. Entre elas cabe destacar as seguintes:

- a - propriedades das partículas, tais como natureza, tamanho, forma e distribuição;
- b - estado de granulação das partículas, tais como o enlace das partículas e estrutura dos grânulos;
- c - aditivos de compactação - umidade, ligantes e plastificantes

Estas características dependem, por sua vez, da composição do pó

utilizado e de sua preparação prévia a compactação. Além disso estão intimamente relacionados com outras propriedades ou parâmetros tecnológicos do pó ( densidade aparente, velocidade de fluxo e compactibilidade )que condicionam seu comportamento nas diversas fases da compactação.

A seguir se comenta brevemente o modo como as características do pó afetam a fase de compactação e extração.

#### (i) Fase de compactação

Esta fase compreende o ciclo de primeira compactação, a desaeração e o ciclo de segunda compactação.

O comportamento do pó cerâmico, à medida que se aumenta a pressão de compactação, é determinado pela variação de altura que experimenta o leito de pó, que por sua vez é determinado pelas características das partículas, tais como forma, tamanho e dureza. Vários autores [7,8,17] tem mostrado que a compactação aumenta conforme aumenta a dureza das partículas e à medida que se reduz seu tamanho. Segundo estes trabalhos a redução da porosidade e do tamanho dos poros ( para pós não grânulos ), se dá principalmente por reordenação das partículas e/ou por deformação plástica e/ou elástica.

De forma geral, a densidade da peça resultante está intimamente ligada a distribuição de tamanho de partícula do pó [8]. Esta propriedade pode ser incrementada empregando-se distribuições granulométricas adequadas, de modo que as partículas menores ocupem os vazios entre as partículas maiores. Com estas distribuições granulométricas a densidade de compactação, devido a reordenação de partículas, é mais alta do que aquela com outras distribuições. Essa fase é também influenciada pelo estado de aglomeração das partículas que formam os grânulos. O estado de aglomeração se quantifica mediante as seguintes características: dureza, distribuição de tamanho e densidade dos grânulos e tipo de granulado. Em estudos

anteriores [9-13], verificou-se que ao aumentar a densidade do grânulo se reduz sua deformabilidade ( aumenta a dureza ), o que obriga o uso de pressões mais elevadas, para a obtenção de resultados semelhantes.

As influências que as características do grânulo exercem sobre a compactabilidade de pós atomizados de materiais não plásticos (  $Al_2O_3$ ,  $Zr_2O_3$ , ferritas, etc ) [10-13], foram estudadas através dos diagramas de compactação ( representação gráfica da densidade do leito de pó versus o logaritmo da pressão de compactação ). Destes trabalhos se conclui que a diminuição dos poros, durante a compactação, ocorre pelos tres mecanismos seguintes:

- I - reordenação dos grânulos, aumentando a densidade de empacotamento;
- II - redução do volume de ocas intergranulares, por deformação plástica e/ou ruptura dos grânulos, que depende da dureza e deformabilidade do grânulo;
- III - diminuição da porosidade intragranular, por deslizamento das partículas e reordenação, assumindo uma configuração mais densamente empacotada. À pressões muito altas, a ruptura das partículas pode ser importante, o que contribuiria para reduzir ainda mais a porosidade.

#### (ii) Fase de extração

Na extração das peças cerâmicas dos moldes, ao interromper-se a força de compactação, se produz uma expansão elástica da peça, a qual depende fundamentalmente da forma de preparar o material que alimenta a prensa, assim como sua umidade e composição.

A força necessária para extrair a peça do molde depende das dimensões da peça e do teor e natureza do lubrificante.

### 2.3.2 PROPRIEDADES E CARACTERÍSTICAS DA PEÇA COMPACTADA

### 2.3.2.1 DENSIDADE

A densidade é, junto com a resistência mecânica, uma das mais importantes propriedades da peça compactada [15,30]. As propriedades da peça queimada ( contração linear e absorção d'água ) dependem consideravelmente da densidade a seco das peças compactadas. Com efeito, para a mesma composição, procedimentos de preparação do pó e variáveis de queima, a contração linear de queima, junto com a capacidade de absorção d'água, diminuem à medida que se aumenta a densidade a seco da peça compactada, podendo-se estabelecer uma relação linear entre essas propriedades da peça queimada e a densidade a seco. Também a deformação piropelástica da peça queimada diminui à medida que se aumenta a densidade a seco da peça compactada.

As operações de secagem e queima também são influenciadas pela densidade a seco da mesma. A velocidade de secagem da peça compactada diminui consideravelmente à medida que se aumenta sua densidade a seco. O mesmo ocorre com a velocidade de oxidação da peça durante a queima.

Os defeitos que mais comumente se apresentam em pavimentos e revestimentos cerâmicos estão estritamente ligados a densidade média, a cru, das peças ( coração preto, deformações ), com as possíveis flutuações de uma peça para outra ( falta de estabilidade dimensional ) ou com a falta de uniformidade da compactação pontual nas diferentes zonas da peça crua ( fora de esquadro ).

A densidade da peça moldada ( $\rho$ ) pode ser relacionada com sua porosidade ( $\epsilon$ ) e sua compressibilidade ( $C$ ), mediante as seguintes equações [4]:

$$C = \frac{\rho}{\rho_r} \quad , \quad \epsilon = 1 - \frac{\rho}{\rho_r}$$

onde  $\rho_r$  é a densidade real do sólido ( sem poros ).

### Fatores que influem na variação da densidade de um compactado

Ao analisarmos os fatores que influem na variação da densidade de um compactado, deve-se levar em consideração que os pós, quando submetidos a pressões elevadas, não obedecem às leis hidrodinâmicas [5]. Assim, à medida que se aumenta a compressão, verifica-se que o adensamento do pó torna-se maior junto a superfície de compactação do punção, diminuindo à medida que se afasta dessa superfície. Esse fato acarreta uma variação da densidade do compactado. Nos cerâmicos para revestimentos e pavimentos, devido à sua pouca espessura, esse fator não exerce grande influência [4].

Há muita controvérsia [4,9,10,12,14,16] sobre qual a relação a ser estabelecida entre a pressão de compactação e a densidade, embora se saiba da prática que ao se aumentar a pressão aumenta-se a densidade. De uma forma geral, todos os autores concordam com a existência de uma inflexão no diagrama de compactação a pressões relativamente baixas, que se interpreta como a pressão na qual começam a romper ou deformar o grânulo. Mas a forma do diagrama no intervalo de pressões mais altas, assim como sua interpretação são distintas, segundo os investigadores.

Balshin [4,12], supondo que a energia da peça, durante a compactação, é proporcional a pressão aplicada, relaciona:

$$\log P = - \frac{V_p}{V_s} L + \text{cte} \quad (1)$$

onde P - pressão de compactação aplicada

$V_s$  - volume real que ocupa o sólido

$V_p$  - volume do leito ( ou peça ) compactado a uma pressão P

L - módulo de compactação

O módulo de compactação da equação é análogo ao módulo de Young ( lei de Hook ), e é função das propriedades iniciais do material. Verifica-se, entretanto, que esta só se aplica a alguns materiais ( com baixa deformabilidade ).

Kawakita [16] propôs uma equação para correlacionar a diminuição do volume do leito de pó com a pressão de compactação, de forma que:

$$G = \frac{V_0 - V_p}{V_0} = \frac{a \cdot b \cdot P}{1 + b \cdot P} \quad (2)$$

onde G - grau de redução de volume

$V_0$  - volume inicial do leito de pó

a,b - constante característica do pó que se compacta

De (2) se obtém a equação

$$\frac{P}{G} = \frac{1}{a \cdot b} + \frac{P}{a} \quad (3)$$

A relação linear entre  $P/G$  e  $P$  determina as constantes, a partir da sua representação gráfica. A equação (3) é similar a

$$Y = A \cdot X + B$$

Assim sendo,  $1/a$  é a inclinação da curva e  $1/ab$  é a intersecção com a abcissa.

A equação (3) apresenta erros, exceto para valores baixos de pressão. Para materiais muito duros a linearização ( equação (3) ) não se mostra tão perfeita.

As constantes a e b podem ser interpretadas como uma medida da porosidade inicial do leito de pó. A constante b, por exemplo, pode ser considerada como um coeficiente de compressão, relacionado com a



plasticidade do material.

Os diagramas de compactação são utilizados para descrever o comportamento, durante a compactação, dos pós cerâmicos agregados e grânulos não-plástico [12], produzidos por atomização.

Na figura 3 se detalha um diagrama de compactação padrão, segundo Reed [9], para um pó não granular ( NG ) e dois pós atomizados, sendo um maciço ( AI ) e outro oco ( AII ).

Segundo este investigador, a primeira inclinação das retas correspondentes aos atomizados AI e AII ocorre para uma densidade próxima a do pó densificado por vibração (  $\rho_v$  ) a uma pressão de compactação (  $P_f$  ), denominada pressão de fluência. O pó não aglomerado não apresenta este comportamento. Na pressão de fluência a reordenação dos grânulos é praticamente completa ( finaliza o mecanismo I ) e começa a fratura e/ou deformação dos grânulos pelo mecanismo II.

A segunda inclinação se produz quando o atomizado compactado alcança uma densidade próxima à densidade do grânulo (  $\rho_g$  ). Neste estado os poros exteriores dos grânulos são praticamente eliminados ( finaliza o mecanismo II ), e começa a redução da porosidade intragranular ( mecanismo III ).

Se os grânulos do atomizado são perfeitamente deformáveis, a densidade da peça compactada, a partir de grânulos, coincide com a que se obtém com o pó sem grânulos, a uma pressão  $P_j$  próxima a  $P_b$ . Se os grânulos não são suficientemente deformáveis, a densidade da peça compactada não coincide com a do pó não granulado. Além disto a densidade da peça compactada dependerá do tipo de grânulo: oco ou maciço.

Alguns investigadores [10,14] não observam esta segunda inclinação. Outros [11,12] reconhecem sua existência, mas questionam a validade da interpretação proposta por Reed.

Para aqueles materiais e/ou intervalos de pressão nos quais se cumpre a relação

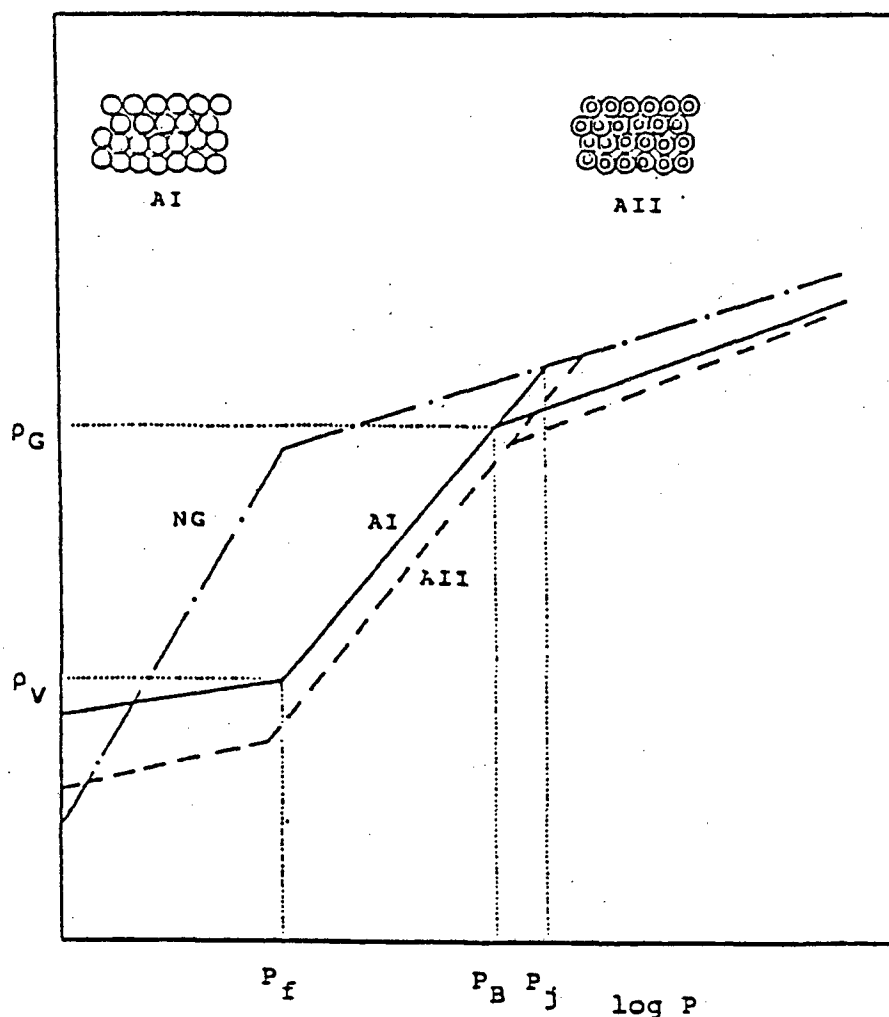


Figura 3 - Diagrama de compactação proposto por Reed

$$p = A + B \ln P \quad (4)$$

foi tentado estabelecer uma correlação entre estes parâmetros empíricos e as outras variáveis de compactação.

O aumento da velocidade de aplicação de carga tende a alcançar uma densidade maior, num primeiro instante, para uma determinada pressão, sendo que posteriormente necessitará de uma pressão maior para alcançar a mesma densidade, que seria alcançada com uma velocidade menor [4,11,12].

As influências que exercem a natureza do ligante e suas propriedades, assim como o teor de umidade sobre a compactabilidade da peça resultante, em material não plástico, foram objetos de numerosos

estudos [4,5,10-14]. A partir de então pode-se concluir:

- quanto mais baixa é a resistência mecânica do aglomerado ( menor é a pressão de fluência dos grânulos ) maior é a resistência mecânica da peça compactada obtida;
- o efeito da pressão de compactação sobre a compactabilidade é tanto maior quanto maior é a resistência mecânica do aglomerado;
- a resistência mecânica do aglomerado depende fortemente da natureza do ligante, propriedades e teor de umidade. A água absorvida modifica as propriedades do ligante tornando os grânulos mais deformáveis;
- a compactabilidade máxima se obtém para um teor de umidade crítica que depende da pressão aplicada;
- o teor de umidade ótimo para alcançar uma compactabilidade ótima ( máxima ) diminui conforme aumenta a pressão de compactação;
- para uma determinada pressão de compactação, a compactabilidade aumenta com a umidade até alcançar o valor de umidade crítica, a partir da qual decresce com o aumento da umidade.

Enquanto a umidades inferiores à crítica, a água atua como lubrificante reduzindo o atrito entre as partículas e facilitando a compactação. A deformação das partículas não é essencial para a redução da porosidade. Pelo contrário, a água em excesso incrementa a porosidade, devido à sua incompressibilidade.

Pode-se compreender melhor o efeito da distribuição das partículas de um determinado pó estudando-se o arranjo de partículas em diferentes condições [5]. É evidente que partículas com faces planas ( cúbicas, por exemplo ), apresentam um contato mais perfeito e uma compactabilidade maior, mas estas são impossíveis de serem obtidas no caso de pós cerâmicos. É necessário notar que o grau de contato das superfícies é muito importante em relação à moldagem e a sinterização. Um contato imperfeito das superfícies das partículas, dá como resultado porosidade na massa e maior volume relativo do compactado.

Verifica-se que, no estado de arranjo de esferas do mesmo tamanho, o mínimo de porosidade que se pode obter é de 26%. Este arranjo indica que se nos vazios compreendidos entre as esferas maiores fossem introduzidas outras menores reduzir-se-ia a porosidade. Pós finos produzem poros pequenos e uniformes, o que favorece a força de coesão entre as partículas, que é função da área específica da partícula. Os pós preparados por atomização apresentam, geralmente, densidade menor do que os obtidos por outras técnicas. Isto se deve principalmente aosocos internos ou crateras apresentada pelo pó atomizado.

### 2.3.2.2 RESISTÊNCIA MECÂNICA

A resistência mecânica a crú, de peças compactadas, é imprescindível para que estas suportem, sem deteriorar-se, os esforços térmicos e/ou mecânicos que sofrem durante as etapas anteriores à queima.

Com efeito, como já indicado anteriormente, durante a extração da peça o atrito com as paredes do molde pode originar rupturas ou deformações se sua resistência mecânica não é suficientemente elevada para suportar este esforço. Apesar de ser praticamente impossível conhecer a resistência mínima da peça para que esta não se deteriore durante a fase de extração, é óbvio que seu comportamento durante esta fase será tanto melhor quanto menor seja o esforço mecânico que sofre, e quanto mais elevada seja sua resistência mecânica.

Analogamente, durante a operação de secagem, a peça está submetida a esforços do tipo mecânico (golpes devidos ao transporte das peças) e do tipo térmico (aquecimento e resfriamento), além das tensões que se originam como consequência da contração de secagem. Isto pode ocasionar a deterioração da peça. Para evitar a aparição de trincas na peça é imprescindível, portanto, que durante a secagem a resistência mecânica seja suficiente para suportar esses esforços.

Durante a esmaltação e nas sucessivas operações de transporte, armazenamento e passagem pelo forno, a peça também está submetida a uma série de esforços.

A resistência mecânica a seco tende a seguir a mesma tendência da densidade a seco. Isto quer dizer que se for aumentado a umidade e a pressão de compactação, seu módulo aumentará até um ponto crítico, quando, então, seu módulo elástico decresce. Isto não significa que para uma mesma densidade a seco, em várias peças, a resistência mecânica a seco seja a mesma. A resistência mecânica a seco é suscetível à falhas ou defeitos internos e externos ( gradientes de densidade, partículas de impurezas, estado de ligação entre as partículas ou grânulos e trincas internas e/ou externas ). Depende ainda da natureza da matéria prima ( se plástica ou não ) e do módulo de elasticidade.

No caso de resistência mecânica a verde ( antes de sofrer a secagem ) o resultado não é o mesmo. A resistência mecânica a verde tende a diminuir sensivelmente seu módulo de elasticidade com o aumento da umidade, até atingir um patamar, a partir do qual sofre pouca variação [4,24].

### 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS GRÂNULOS

##### 3.1.1 DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

A distribuição granulométrica de tamanhos dos grânulos, para posterior separação em frações, resultantes da atomização, foi determinada por peneiramento. As aberturas das malhas, em  $\mu\text{m}$ , escolhidas foram as seguintes: 840, 590, 420, 177, 150 e 75.

##### 3.1.2 ESCOABILIDADE ( VELOCIDADE DE FLUXO )

A velocidade de fluxo se determina medindo a velocidade com que flui um pó, através de um orifício de um recipiente. É expressa em  $\text{cm}^3/\text{s}$  [31].

O equipamento ( figura 4 ) é formado por:

- a - dispositivo de sujeição ( tripé com ajuste de altura ) (A);
- b - dispositivo para a medida de fluxo ( cavidade cilíndrico-cônica com um orifício inferior ) (B);
- c - cronômetro;
- d - balança com tara automática;
- e - dispositivo de medida da densidade aparente, que consiste em um cilindro de volume conhecido (C).

Com o equipamento montado tapa-se o orifício de saída do pó do dispositivo para a medida de fluxo e, carrega-se um volume conhecido de pó. Assim procedido, abre-se o orifício e marca-se o tempo para o esvaziamento do dispositivo. Obtém-se, assim, a velocidade de fluxo do pó.

##### 3.1.3 ÍNDICE DE HAUSNER

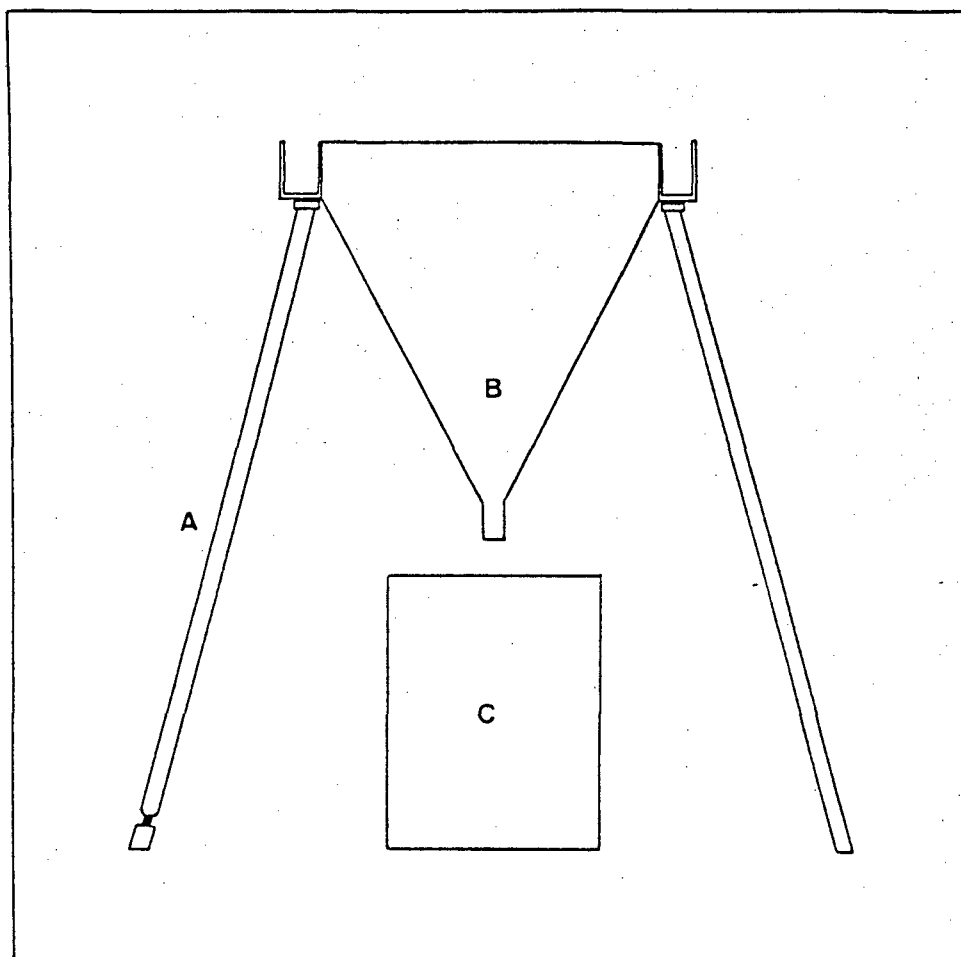


Figura 4 - Dispositivo para a medição da velocidade de fluxo

O índice de Hausner (IH) se baseia no aumento da densidade que experimenta o leito de pó resultante do enchimento de um recipiente, quando este é vibrado. Este parâmetro é definido como a razão entre a densidade vibrada do pó e a densidade aparente do mesmo.

A densidade aparente do leito de pó ( $\rho_0$ ) se obtém da pesagem de um volume conhecido de pó, já que ela é a relação entre a massa de aglomerado e seu volume.

Para obter a densidade vibrada ( $\rho_v$ ) submete-se um volume de pó, em um recipiente de volume conhecido (como para a obtenção de  $\rho_0$ ) a vibração intensa, até a altura do leito de pó permanecer constante. Assim, da relação entre o volume do leito de pó empacotado (vibrado) e sua

massa, se obtém  $\rho_v$ .

### 3.2 PREPARAÇÃO DOS PÓS

Devido a necessidade de variação da umidade, em teores específicos, os pós foram secos e, posteriormente, umidificados. A secagem se deu num forno HERAEUS kr 170, tipo mufla, a 200°C por 90 min. A umidade ( $\text{Kg}_{\text{água}}/\text{Kg}_{\text{seco}}$ ) foi adicionada por pulverização d'água, mediante o uso de um aerógrafo, ou pistola de pintura, acoplado a um compressor de nebulização ( para evitar a contaminação da água ). Foi utilizada era água destilada, de forma a não permitir que nenhuma impureza extra-massa interviesse no processo. O controle foi feito por uma balança MARTE, modelo A1600, com carga máxima de 1600g, e erro  $\pm 0,01\text{g}$ .

Após umidificado o pó foi acondicionado em recipientes cerrados, sendo que ali permaneceu por 48 horas, para a devida homogeneização.

### 3.3 COMPACTAÇÃO

A operação de compactação foi realizada em uma prensa hidráulica manual de laboratório, marca PAUL WEBER, Tipo PW 10, de carga máxima de 13t. A força de compactação foi lida em um manômetro, que registra a pressão do óleo do pistão, e em consequência a força exercida por ele.

A matriz utilizada para a confecção dos corpos de prova é de forma cilíndrica, com diâmetro de 35,0 mm, altura de enchimento de 11,1 mm e altura ( ou espessura ) do compactado em torno de 4,5 mm. A matriz, em aço se encontra detalhada na figura 5.

### 3.4 CURVA DE COMPACTAÇÃO

Para caracterizar o comportamento do pó, durante a fase de



compactação, foi determinado o aumento da densidade no leito de pó, à medida que a pressão de compactação foi incrementada. À esta operação se denomina obtenção da curva de compactação.

As dimensões dos corpos de prova, iniciais ( através do leito de pó ) e finais ( discos ou "bolachas" de 35,0 mm de diâmetro e 4,5 mm de espessura, aproximadamente ) obtidos, foram determinadas com uma precisão de  $\pm 0,01$  mm. O volume de pó foi constante e igual a altura de enchimento da matriz ( aproximadamente 11,13 mm ).

O molde ( ou matriz ) utilizado nesta fase foi o mesmo do item 3.3.

A aplicação de carga para a compactação foi feita na Máquina Universal de Ensaio, marca WOLPERT ( item 3.6.2 ), em dois módulos diferentes, segundo as necessidades. O primeiro módulo trabalhou em pressões abaixo de 2,0 MPa ( força de compactação de aproximadamente 2000 N ). Já o segundo módulo trabalhou até 60,0 MPa ( 60 kN ). O primeiro módulo tinha um fundo de escala ( força máxima ) de 5,0 kN, enquanto o segundo tinha de 100 kN.

As operações da fase de compactação foram as mesmas do item 3.3. Completadas essas operações, o punção superior foi "preso" ao módulo de carga, e posicionado sobre o leito de pó ( nível zero ). A partir de então iniciou-se a aplicação da carga ( com velocidade de deslocamento do punção constante e igual a 0,5 mm/min [4] ). As leituras foram obtidas através de curvas traçadas em ploter acoplado à máquina. Durante a operação foram trocadas as células de carga, à medida que se aumentava a força.

A densidade do leito de pó compactado pode ser obtido a partir da altura deste, segundo a expressão [4,25]:

$$\rho = \frac{4 \cdot W_s}{\pi \cdot d_m^2 \cdot h}$$

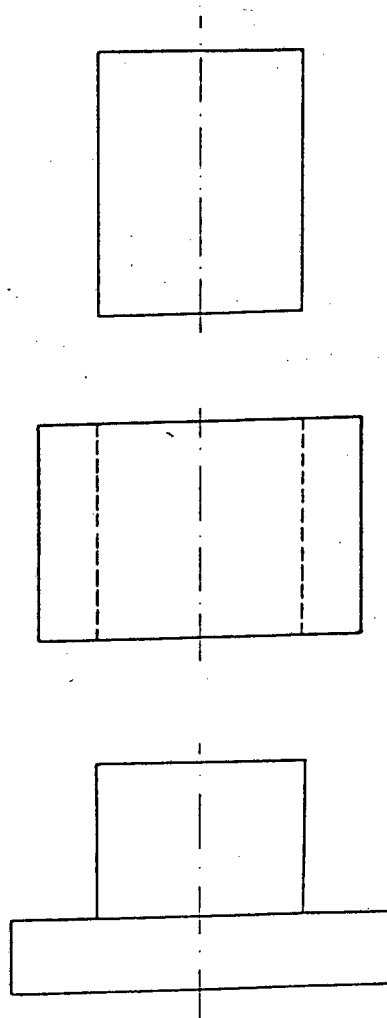


Figura 5 - Matriz para a compactação dos corpos de prova

onde  $W_s$  - massa de pó [g]

$d_m$  - diâmetro da matriz [cm]

$h$  - espessura do leito de pó [cm]

### 3.5 SECAGEM

A secagem dos corpos de prova ( "bolachas" ) foi realizado como no item 3.2.

### 3.6 MICROESTRUTURA

A microestrutura do aglomerado, compactado em diferentes níveis de compactação, foi obtida utilizando-se microscópio eletrônico de varredura ( MEV ) Jeol JSM-35CF.

### 3.7 MEDIDA DAS PROPRIEDADES, A CRÚ, DA PEÇA

#### 3.7.1 DENSIDADE A SECO

Para a medida da densidade a seco dos corpos de prova foi utilizado o dispositivo das figuras 6 e 7, que compreende [28]:

- balança ( item 3.2 );
- sistema de sujeição, que permite o deslocamento vertical do sistema de imersão da amostra em Hg, mediante um ajuste grosseiro e fino;
- sistema de imersão da amostra em Hg, que consta de um suporte metálico e uma ponteira de ajuste;
- recipiente plástico de seção circular, de diâmetro igual a 100,0 mm e 60,0 mm de altura, o qual continha 1500,0 g de Hg.

Os procedimentos adotados iniciam-se pela pesagem do corpo de prova, ou amostra, em uma balança de erro  $\pm 0,01$  g (W). Após isso, posiciona-se o recipiente com mercúrio sobre a balança e se desloca o sistema de imersão da amostra ( ajuste grosso e fino ), até o ponteiro tocar a superfície do mercúrio ( figura 8 ). Neste momento zera-se a balança. A seguir, se eleva o sistema de imersão e posiciona-se a amostra, sem que ela toque nas paredes do recipiente. A amostra então é imersa no mercúrio, sendo controlada pelos ajustes grosso e fino anteriores ( figura 9 ). Assim registra-se a massa indicada na balança ( $W_{Hg}$ ), correspondente ao empuxo que exerce o mercúrio sobre a amostra, e a temperatura do mercúrio ( para determinar sua densidade).

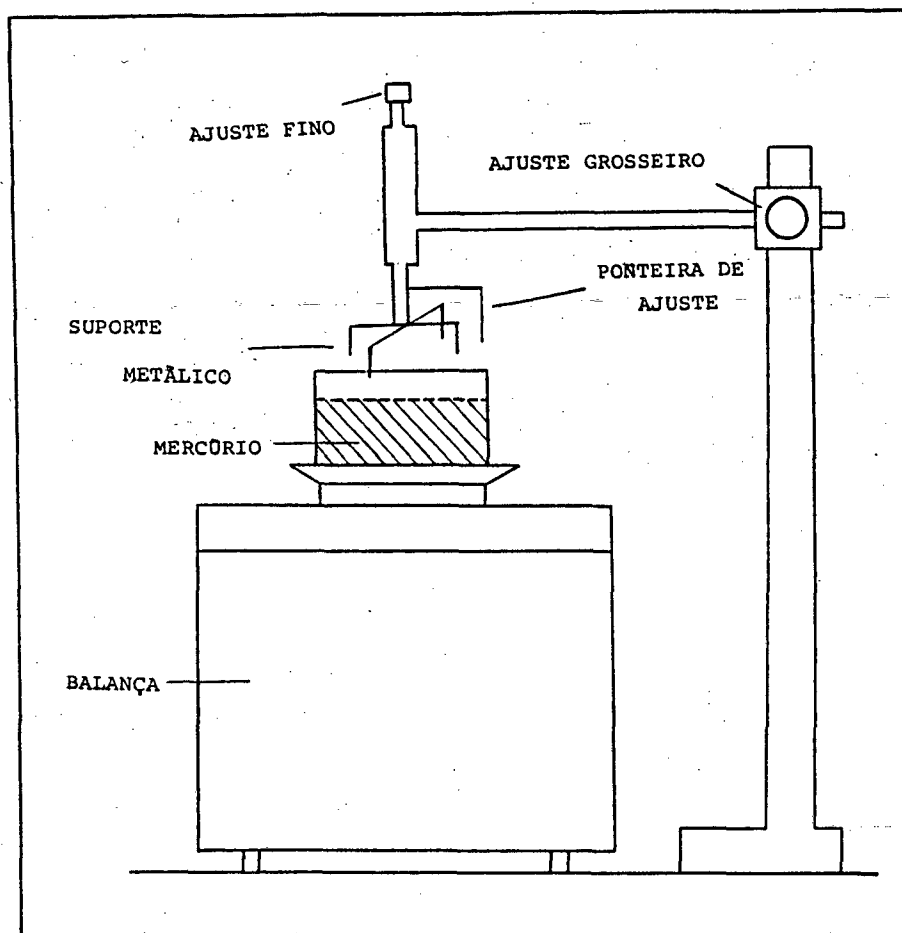


Figura 6 - Esquema do aparato utilizado para a determinação da densidade

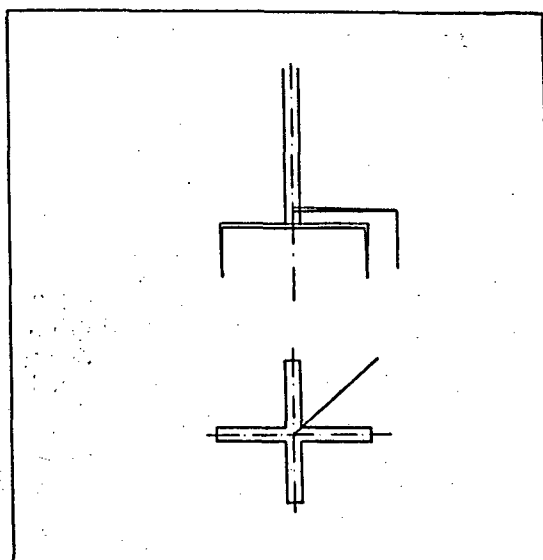


Figura 7 - Detalhe do sistema de imersão

A densidade do mercúrio é de  $13,525 \text{ g/cm}^3$  a  $25^\circ\text{C}$ , e varia com a temperatura segundo a expressão [28]:

$$\rho_{\text{Hg}} = 13,525 - 0,0025 \cdot (T - 25)$$

sendo  $\rho_{\text{Hg}}$  a densidade do mercúrio à temperatura  $T$  ( $^\circ\text{C}$ ).

O volume aparente e a densidade da amostra, ou corpo de prova, se calculam mediante as expressões [4,28]:

$$\text{Volume aparente} \Rightarrow V_{\text{ap}} = \frac{W_{\text{Hg}}}{\rho_{\text{Hg}}}$$

$$\text{Densidade} \Rightarrow \rho = \frac{W}{W_{\text{Hg}}} \cdot \rho_{\text{Hg}}$$

### 3.2.7.2 RESISTÊNCIA MECÂNICA A CRÚ

A resistência mecânica a crú foi determinada por compressão diametral dos corpos cilíndricos, obtidos na compactação. Segundo alguns investigadores, [13,25,26] este ensaio é mais adequado do que a flexão para a determinação da resistência mecânica a crú de corpos compactados. Além disto, os resultados obtidos por este método são muito pouco influenciados pela estrutura dos corpos [4,30].

O equipamento utilizado para este ensaio foi a Máquina Universal de Ensaio, marca WOLPERT, modelo TESTATRON 100kN. A velocidade de aplicação de carga foi muito lenta ( $0,05 \text{ mm/min}$ ) [4].

A resistência mecânica a tração ( $\sigma$ ) dos corpos se calcula, segundo a norma NBR 7222/83, mediante a expressão:

$$\sigma = \frac{2 \cdot F_a}{\pi \cdot d \cdot h}$$

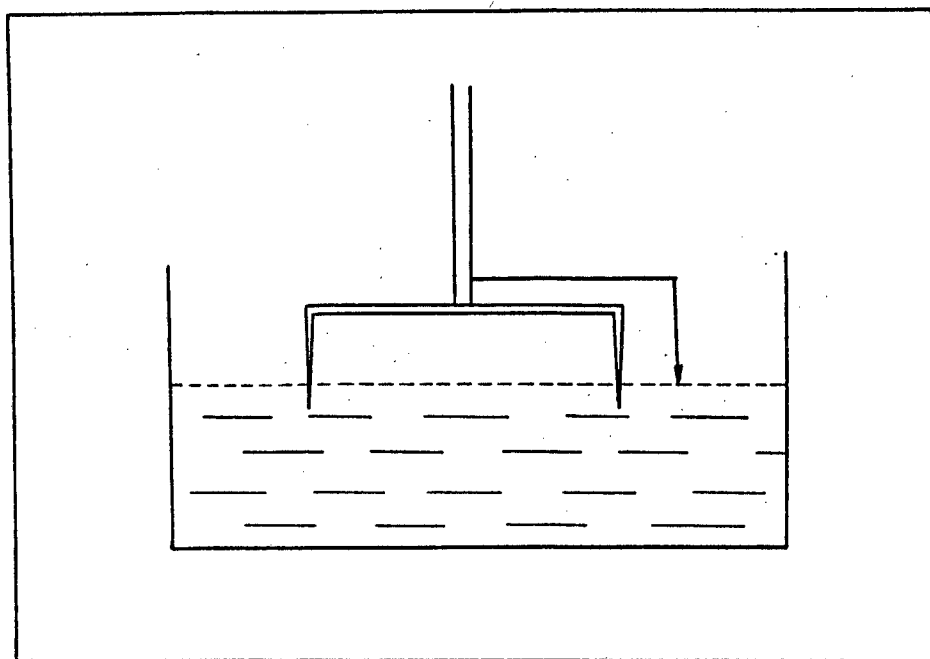


Figura 8 - Posição do sistema de imersão para a zeragem da balança

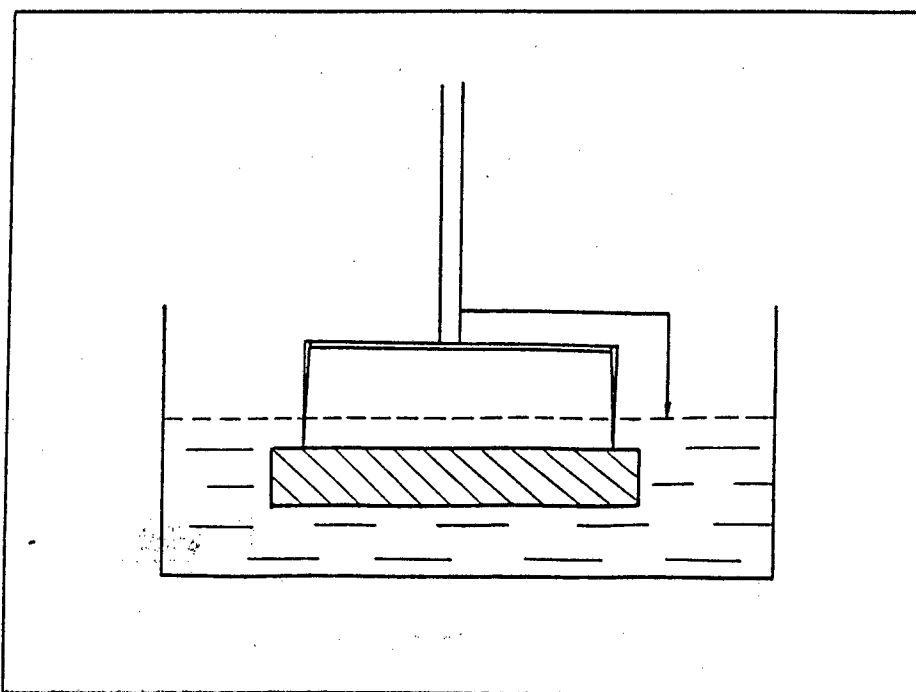


Figura 9 - Posição do sistema de imersão para a realização da medida

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DO PÓ ATOMIZADO

#### 4.1.1 ANÁLISE QUÍMICA E DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

Trata-se de uma composição de massa comumente utilizada na indústria para a fabricação de pavimentos e revestimentos cerâmicos. Essa composição foi processada por moagem úmida e atomização, em escala industrial.

A análise química da massa ( composição ) utilizada se encontra na tabela 1:

Tabela 1 - Composição química do pó

Elemento	[%]
$\text{SiO}_2$	67,80
$\text{Al}_2\text{O}_3$	19,90
$\text{TiO}_2$	0,73
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1,36
CaO	0,78
MgO	0,68
$\text{Na}_2\text{O}$	1,06
$\text{K}_2\text{O}$	2,97
Perda ao fogo	4,63

A distribuição granulométrica deste pó no estado atomizado se encontra na tabela 2:

Tabela 2 - Distribuição granulométrica do pó

Malha [ $\mu\text{m}$ ]	[%]
840	0,60
590	3,74
420	48,22
177	43,17
150	2,07
75	1,69
<75	0,50

Na figura 10 estão representadas estes mesmos valores em forma de histograma de frequências, a fim de se ressaltar as diferenças entre eles.



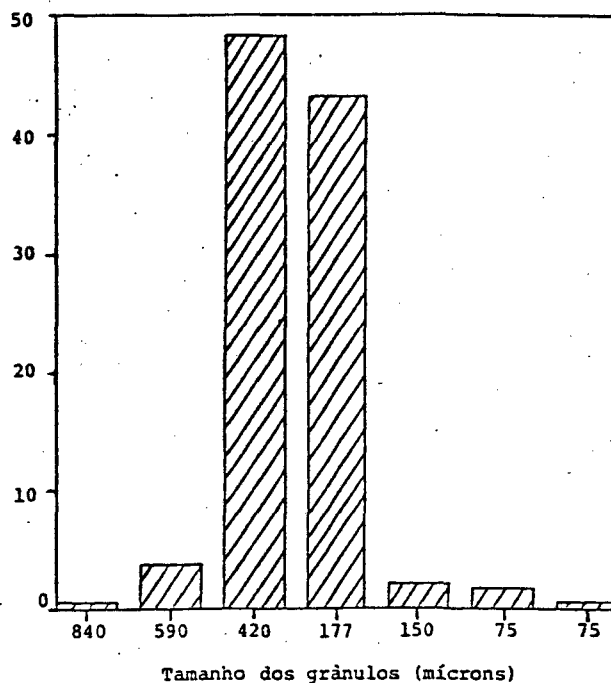


Figura 10 - Histograma de frequências das frações granulométricas do pó

#### 4.1.2 VELOCIDADE DE FLUXO E ÍNDICE DE HAUSNER

Para estabelecer o comportamento da fluidez, da massa cerâmica para pavimento e revestimento, em relação à sua granulometria ou sua umidade, foram medidas a velocidade de fluxo e o índice de Hausner. Os resultados, em forma de gráficos estão expostos nas figuras 11 a 16.

Como pode-se constatar há um aumento do índice de Hausner e uma diminuição (sensível) da velocidade de fluxo, à medida que se aumenta o teor de umidade (figuras 11 a 13). Esta variação é mais acentuada para as umidades superiores a 5,0 %, e dá-se pelo aumento das forças de união dos grânulos, devido a tensão superficial da água.

Em relação ao tamanho dos grânulos (figuras 14 a 16) observa-se que o índice de Hausner decresce até alcançar um patamar, tornando-se praticamente constante. Já a velocidade de fluxo cresce até atingir um

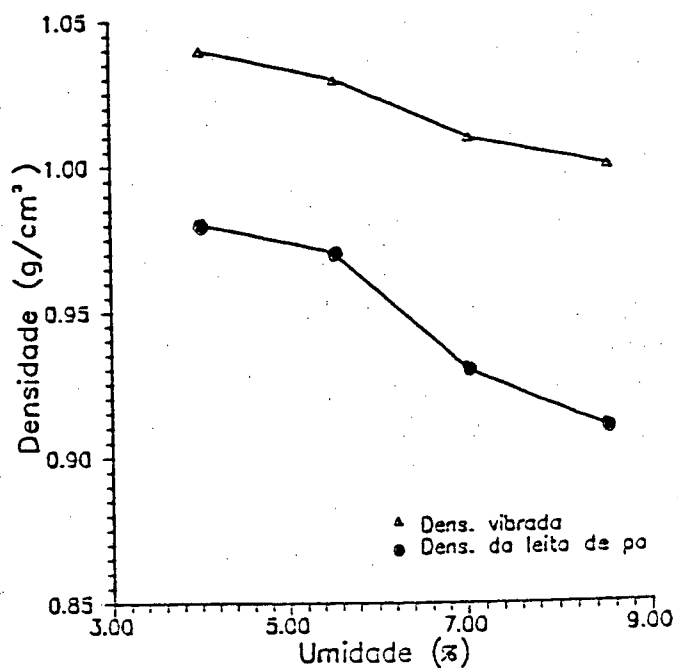


Figura 11 - Densidade do leito de pó e densidade vibrada em função da umidade.

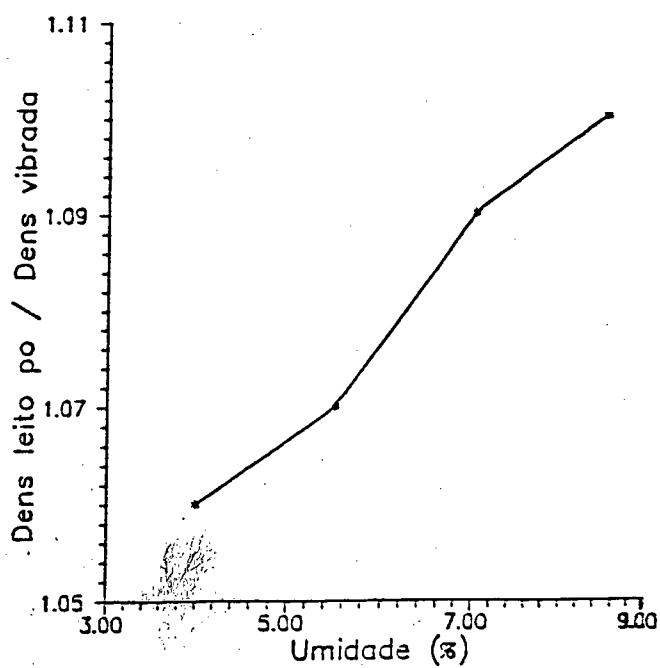


Figura 12 - Índice de Hausner em função da umidade.

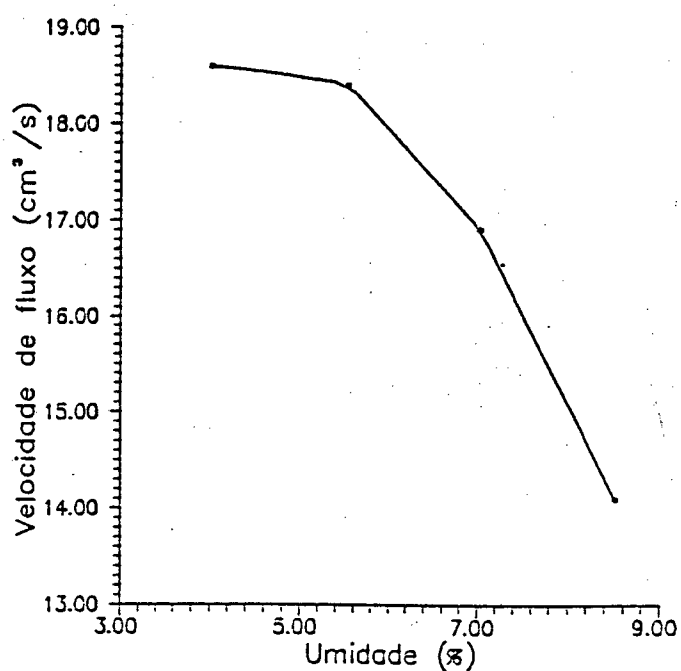


Figura 13 - Velocidade de fluxo em função da umidade.

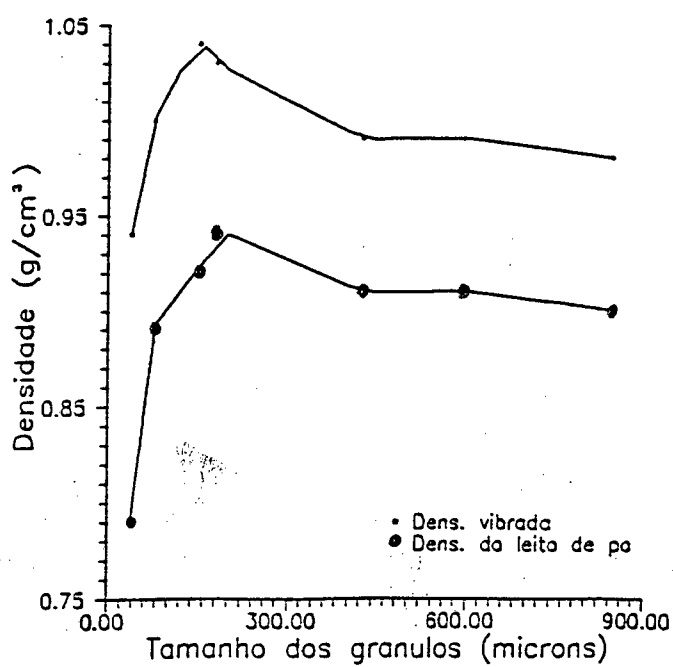


Figura 14 - Densidade do leito de pó e densidade vibrada em função da granulometria.

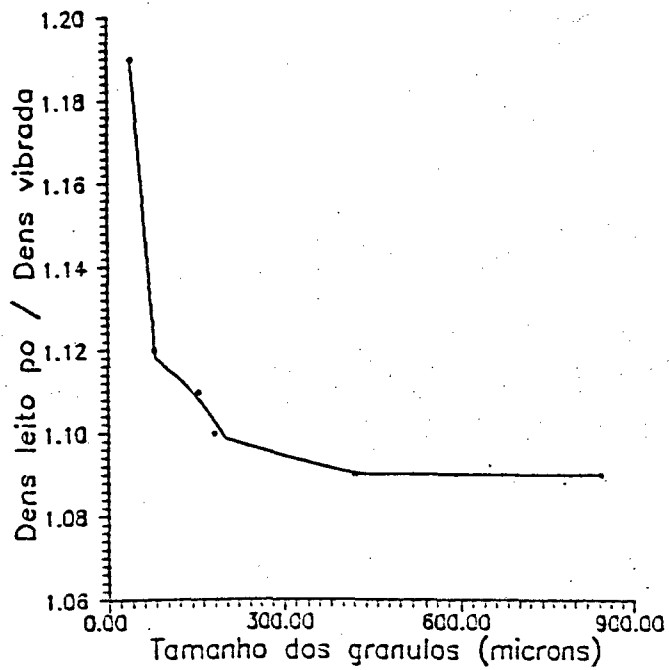


Figura 15 - Índice de Hausner em função da granulometria.

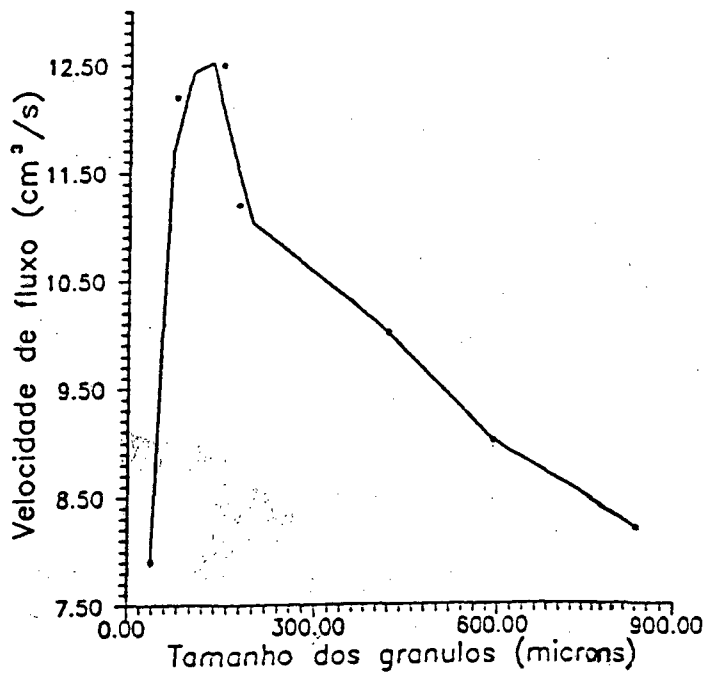


Figura 16 - Velocidade de fluxo em função da granulometria.

máximo, caindo, então, com relativa suavidade. Em ambos os casos os grânulos de pequeno tamanho (  $\geq 75 \mu\text{m}$  ), apesar de possuírem forma esférica, apresentaram os piores resultados devido à sua tendência de unir-se ( grande superfície específica ), formando um "aglomerado de grânulos". Já com pequenos aumentos de tamanho esta condição melhora acentuadamente. O tamanho intermediário é o que apresenta a melhor relação número de contatos e estado da superfície. Já uma granulometria grossa apresenta poucos contatos, no entanto sua superfície é mais rugosa e irregular, mostrando, assim, resultados de velocidade de fluxo e índice de Hausner muito ruins.

### 4.1.3 CURVA DE COMPACTAÇÃO

Para estudar a influência da umidade ( $X_c$ ), sobre o desenvolvimento da fase de compactação, foram determinadas as curvas de compactação ( densidade do leito de pó ( $\rho$ ) versus o logaritmo da pressão de compactação ( $P$ ) ). Os valores estão representados na tabela 3 e figura 17, que representam a média de cinco ensaios ( anexo 1). Cada curva representa uma umidade diferente ( 4,0, 5,5, 7,0 e 8,5 % de umidade ).

#### 4.1.3.1 - Comprovação do modelo proposto por Reed

O diagrama de compactação dos grânulos apresenta as variações propostas por Reed [10]. Em algumas curvas (  $X_c > 5,5 \%$  ) os tres intervalos de pressão estão presentes sendo efetivos os tres mecanismos que regem a compactação de pós no estado grânulo.

A primeira variação na inclinação das curvas, a qual define a pressão de fluência ( ver item 4.2.2 ), foi observada em todos os graus de umidade estudados. Esta propriedade, pressão de fluência ( $P_f$ ) que, segundo

vários autores [9,14], é uma medida da resistência mecânica dos grânulos, é influenciada pelo teor de umidade.

A segunda variação na inclinação das curvas, a qual define a pressão ( $P_b$ ), a partir da qual o mecanismo de controle de compactação é a redução da porosidade intragranular, foi observada somente nas curvas correspondentes a teores de umidade superiores a 5,5 %. Para tais umidades os valores de  $P_b$  diminuem à medida que se incrementa a umidade de compactação.

#### 4.1.3.2 - Influência da umidade no diagrama de compactação

Do exposto, fica claro que a densidade do leito de pó de um compactado ( $\rho$ ), e sua variação com a pressão de compactação ( $P$ ), dependem consideravelmente da umidade da massa ( $X_c$ ). A influência que exercem estas variáveis sobre a pressão de fluência ( $P_f$ ), assim como o efeito sobre os segmentos do diagrama de compactação, se abordam a seguir:

##### i) Segmento I - pressão de fluência

O empacotamento ou a disposição inicial dos grânulos influi, consideravelmente, sobre a densidade do leito compactado. Assim, o segmento I do diagrama de compactação apresenta uma maior dispersão dos resultados experimentais do que a pressões de compactação mais elevadas. Isto é decorrente de que, para pressões inferiores a  $P_f$ , a compactação do leito de grânulos ocorre preferencialmente por reordenação dos mesmos, para reduzir a porosidade do leito.

A pressão de fluência foi determinada segundo o método utilizado por Reed [10] e Albaro [4]. Eles afirmam que  $P_f$  é a intersecção entre o prolongamento do segundo segmento reto do diagrama de compactação e a paralela ao eixo das abcissas, traçada pela ordenada de valor igual a da

Tabela 3 - Variação da densidade com a pressão e a umidade.

P [MPa] \ Xc [%]	4,0	5,5	7,0	8,5
2,0	1,65	1,66	1,67	1,67
4,0	1,70	1,70	1,71	1,71
6,0	1,72	1,72	1,73	1,74
8,0	1,74	1,75	1,77	1,78
10,0	1,78	1,80	1,82	1,84
12,0	1,81	1,84	1,86	1,88
16,0	1,87	1,89	1,92	1,95
20,0	1,93	1,96	1,98	2,01
24,0	1,96	1,99	2,02	2,05
28,0	1,98	2,01	2,05	2,08
32,0	2,01	2,03	2,08	2,10
36,0	2,03	2,06	2,10	2,12
40,0	2,05	2,08	2,12	2,14
50,0	2,12	2,13	2,17	2,16
55,0	2,15	2,15	2,18	2,17
60,0	2,17	2,17	2,19	2,17

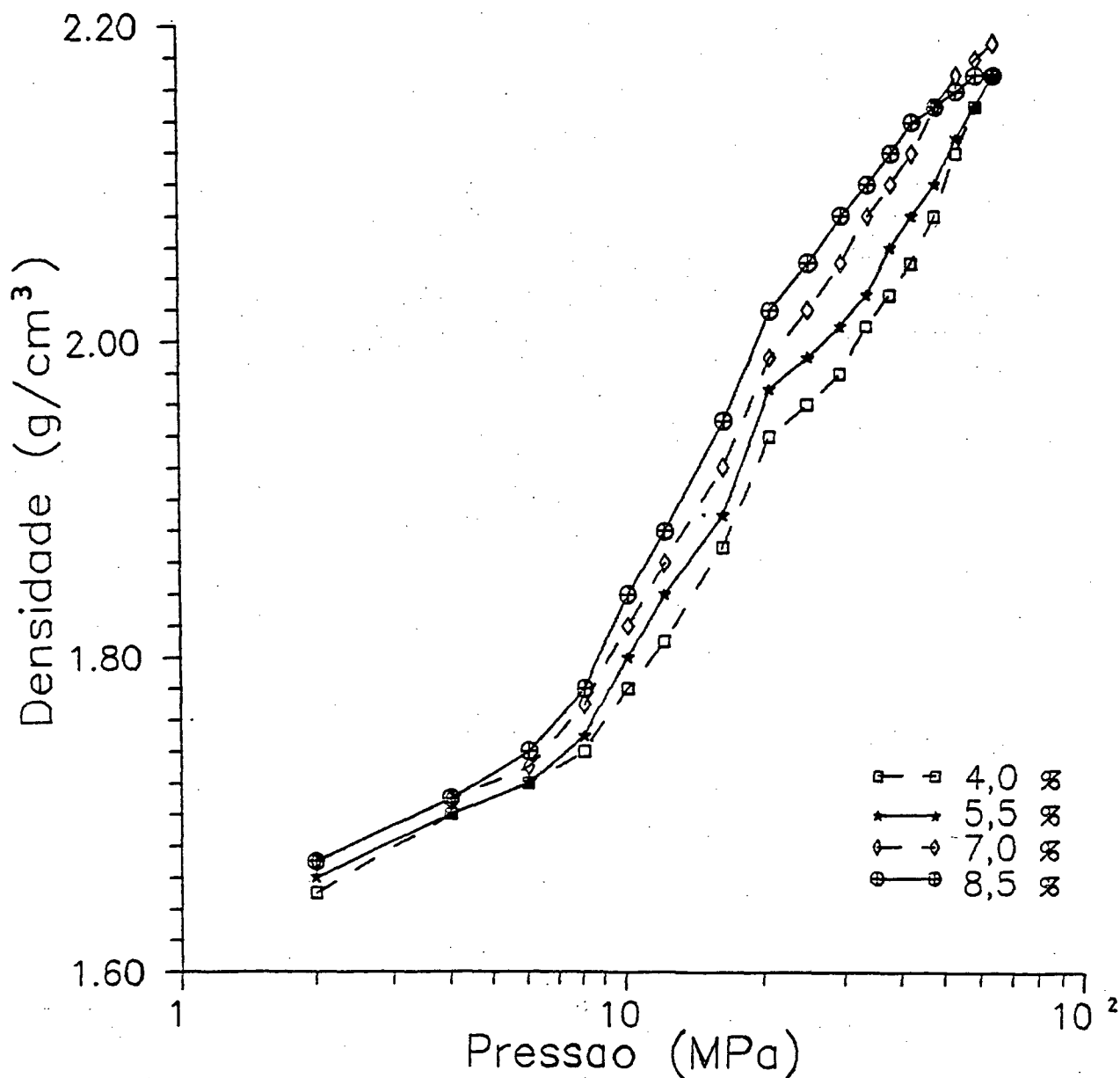


Figura 17 - Diagrama de compactação

densidade vibrada do leito de pó ( $\rho_v$ ). Na figura 18 se encontra um esboço deste procedimento [4].

Na tabela 4 são apresentados os intervalos de pressão que abrangem o segmento II ( para cada uma das unidades ), as equações representativas destes e suas pressões de fluência.

Observa-se que à medida que se aumenta a unidade a pressão de



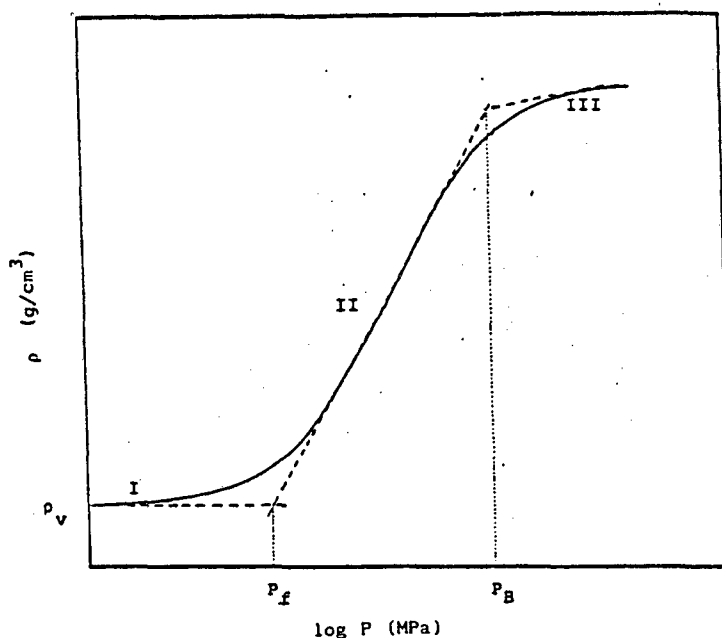


Figura 18 - Determinação da pressão de fluência

fluência diminui. Isto parece confirmar a afirmação de que a umidade incrementa a deformabilidade dos grânulos, devido a um maior afastamento das partículas formadoras dos grânulos ( os grânulos "incham" ).

Estes resultados estão de acordo com os obtidos por vários autores [10,13,14], ao determinarem o efeito do teor de umidade sobre a  $P_f$  de grânulos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Segundo os mesmos, o efeito que exerce o teor de umidade do grânulo, sobre seu ponto de fluência, é muito parecido ao que exerce esta mesma variável sobre as propriedades mecânicas do ligante orgânico utilizado.

#### ii) Segmento II

Em relação ao segmento II do diagrama de compactação, com o aumento de  $X_c$  se incrementa a ordenada na origem dos segmentos retos ( diminui a  $P_f$  ), além de aumentar, ligeiramente, a inclinação destes pois  $\rho$

Tabela 4 - Dados do segmento II

Xc [MPa]	Intervalo [MPa]	Equação interpolada	P <sub>f</sub> [MPa]
4,0	8,0 ≤ P ≤ 60,0	$\rho = 1,294 + 0,209 \ln P$	5,38
5,5	8,0 ≤ P ≤ 60,0	$\rho = 1,331 + 0,204 \ln P$	5,13
7,0	6,0 ≤ P ≤ 50,0	$\rho = 1,332 + 0,215 \ln P$	4,71
8,5	6,0 ≤ P ≤ 40,0	$\rho = 1,335 + 0,221 \ln P$	4,22

aumenta. Isto deve-se ao efeito da umidade do grânulo sobre sua resistência mecânica (P<sub>f</sub>) e sobre sua plasticidade.

### iii) Segmento III

Esta região do diagrama só é observada a pressões altas ( como por exemplo 50 MPa ) e umidades também relativamente altas ( 7,0 a 8,0 % ). Com o aumento de Xc há um incremento desse segmento. A explicação deste fenômeno reside no fato que, a partir de valores críticos, a água satura os poros da peça. O aumento da pressão de compactação produz uma compressão elástica ( reversível ) e não um aumento considerável de densidade.

Os valores de pressão crítica ( a partir da qual a própria densidade começará a cair ) dependem do teor de umidade. Ao aumentar-se a umidade provoca-se uma diminuição da pressão crítica.

Estes resultados confirmam as conclusões obtidas por alguns autores [18,19], ao estudarem o efeito da pressão e umidade de compactação sobre a densidade a seco em composições para a fabricação de ladrilhos. As variáveis de operação ( P e Xc ) e procedimentos de preparação do pó são distintos dos aqui realizados.

#### 4.1.3.3 - Equações de compactação

Observando o diagrama de compactação ( figura 17 ), exceto para valores altos de pressão e umidade de compactação, conclui-se que os resultados, para valores de  $P > P_f$ , ajustam-se aceitavelmente a linhas retas. Assim se optou por utilizar a equação 4, para correlacionar  $\rho$  com  $P$  e, posteriormente, através dos parâmetros empíricos A e B desta equação, com  $X_c$ .

Na tabela 5 se encontram os valores destes parâmetros, obtidos ao ajustar por regressão linear a equação 4 do diagrama de compactação. Esses valores não levam em conta pressões e umidades altas e valores de  $P < P_f$ .

Nas figuras 19 e 20 temos a representação das curvas dos parâmetros A e B, em função da umidade de compactação. Através delas consegue-se relacionar o efeito de cada pressão e umidade de compactação com a densidade do leito de pó ( $\rho$ ), através de [4]:

$$\rho = b_0 \cdot X_c^{b_1} + ( b_2 \cdot X_c^{b_3} ) \ln P$$

Chegou-se, assim, à

$$\rho = 1,231 \cdot X_c^{0,040} + ( 0,183 \cdot X_c^{0,082} ) \ln P$$

Tabela 5 - Parâmetros A e B do diagrama de compactação

$X_c$ [MPa]	A [g/cm <sup>3</sup> ]	B [g/cm <sup>3</sup> ]/[1/MPa]
4,0	1,294	0,209
5,5	1,331	0,204
7,0	1,332	0,215
8,5	1,335	0,221

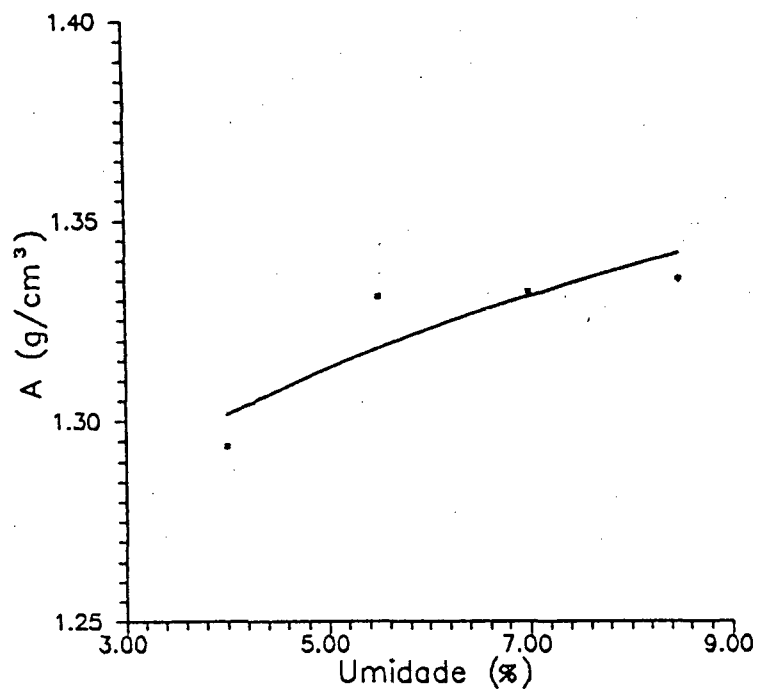


Figura 19 - Variação do parâmetro A, da equação 4, com Xc

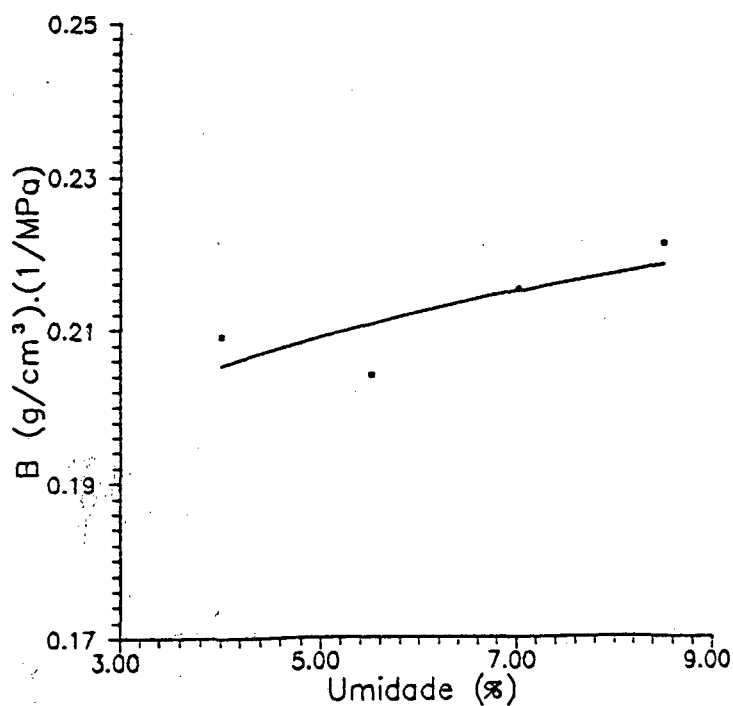


Figura 20 - Variação do parâmetro B, da equação 4, com Xc

## 4.2 DENSIDADE A SECO

### 4.2.1 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO E UMIDADE

Para determinar o efeito que estas variáveis de compactação exercem sobre a densidade a seco ( $\rho_s$ ) foram moldadas quatro séries de corpos de prova. Dentro de cada série manteve-se a umidade ( $X_c$ ) constante e variou-se a pressão de compactação ( $P$ ). Para cada par de valores ( $X_c, P$ ) foram moldados cinco corpos de prova. Na tabela 6 se encontram os valores médios dessa propriedade ( os individuais encontram-se no anexo 2 ). Na figura 21 estão representadas as curvas de umidade versus densidade a seco, para cada uma das pressões.

Nota-se que, para uma mesma pressão, à medida que se aumenta a umidade de compactação ( $X_c$ ) aumenta-se também a densidade a seco ( $\rho_s$ ). Conforme se incrementa  $X_c$  aumenta-se a deformação plástica dos grânulos, devido à água existente entre as partículas. A água por sua vez serve de lubrificante entre os grânulos, permitindo um melhor e mais estável empacotamento.

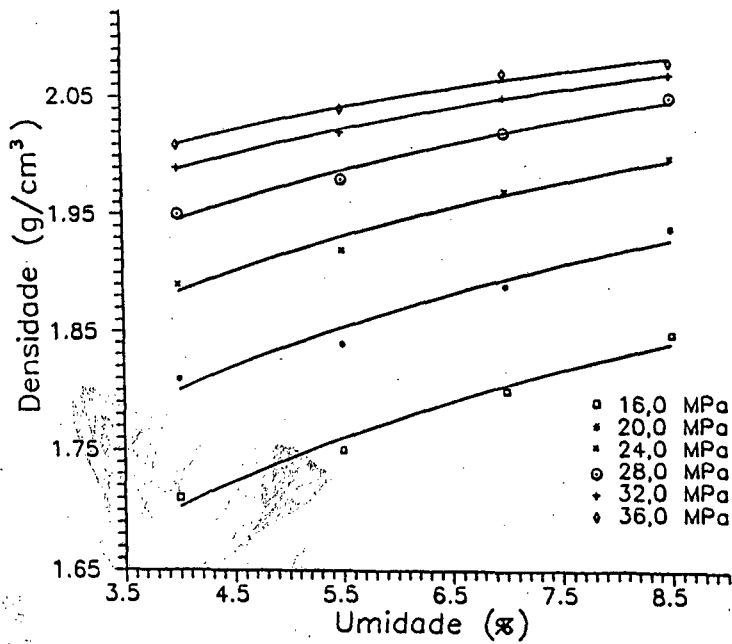
Para uma mesma umidade de compactação a densidade a seco cresce com a pressão de compactação. Isto deve-se ao fato que o número de contatos entre as partículas aumenta à medida que se aumenta a pressão de compactação.

Para se obter uma correlação empírica entre a umidade de compactação ( $X_c$ ) e densidade a seco ( $\rho_s$ ) ajustou-se os resultados experimentais mediante um polinômio de potências, dada a forma das curvas da figura 21. Chegou-se aos resultados da tabela 7.

Seguindo-se os passos o item 4.2.3 ( traçando curvas e ajustado-as convenientemente ), chegou-se à uma equação mais abrangente. Esta relaciona a densidade a seco com pressão e umidade de compactação, como a seguir:

Tabela 6 - Variação da densidade com a pressão e a umidade.

P [MPa] \ Xc [%]	4,0	5,5	7,0	8,5
16,0	1,71	1,75	1,80	1,8
20,0	1,81	1,84	1,89	1,94
24,0	1,89	1,92	1,97	2,00
28,0	1,95	1,98	2,02	2,05
32,0	1,99	2,02	2,05	2,07
36,0	2,01	2,04	2,07	2,08

Figura 21 - Variação de  $\rho_s$  com Xc para distintas pressões

$$\rho_s = 0,431 \cdot \exp(0,103 \cdot X_c) + (0,626 \cdot X_c^{-0,336}) \ln P$$

Tabela 7 - Relação entre  $\rho_s$  e  $X_c$  para pressões distintas

P [MPa]	Equação interpolada
36	$\rho_s = 1,883 \cdot X_c^{0,047}$
32	$\rho_s = 1,848 \cdot X_c^{0,053}$
28	$\rho_s = 1,773 \cdot X_c^{0,067}$
24	$\rho_s = 1,693 \cdot X_c^{0,077}$
20	$\rho_s = 1,586 \cdot X_c^{0,091}$
16	$\rho_s = 1,475 \cdot X_c^{0,104}$

#### 4.2.2 INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA

Para o estabelecimento da influência da granulometria foram escolhidas as seguintes faixas de tamanho: 840 a 590, 590 a 177 e 177 a 75  $\mu\text{m}$ . À estas faixas denominou-se, genericamente, grosso, médio e fino, respectivamente.

O método utilizado para variar a granulometria foi o aumento do teor de uma das faixas, sendo o restante dividido igualmente entre as duas faixas granulométricas restantes.

Na tabela 8 e figura 22 encontrou-se os valores percentuais adotados para as granulometrias fina, média e grossa.

O procedimento aqui adotado para a determinação de  $\rho_s$  foi o mesmo do item anterior. A pressão de compactação utilizada foi constante e igual

Tabela 8 - Frações de cada faixa granulométrica

Código	Fino [%]	Médio [%]	Grosso [%]
CG1	100	0	0
CG2	80	10	10
CG3	60	20	20
CG4	45	27,5	27,5
CG5	15	42,5	42,5
CG6	0	50	50
CG7	0	100	0
CG8	10	80	10
CG9	20	60	20
CG10	27,5	45	27,5
CG11	42,5	15	42,5
CG12	50	0	50
CG13	0	0	100
CG14	10	10	80
CG15	20	20	60
CG16	27,5	27,5	45
CG17	42,5	42,5	15
CG18	50	50	0
CG19	33,3	33,3	33,3



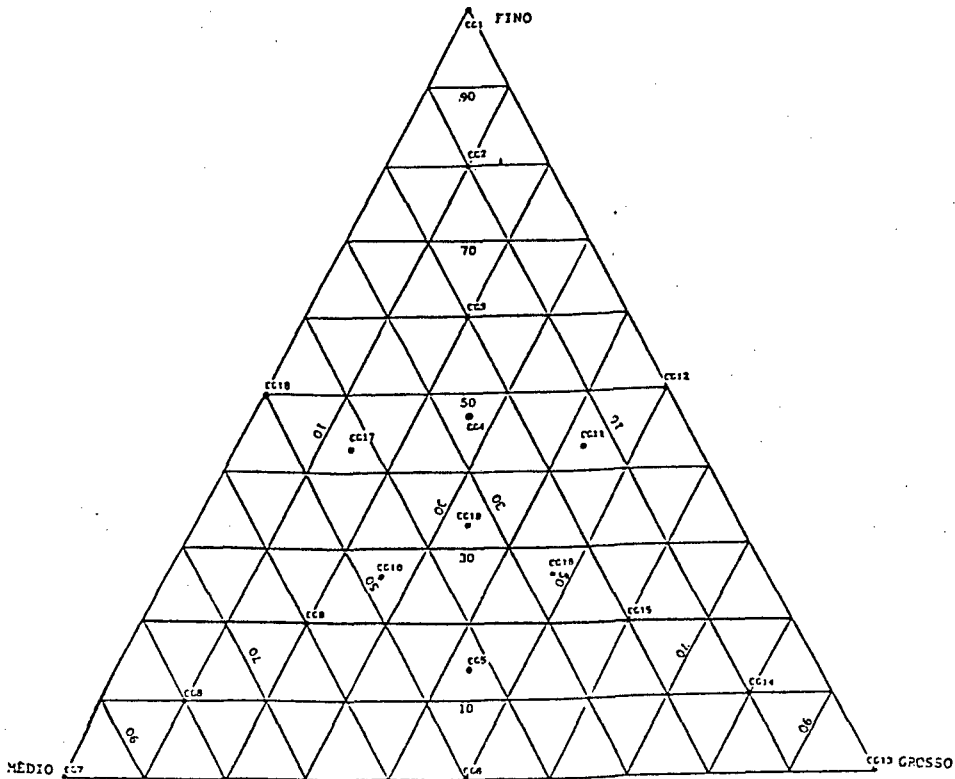


Figura 22 - Diagrama ternário das frações granulométricas

a 30,0 MPa. A umidade também foi mantida constante e igual a 5,5 %. Os valores obtidos encontrou-se na tabela 9 e na figura 23.

Do exame dos resultados nota-se que:

- entre 30 e 45 % as tres curvas se aproximam;
- a granulometria média é a que apresenta melhores valores de densidade a seco;
- as granulometrias fina e grossa apresentam resultados muito próximos, com pequena dispersão entre elas, em teores abaixo de 30 %;
- quando temos duas granulometrias com teores iguais a 50 % (consequentemente a terceira apresentará o teor de 0 %), a densidade a seco, desta mistura, tende a ser próxima (mas ainda abaixo) a da terceira granulometria quando a 100 %;
- o valor mais baixo de densidade a seco ocorre quando as tres granulometrias estão em equilíbrio (33,3 %);
- estes resultados estão de acordo com o aqueles relatados no item 4.1.2.

A observação da superfície de fratura em Microscopia Eletrônica

Tabela 9 - Densidade a seco em função das faixas granulométricas fino, médio e grosso.

Código	$\rho_s$ [g/cm <sup>3</sup> ]	Código	$\rho_s$ [g/cm <sup>3</sup> ]
CG1	1,94	CG11	1,93
CG2	1,91	CG12	1,96
CG3	1,87	CG13	1,94
CG4	1,83	CG14	1,92
CG5	1,84	CG15	1,87
CG6	1,91	CG16	1,83
CG7	1,99	CG17	1,86
CG8	1,97	CG18	1,88
CG9	1,89	CG19	1,79
CG10	1,83		

de Varredura (MEV) dos compactados formados a partir de grânulos de distintas frações granulométricas, pode explicar as diferentes densidades, para cada mistura.

Quando comparamos os compactados obtidos a partir de misturas contendo 100 % de grânulos grossos, médios ou finos, o que se nota é a presença de um volume maior de poros nas misturas de grossos e de finos, do que nos médios ( figuras 24, 25 e 26 ). Isto, por um lado, pode ser creditado à forma irregular de boa parte dos grânulos grossos, induzindo a

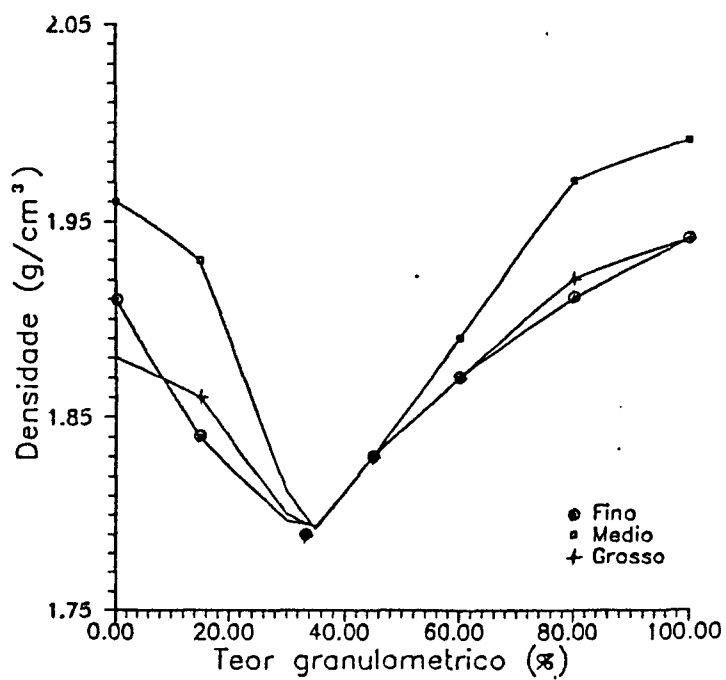


Figura 23 - Densidade a seco em função do teor de finos, médios e grossos.



Figura 24 - Granulometria grossa

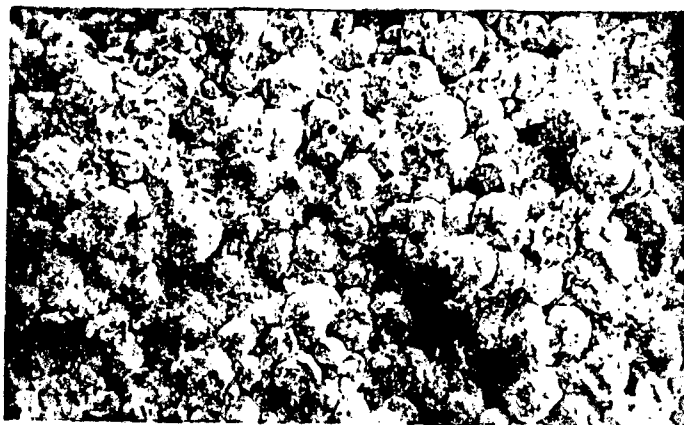


Figura 25 - Granulometria fina



Figura 26 - Granulometria média

um pior empacotamento, e, por outro lado, a pouca deformabilidade dos grânulos finos. Os tamanhos médios apresentam, comparativamente, deformabilidade maior do que os finos, e regularidade de forma e estado da superfície melhor que os grossos, além de uma melhor escoabilidade ( item 4.1.2 ).

A observação do compactado na proporção em peso de 1/3 de grossos, 1/3 de médios e 1/3 de finos ( figura 27 ), mostra certa união de grânulos, a qual é inversamente proporcional ao tamanho ( a técnica de mistura e homogeneização, assim como o de enchimento da matriz, foram os mesmos para todos os casos ). Assim, há a geração de "aglomerado de grânulos" irregulares, acentuando o problema de porosidade. Com a forma irregular ( muito pior do que a dos grãos grossos ) o empacotamento é péssimo assim como sua escoabilidade ( item 4.1.2 ).

Já no caso de duas misturas divididas igualmente em 50 % ( sendo a terceira inexistente ), a tendência é o dos grânulos menores envolverem as maiores ( figura 28 ). Esse papel é melhor desempenhado pelos finos, que conseguem envolver com mais eficácia as partículas maiores. Devido à diferença de tamanho, mistura grosso-fino é a que apresenta melhores resultados. Os resultados pioram à medida em que diminui a diferença de tamanho entre as granulometrias ( a mistura grosso-médio é pior que a

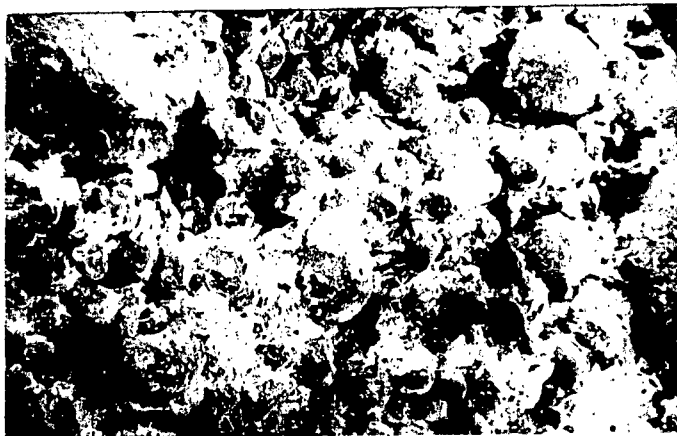


Figura 27 - Granulometria em proporções iguais ( 1/3 de cada )



Figura 28 - Granulometria com metade de grossos e metade de finos

grosso-fino, mas melhor que a médio-fino ).

### 4.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA

#### 4.3.1 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO E UMIDADE

Em peças com baixo teor de umidade na compactação, e portanto menos deformáveis, o colapso se dá pelo aparecimento de uma trinca central, no plano diametral ( figura 29 ). Segundo alguns investigadores [ 25, 26 ] a aplicação de uma carga  $F_a$  a um corpo de prova (CP) cilíndrico

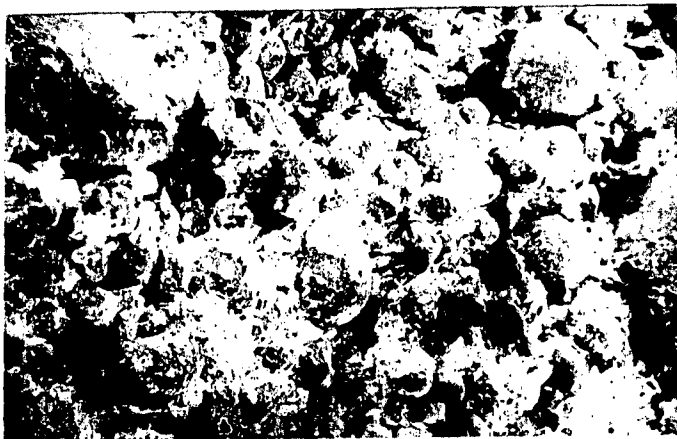


Figura 27 - Granulometria em proporções iguais ( 1/3 de cada )



Figura 28 - Granulometria com metade de grossos e metade de finos

grosso-fino, mas melhor que a médio-fino ).

### 4.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA

#### 4.3.1 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO E UMIDADE

Em peças com baixo teor de umidade na compactação, e portanto menos deformáveis, o colapso se dá pelo aparecimento de uma trinca central, no plano diametral ( figura 29 ). Segundo alguns investigadores [ 25, 26 ] a aplicação de uma carga  $F_a$  a um corpo de prova (CP) cilíndrico

provoca o esforço de tração  $\sigma_t$ , que pode produzir a ruptura da peça em seu plano diametral. Além disso, em determinados casos, um campo de tensões tração/compressão ( $\tau$ ) em forma de cone ( triângulo da figura 29 ) pode ocasionar o desenvolvimento de trincas na direção de  $\tau$ . Dificilmente  $\tau$  levará o corpo ao colapso. Em quase todos os CP's ensaiados este tipo de comportamento foi observado, confirmando a validade destes mecanismos de fratura e deformação.

Em CP's verdes ( sem secar ), ensaiados como teste, observou-se deformações na direção de aplicação da carga  $F_a$ . Neste caso, o teor elevado de umidade levou-os a apresentar uma considerável deformação.

Os procedimentos, em relação a obtenção dos CP's ( umidade e pressão de compactação ) foram os mesmos do item 4.2.1. Na tabela 10 se encontram os valores médios dessa propriedade ( e os individuais no anexo 3). Na figura 30 estão representadas as curvas  $\sigma_s$  em função de  $X_c$ , para cada uma das pressões.

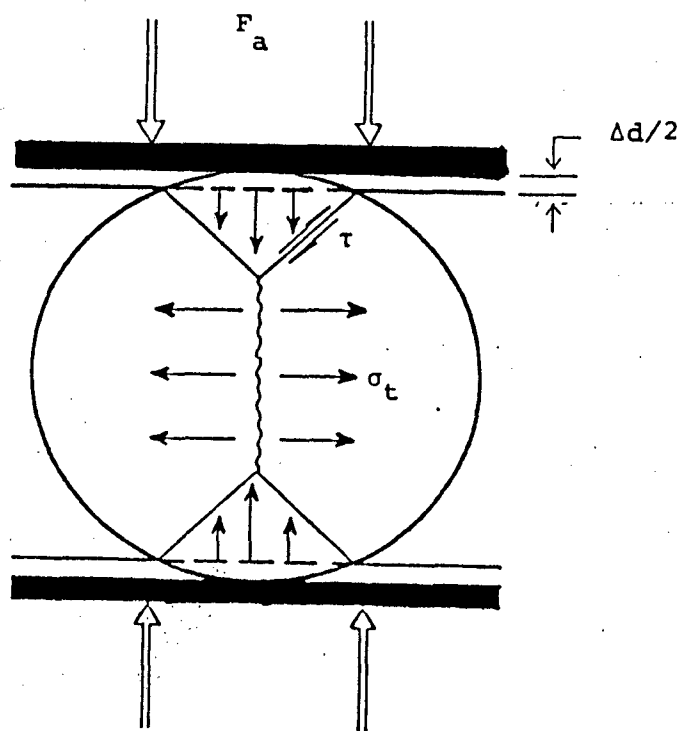


Figura 29 - Distribuição esquemática de tensões em um cilindro comprimido entre dois planos paralelos.

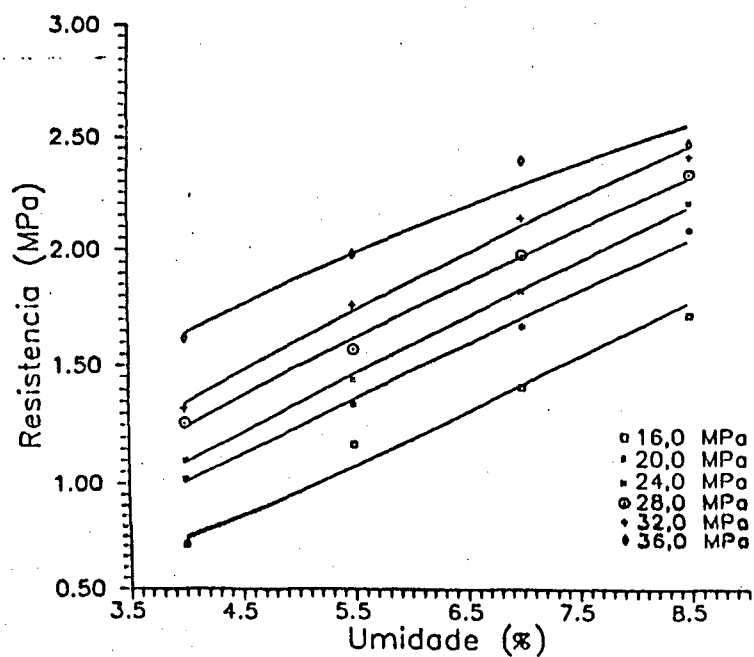


Figura 30 - Variação da resistência mecânica a seco com a umidade, para distintas pressões

Tabela 10 - Variação da resistência mecânica com a pressão e umidade.

P [MPa] \ Xc [%]	4,0	5,5	7,0	8,5
16,0	0,71	1,17	1,41	1,72
20,0	1,01	1,34	1,67	2,09
24,0	1,10	1,44	1,82	2,21
28,0	1,26	1,57	1,98	2,34
32,0	1,32	1,76	2,14	2,42
36,0	1,62	1,98	2,41	2,48



Comparando estes resultados com os obtidos para a densidade a seco ( item 4.2.1 ) observa-se que, em termos de tendência, são muito parecidos. Da figura 30 pode-se concluir:

- para cada teor de umidade de compactação constante a resistência mecânica a seco ( $\sigma_s$ ) aumenta com a pressão de compactação ( assim como a densidade a seco )
- para cada pressão de compactação a  $\sigma_s$  ( como a  $\rho_s$  ) aumenta com o aumento do teor de umidade de compactação.

Essa semelhança de comportamento da  $\sigma_s$  e da  $\rho_s$  confirma que as duas estão intimamente relacionadas. Isto deve-se a que, com o aumento da área de contato entre as partículas, há um evidente aumento da  $\rho_s$  ( menor volume com a mesma massa ), e também aumenta a  $\sigma_s$  ( maior área de contato ).

Assim como para  $\rho_s$ , pode-se estabelecer uma relação empírica entre a umidade de compactação ( $X_c$ ) e resistência mecânica a seco ( $\sigma_s$ ), ajustando-se os resultados experimentais a um polinômio de potências, a partir das curvas da figura 15. A tabela 11 apresenta estes resultados.

Seguindo-se os passos o item 4.1.2.3 e 4.2.1 ( traçando curvas e ajustado-as convenientemente ), chegou-se à uma equação mais abrangente. Esta relaciona a resistência mecânica a seco com a pressão e a umidade de compactação, como segue:

$$\sigma_s = 0,002 \cdot X_c^{2,534} \cdot P^{1,385} \cdot \exp(-0,123 \cdot X_c)$$

#### 4.3.2 INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA

As frações granulométricas aqui utilizadas foram as mesmas estabelecidas no item 4.2.2, e os resultados também são semelhantes aos obtidos para a densidade a seco. Na tabela 12 e figura 31 se expõe esses

Tabela 11 - Relação entre  $\sigma_s$  e  $X_c$  para pressões distintas

P [MPa]	Equação interpolada
36	$\sigma_s = 0,718 \cdot X_c^{0,596}$
32	$\sigma_s = 0,811 \cdot X_c^{0,434}$
28	$\sigma_s = 0,829 \cdot X_c^{0,393}$
24	$\sigma_s = 0,926 \cdot X_c^{0,302}$
20	$\sigma_s = 0,941 \cdot X_c^{0,273}$
16	$\sigma_s = 1,152 \cdot X_c^{0,151}$

resultados.

Do exame dos resultados nota-se que:

- entre 30 e 45 % as tres curvas se aproximam;
- a granulometria média é a que apresenta melhores valores de resistência mecânica a seco;
- as granulometrias fina e grossa apresentam resultados muito próximos, com pequena dispersão, entre elas, em teores abaixo de 30 %;
- quando temos duas granulometrias com teores iguais a 50 % ( consequentemente a terceira apresentará o teor de 0 % ), a resistência mecânica a seco, desta mistura, tende a ser próxima ( mas ainda abaixo ) a da terceira granulometria quando a 100 %;
- o valor mais baixo de resistência mecânica a seco ocorre quando as tres granulometrias estão em equilíbrio ( 33,3 % );
- estes resultados estão de acordo com o os obtidos no item 4.1.2.

A resistência, como já mencionado, é afetada da mesma forma que a densidade, mas nesse caso, outras observações podem ser feitas. A resistência mecânica é influenciada pelo volume de poros e pela forma deles. Assim, há uma grande dispersão de valores quando usa-se 100 % de

Tabela 12 - Resistência mecânica a seco para distintas granulometrias

Código	$\sigma_s$ [MPa]	Código	$\sigma_s$ [MPa]
CG1	1,41	CG11	1,41
CG2	1,41	CG12	1,51
CG3	1,31	CG13	1,43
CG4	1,28	CG14	1,40
CG5	1,25	CG15	1,34
CG6	1,43	CG16	1,30
CG7	1,58	CG17	1,34
CG8	1,55	CG18	1,34
CG9	1,30	CG19	1,14
CG10	1,28		

grossos, médios e finos ( há mais poros irregulares em grossos e finos, do que nos médios ). Quando se usa só grossos e finos ( 50 % de cada ) tem-se valores de resistência melhores do que na situação de 100 % de grossos ou finos ( embora sua densidade esteja próxima ). O mesmo ocorre do envolvimento das partículas grossas pelas finas, formando locais com tendência de barrar o crescimento de trincas ( os finos envolvem os grossos, com uma forma tendendo à esférica ).

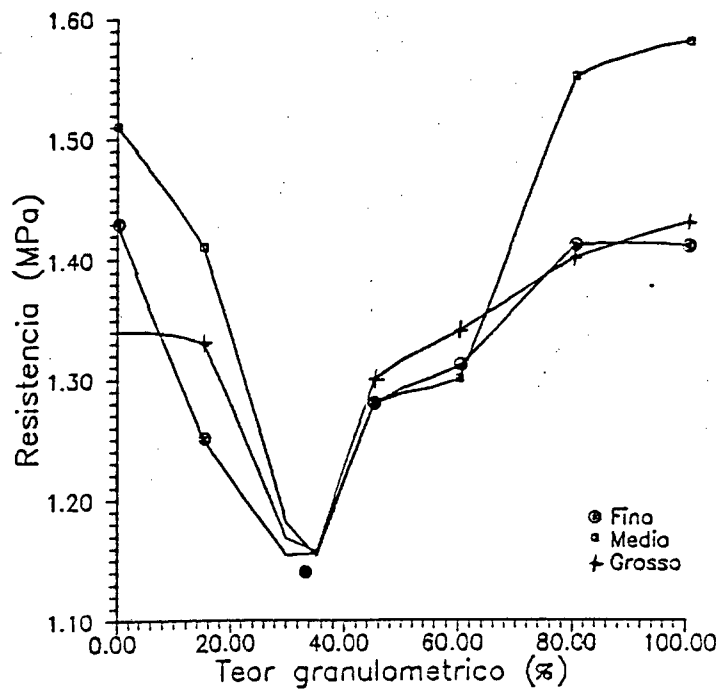


Figura 31 - Resistência mecânica a seco em função do teor de finos, médios e grossos

## 5 CONCLUSÕES

Dos resultados obtidos, ao estudar a influência das variáveis umidade, pressão e granulometria, sobre o desenvolvimento da etapa de compactação e sobre as propriedades da peça crua, se deduz que:

- a fluidez do grânulo atomizado diminui à medida que se aumenta a umidade, sendo esse efeito muito mais pronunciado para valores de umidade superiores a 5,5 % ( $\text{kg}_{\text{água}} / \text{kg}_{\text{seco}}$ );

- as frações granulométricas, que apresentaram máxima fluidez, são as compreendidas entre 150 e 420  $\mu\text{m}$ , sendo que as muito finas ou muito grossas acusaram sensível queda de fluidez;

- o aumento da densidade do leito de pó, grânulo na compactação, se dá de acordo com o modelo proposto por Reed;

- a pressão de fluência do grânulo aumenta à medida que diminui sua umidade de compactação;

- a pressão de união do grânulo diminui à medida que aumenta seu teor de umidade de compactação;

- exceto para valores altos de pressão e umidade, que estão fora do intervalo normalmente utilizado na indústria, obteve-se uma equação empírica que descreve a variação da densidade do leito de pó, durante a fase de compactação, com a pressão e umidade;

- para cada pressão de compactação existe uma umidade crítica para a qual a densidade a seco alcança valor máximo;

- a densidade a seco é maior para granulometrias médias e mínima quando há uma paridade entre os teores de grãos finos, médios e grossos;

- a densidade a seco cresce com a pressão e a umidade;

- para valores próximos aos usados na indústria, obteve-se uma equação empírica que descreve a variação da densidade a seco com a pressão e umidade;

- para cada pressão de compactação existe uma umidade crítica para a

qual a resistência mecânica a seco alcança valor máximo;

- a resistência mecânica a seco é maior para granulometrias médias e mínima quando há uma paridade entre os teores de grãos finos, médios e grossos;

- a resistência mecânica a seco cresce com a pressão e a umidade;

- para valores próximos aos usados na indústria, obteve-se uma equação empírica que descreve a variação da resistência mecânica a seco com a pressão e umidade;

- o comportamento da resistência mecânica a seco é idêntico ao da densidade a seco.

Assim sendo, observa-se que em relação à granulometria, o melhor seria a adoção, na indústria, de uma faixa intermediária, eliminando-se pós muito finos e muito grossos. Em relação a umidade de compactação os teores mais indicados se situam na faixa de 5,0 a 6,0 % . Isto porque nesta faixa temos a melhor relação fluidez e resistência mecânica e densidade a seco. Já quanto a pressão de compactação, as pressões mais elevadas levam a valores mais favoráveis de resistência mecânica e densidade a seco, ficando esta limitada pela capacidade das prensas ou a produtividade.

## ANEXO 1

## Valores individuais do diagrama de compactação

P [MPa]	Umidade de 4,0%				
2,0	1,64	1,65	1,64	1,66	1,65
4,0	1,69	1,70	1,69	1,71	1,70
6,0	1,71	1,72	1,71	1,73	1,71
8,0	1,73	1,74	1,73	1,75	1,74
10,0	1,77	1,78	1,77	1,79	1,78
12,0	1,80	1,81	1,80	1,82	1,81
16,0	1,86	1,87	1,86	1,88	1,87
20,0	1,92	1,93	1,92	1,94	1,93
24,0	1,95	1,96	1,95	1,97	1,96
28,0	1,97	1,98	1,97	1,99	1,98
32,0	2,00	2,01	2,00	2,02	2,01
36,0	2,02	2,03	2,02	2,04	2,03
40,0	2,04	2,05	2,04	2,06	2,05
50,0	2,12	2,12	2,12	2,12	2,12
60,0	2,17	2,17	2,17	2,17	2,17

P [MPa]	Umidade de 5,5%				
2,0	1,67	1,65	1,65	1,66	1,67
4,0	1,70	1,69	1,69	1,71	1,70
6,0	1,73	1,72	1,71	1,73	1,71
8,0	1,76	1,74	1,74	1,75	1,76
10,0	1,81	1,79	1,79	1,80	1,79
12,0	1,85	1,83	1,83	1,84	1,85
16,0	1,90	1,88	1,88	1,89	1,90
20,0	1,97	1,95	1,95	1,96	1,97
24,0	2,00	1,98	1,98	1,99	2,00
28,0	2,02	2,00	2,00	2,01	2,02
32,0	2,04	2,02	2,02	2,03	2,04
36,0	2,07	2,05	2,05	2,06	2,07
40,0	2,09	2,07	2,07	2,08	2,09
50,0	2,15	2,15	2,15	2,15	2,15
60,0	2,17	2,17	2,17	2,17	2,17

P [MPa]	Umidade de 7,0%				
2,0	1,67	1,67	1,66	1,66	1,67
4,0	1,71	1,71	1,70	1,70	1,71
6,0	1,73	1,73	1,72	1,73	1,72
8,0	1,76	1,77	1,77	1,77	1,76
10,0	1,81	1,82	1,82	1,81	1,82
12,0	1,85	1,86	1,86	1,86	1,85
16,0	1,91	1,92	1,92	1,92	1,91
20,0	1,97	1,98	1,98	1,98	1,97
24,0	2,01	2,02	2,02	2,02	2,01
28,0	2,05	2,04	2,05	2,04	2,05
32,0	2,07	2,07	2,08	2,08	2,07
36,0	2,10	2,10	2,09	2,09	2,10
40,0	2,12	2,12	2,12	2,12	2,12
50,0	2,18	2,18	2,18	2,18	2,18
60,0	2,19	2,19	2,19	2,19	2,19

P [MPa]	Umidade de 8,5%				
2,0	1,67	1,68	1,67	1,66	1,67
4,0	1,70	1,71	1,71	1,71	1,70
6,0	1,73	1,74	1,74	1,75	1,74
8,0	1,77	1,78	1,79	1,78	1,78
10,0	1,83	1,84	1,85	1,84	1,84
12,0	1,87	1,88	1,89	1,87	1,87
16,0	1,94	1,95	1,96	1,95	1,95
20,0	2,00	2,01	2,02	2,01	2,01
24,0	2,04	2,05	2,06	2,05	2,05
28,0	2,07	2,08	2,09	2,08	2,08
32,0	2,09	2,10	2,11	2,10	2,10
36,0	2,11	2,12	2,13	2,12	2,12
40,0	2,14	2,14	2,15	2,14	2,14
50,0	2,17	2,17	2,17	2,17	2,17
60,0	2,17	2,17	2,17	2,17	2,17



## ANEXO 2

Valores individuais de densidade a seco para pressões e umidades distintas

P [MPa]	Umidade de 4,0%				
16,0	1,70	1,72	1,72	1,70	1,71
20,0	1,80	1,82	1,82	1,80	1,81
24,0	1,88	1,90	1,90	1,89	1,89
28,0	1,94	1,96	1,96	1,94	1,95
32,0	1,98	2,00	2,00	1,98	1,99
36,0	2,00	2,02	2,02	2,00	2,01

P [MPa]	Umidade de 5,5%				
16,0	1,76	1,76	1,74	1,74	1,75
20,0	1,85	1,85	1,83	1,83	1,84
24,0	1,93	1,93	1,91	1,91	1,92
28,0	1,99	1,99	1,98	1,98	1,97
32,0	2,03	2,03	2,01	2,01	2,02
36,0	2,05	2,05	2,03	2,03	2,04

P [MPa]	Umidade de 7,0%				
16,0	1,80	1,80	1,80	1,81	1,79
20,0	1,89	1,89	1,89	1,90	1,88
24,0	1,97	1,97	1,97	1,98	1,96
28,0	2,02	2,02	2,02	2,03	2,01
32,0	2,05	2,05	2,06	2,06	2,04
36,0	2,07	2,07	2,07	2,07	2,07

P [MPa]	Umidade de 8,5%				
16,0	1,85	1,85	1,84	1,86	1,86
20,0	1,94	1,94	1,93	1,95	1,95
24,0	2,00	2,00	1,99	2,01	2,01
28,0	2,05	2,05	2,04	2,06	2,06
32,0	2,07	2,07	2,06	2,08	2,08
36,0	2,08	2,08	2,07	2,09	2,09

## ANEXO 3

Valores individuais de resistência mecânica a seco para pressões e umidades distintas

P [MPa]	Umidade de 4,0%				
16,0	0,71	0,70	0,71	0,73	0,71
20,0	1,01	1,00	1,00	1,03	1,01
24,0	1,10	1,08	1,09	1,12	1,10
28,0	1,26	1,24	1,25	1,28	1,26
32,0	1,32	1,30	1,31	1,34	1,32
36,0	1,62	1,60	1,61	1,64	1,62

P [MPa]	Umidade de 5,5%				
16,0	1,16	1,16	1,17	1,17	1,16
20,0	1,33	1,34	1,33	1,33	1,34
24,0	1,43	1,44	1,43	1,43	1,44
28,0	1,56	1,57	1,56	1,56	1,97
32,0	1,75	1,76	1,75	1,75	1,76
36,0	1,97	1,98	1,97	1,97	1,98

P [MPa]	Umidade de 7,0%				
16,0	1,41	1,42	1,40	1,41	1,41
20,0	1,67	1,66	1,67	1,68	1,66
24,0	1,82	1,81	1,82	1,82	1,83
28,0	1,98	1,97	1,99	1,98	1,99
32,0	2,14	2,15	2,14	2,15	2,14
36,0	2,41	2,42	2,40	2,41	2,41

P [MPa]	Umidade de 8,5%				
16,0	1,71	1,72	1,72	1,72	1,71
20,0	2,08	2,09	2,09	2,09	2,08
24,0	2,20	2,21	2,21	2,21	2,20
28,0	2,33	2,34	2,34	2,34	2,33
32,0	2,41	2,42	2,42	2,42	2,41
36,0	2,47	2,47	2,48	2,48	2,48

## BIBLIOGRAFIA

- 1 - BIFFI, G., SAVORANI, G. *Ceramica*, 34 (218), 45-60, 1988.
- 2 - BENLLOCH, A. E., ALBARO, J. L. A., NAVARRO, J. E. *Ceramica Informacion*, 84, 211-20, 1981.
- 3 - NAVARRO, J. E., ALBARO, J. L. A., FUSTER, M. M. Tecnologia Ceramica, 2<sup>o</sup> vol., Universidad de Valencia, Valencia, 1985.
- 4 - ALBARO, J. L. A. Pastas ceramicas para pavimentos de monococcion - Influencia de las variables de prensado sobre las propiedades de la pieza em crudo y sobre su comportamiento durante el prensado y la coccion. Tesis Doctoral, Valencia, 1987.
- 5 - BARÃO, A. S. Metalurgia do po, 2<sup>a</sup> ED., Volta Redonda, Centro Acadêmico 17 de Julho, 56-7 p., 1966.
- 6 - FURNAS, C. C., *Ind. Eng. Chem.*, 23 (9), 1052-8, 1931.
- 7 - WESTMAN, A. E. R., HUNGILL, H. R., *J. Am. Ceram. Soc.*, 13 (10), 767-79, 1930.
- 8 - LEWIS, H. D., GOLDMAN, A. J., *J. Am. Ceram. Soc.*, 19 (6), 323-7, 1966.
- 9 - LUKASIEWICZ, S. J., REED, J. S., *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 57 (9), 798-805, 1978.
- 10 - DIMILIA, R. A., REED, J. S., *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 62 (4), 484-8, 1983.
- 11 - YOUSHAU, R. A., HALLORAN, J. W., *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 61 (2), 227-30, 1982.
- 12 - MESSING, G. L., MARKOFF, C. J., McCOY, L. J., *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 61 (8), 857-9, 1982.
- 13 - NIESS, C. W., MESSING, G. L., *J. Am. Ceram. Soc.*, 67 (4), 301-4, 1984.
- 14 - FREY, R. G., HALLORAN, J. W., *J. Am. Ceram. Soc.*, 67 (3), 199-203, 1984.
- 15 - LANGE, F. F., *J. Am. Ceram. Soc.*, 67 (2), 83-9, 1984.
- 16 - KAWAKITA, K., LUDDE, K., *Powder technology*, 4, 61-8, 1970-1971.

- 17 - WEST, H. W. H., Trans. Brit. Ceram. Soc., 54, 543-69, 1955.
- 18 - NOBLE, W., WILLIAMS, A. N., CLEWS, F. H., Trans. Brit. Ceram. Soc., 57 (7), 414-51, 1958.
- 19 - HUTCHINSON, W., WILLIAMSON, W., Am. Ceram. Soc. Bull., 48 (2), 198-202, 1969.
- 20 - TURBETT, P. U., Am. Ceram. Soc. Bull., 42 (1), 21-2, 1963.
- 21 - WEST, R. R., CZPLINSKI, W. J., FRANKSON, R. W., Am. Ceram. Soc. Bull., 48 (2), 209-13, 1969.
- 22 - ANWYL, R. H., Am. Ceram. Soc. Bull., 40 (6), 359-61, 1961.
- 23 - THIEMACKE, H. J., J. Am. Ceram. Soc., 19, 67-70, 1936.
- 24 - BLOOR, E. C., Trans. Brit. Ceram. Soc., 56, 423-81, 1957.
- 25 - CLAUSSEN, N. J. JAHN, J., Powder Metallurgy International, 2 (3), 87-90, 1970.
- 26 - WYNNYCKYI, J. R., Can. J. Chem. Eng., 63 (8), 591-7, 1985.
- 27 - ALBARO, J. L., BENLLOCH, A. E., PORCAR, V. B., NAVARRO, J. E., *Tecnica Ceramica*, 118, 1307-14, 1983.
- 28 - ALBARO, J. L. A., PORCAR, V. B., FUENTES, A. B., MINGARRO, C. F., SANCHO-TELLO, M., *Tecnica Ceramica*, 146, 1234-46, 1983.
- 29 - ALBARO, J. L. A., FUENTES, A. B., NAVARRO, J. E., PORCAR, V. B., BENLLOCH, A. E., *Tecnologia Ceramica*, 105, 792-812, 1982.
- 30 - BRUCH, C. A., Am. Ceram. Soc. Bull., 41 (12), 799-806, 1962.