



## **Dilatometria da Zircônia pelo Processo de Colagem de Barbotina em Moldes de Gesso para Eixos no DAV**

Florentino da Silva PC§, Campos Filho W§, Ortega F†, Araki SY§  
Bock EGP§

§*Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, Campus São Paulo.*  
† *Centro Universitário FEI, Campus São Bernardo do Campo.*

**Resumo.** Em continuidade ao estudo tribológico dos eixos de material cerâmico, desenvolvidos para um dispositivo de assistência ventricular (DAV); este artigo tem como objetivo estudar do comportamento de retração do material cerâmico Zircônia ( $ZrO_2$ ) pelo processamento de colagem de barbotina e sinterização para otimizar os parâmetros do processo de fabricação, que é determinante na obtenção das propriedades finais do material cerâmico. Analisou-se o processo, que consiste em depositar a suspensão da cerâmica em moldes de gesso, na qual ocorre a absorção da água pelo gesso, e após cura retira-se o material cerâmico à verde do molde, para então ser sinterizadas em forno. Realizou-se a dilatometria em um dos corpos de prova para analisar o comportamento de retração da cerâmica durante a sinterização, em ambiente controlado, na qual o dilatômetro realiza a análise até atingir a temperatura de  $1600^\circ C$ , este ciclo corresponde a 3 horas. E em paralelo foi sinterizado o corpo de prova no forno, à temperatura de  $1550^\circ C/2h$  conforme parâmetros estabelecidos pela literatura. Desta maneira, buscou-se obter uma análise comparativa com a finalidade de avaliar a faixa de temperatura em que o material tem maior taxa de densidade com menor perda de massa; os valores da retração da zircônia foram divergentes entre a dilatometria e a queima em forno, em um percentual de 2,05%; os ensaios contribuiram para determinação dos moldes e cálculo do coeficiente de expansão térmica. Os resultados obtidos comprovam a viabilidade do processo de colagem de barbotina na confecção dos eixos cerâmicos, e com esses resultados espera-se em trabalhos futuros realizar um comparativo das propriedades mecânicas dos eixos obtidos por usinagem de blocos pré-sinterizado e colagem de barbotina.

**Palavras-chave.** *Zircônia, eixo cerâmico, processo colagem de barbotina, dilatometria e retração.*

**Abstract.** In continuity to the tribological study of the axis of ceramic material, developed for a ventricular assist device (VAD); This paper aims to study the retraction behavior of the Zirconia ( $ZrO_2$ ) ceramic material by the fin and sinter processing to optimize the parameters of the manufacturing process, which is determinant in the behavior of the final properties of the ceramic material. Process for analyzing gypsum molds, in which the water is removed by the plaster, and after curing the ceramic material is removed to the mold, then sintered in an oven. Dilation was carried out in one of the test specimens to analyze the ceramic bearing behavior during a sintering in a controlled environment in which the dilator performed the

reflection to reach a temperature of 2912°F, this cycle corresponds to 3 hours. In parallel, the furnace was sintered at 2822°F/2h, as established by the literature. In this way, a comparative analysis was carried out with the purpose of evaluating the temperature range in the material with the highest density rate with the lowest mass loss; the values of the zirconia retraction were divergent between a dilation and a burnt in the oven, in a percentage of 2.05%; the tests contributed to the determination of the molds and calculated the coefficient of thermal expansion. The results obtained proved the feasibility of slip casting in the construction of the ceramic axis, and the results of their pre-sintered properties and slip casting.

**Keywords.** *Zirconia, ceramic axis, slip casting process, dilatometry and retraction.*

**Introdução.** O laboratório de Bioengenharia e Biomateriais do IFSP vêm desenvolvendo pesquisas para confecção de um Dispositivo de Assistência Ventricular (DAV) brasileiro. Esses dispositivos proporcionam auxílio no bombeamento de fluxo contínuo do sangue para a aorta substituindo as atividades do ventrículo, com propósito de dar suporte à vida de pacientes que estão na fila do transplante cardíaco (1,2). Em continuidade aos estudos desenvolvidos nesta área, propõem-se a análise dos componentes de rolamento de contato utilizados para suportar os rotores da bomba que movimenta o fluxo sanguíneo, os eixos cerâmicos.

A Zircônia ( $ZrO_2$ ) possui potencial em muitas aplicações como biomaterial devido a sua alta resistência mecânica e tenacidade à fratura (3). Iniciaram-se pesquisas como biomaterial no uso clínico na artroplastia total do quadril, posteriormente introduzida na odontologia (4) e em estudos mais recentes aplicados em componentes de dispositivos de assistência ventricular (5). A cerâmica Zircônia, após sinterização adequada conforme parâmetros estabelecidos possuem altas densidades e microestrutura controladas, garantindo alto desempenho mecânico (6). Ressalta-se que suas propriedades mecânicas dependem do seu tamanho de grão, que se desenvolve na fase de sinterização da cerâmica (7).

Desta forma, a metodologia do processo de fabricação e o formato da peça são determinantes na obtenção das propriedades finais do material cerâmico.

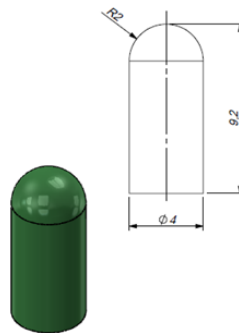
O processo colagem de barbotina é um processo muito antigo e largamente empregado na produção de peças cerâmicas devido à sua relativa simplicidade e baixo custo de investimento. Normalmente descrito como a consolidação de partículas cerâmicas de uma suspensão coloidal, através da remoção da parte líquida, por um molde absorvente (8). Ou seja, a suspensão da parte líquida, água destilada e dispersante, são retirados por meio de um molde poroso, neste caso o gesso. Entre as vantagens deste método destaca-se a obtenção de formas relativamente complexas, com paredes finas e uniformes, com baixa porosidade e, conseqüente, maior densidade e melhores propriedades mecânicas (9,10).

Este artigo tem como objetivo avaliar os coeficientes de retração da Zircônia para o Processo de Colagem de Barbotina e verificar se os resultados obtidos nos ensaios são

equivalentes. Através dos parâmetros dimensionais para os moldes dos eixos de Zircônia do DAV, com uso da análise dilatométrica e dados obtidos após sinterização em forno.

**Materiais e métodos.** A metodologia para obtenção dos corpos de prova foi pelo Processo de Colagem de Barbotina (6). Preparou-se a suspensão equacionada de água, dispersante comercial de poliacrilato de sódio e pó de Zircônia, e para obtenção da mistura homogênea aplicou-se ao processo no moinho de bolas (*Process Ball Milling*), na rotação de 50 rpm/30 minutos. Através do processo colagem de barbotina a suspensão não sofre compactação, neste caso é somente depositada no molde de gesso. Em estufa ocorre o processo de secagem, na qual o gesso absorve a fase líquida, à temperatura de 49°C/24 horas, até obter a massa constante (cerâmica a verde).

Para este ensaio foram confeccionados corpos de prova da cerâmica Zircônia estabilizada por ítria 8% (Y-TZP) em moldes de gesso pelo processo citado acima. O perfil dimensional do corpo de prova segue os parâmetros, conforme Fig. 1.



**Figura 1.** Perfil dimensional do Eixo Maior Inferior do DAV.

Para realização de uma análise do Processo de Colagem de Barbotina, propõe-se um comparativo do coeficiente de retração da cerâmica durante o processo de sinterização. Após o processo citado acima, os corpos de prova são submetidos à sinterização, na qual um eixo foi colocado em forno e o outro no dilatômetro. Ressalta-se que ambos os processos, pelo forno e no dilatômetro, os eixos são experimentalmente sinterizados em ciclo de aquecimento diferente; enquanto em forno se seguirá indicação da literatura de 1550°C/2h, no dilatômetro a análise é feita até atingir 1600°C levando em torno de 3 horas.

### Dilatometria

Realizou-se a análise dilatométrica da medição das mudanças dimensionais (retração linear) da Zircônia durante a sinterização, em função da temperatura, submetido ao programa de temperatura em ambiente controlado. A sinterização e análise de dilatometria foram realizados em dilatômetro (Setsys Evolution TMA, Setaram, Caluire-et-Cuire), conforme Fig. 2.



**Figura 2.** Dilatômetro Setaram Modelo Setsys Evolution TMA utilizado no experimento.

### Sinterização em Forno

A sinterização foi realizada no forno (MEV-1700/V/E, Fortelab, São Carlos) conforme Fig. 3. A metodologia que foi utilizada seguiu os procedimentos descritos para a sinterização à temperatura de 1550°C durante 2 horas é adequada para obtenção de melhor desempenho a resistência à flexão (6).

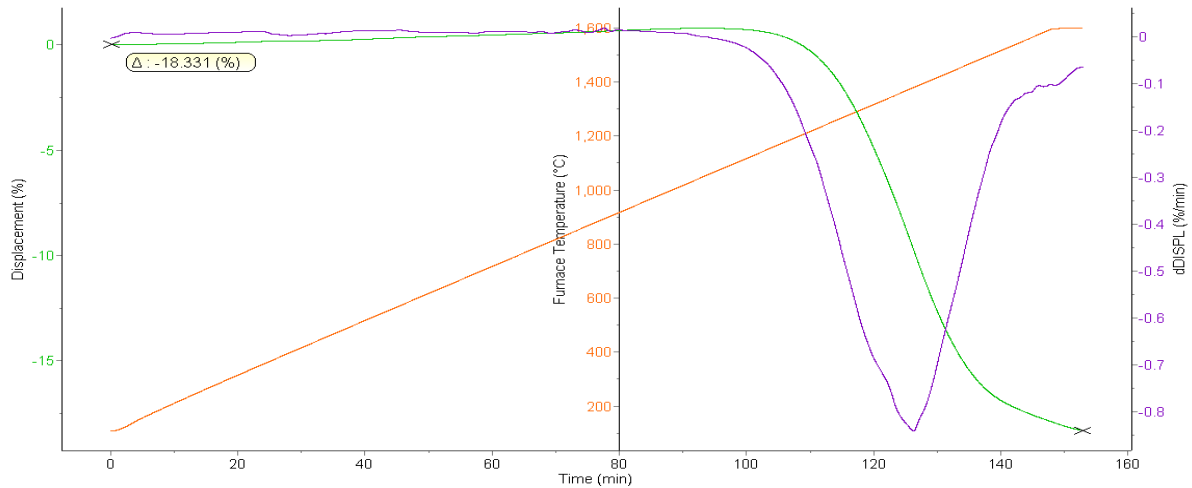


**Figura 3.** Forno utilizado na sinterização das amostras.

Após a sinterização obtivemos a relação da medida de absorção da água das amostras à verde secas com as amostras sinterizadas durante queima de 1550°C.

**Resultados.** A análise dilatométrica resultou no gráfico de retração linear da Zircônia em função do tempo e temperatura, conforme pode ser observado em Gráf. 1.

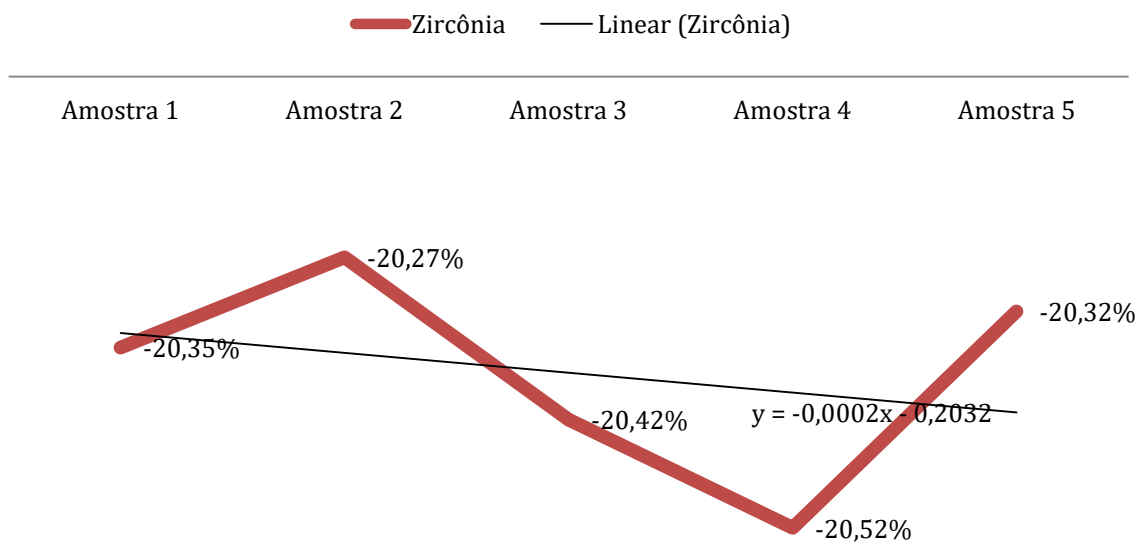
**Gráfico 1.** Análise Dilatométrica da Retração da Zircônia.



O dilatômetro realizou a análise dimensional do corpo de prova através da variação de temperatura até atingir  $1600^{\circ}\text{C}$ , na qual levou 2 horas e 58 minutos. A dilatometria registrou as alterações dimensionais experimentadas pelo corpo-de-prova durante a sinterização, apresentando uma retração linear de 18,33%.

A sinterização realizada em forno seguiu os parâmetros estabelecidos em literatura (6), à temperatura de  $1550^{\circ}\text{C}/2\text{h}$  apresentou coeficientes de retração próximos a 20%, através medição das dimensões antes e depois da queima, conforme Gráf. 2.

**Gráfico 2.** Coeficiente de Retração da Zircônia Pós Sinterização.





Neste ensaio inicial não foi utilizada a variação da temperatura em forno para verificação da variação da retração da Zircônia em fases de sinterização. Em continuidade a este trabalho podem ser desenvolvidos testes de variação da temperatura de sinterização.

**Conclusões.** Devido ao ciclo de queima na sinterização da Zircônia ter sido diferente da dilatométrica, os valores obtidos de retração em cada processo variaram também. Ao final da dilatométrica obteve-se o delta de 18,33% e as peças queimadas retraíram em média, 20,38%, ambas se referem à diferença no dimensional dos corpos-de-prova, antes e após a sinterização.

A variação de 2,05% verificada, entre os processos de sinterização se faz necessário um estudo da microestrutura do material cerâmico, para avaliar as propriedades mecânicas obtidas em cada caso e realizar possíveis ajustes no processo de sinterização. Com base nos resultados obtidos, inicialmente os moldes serão confeccionados a uma taxa de acréscimo de 22,0% no dimensional dos eixos, considerando 20,4% do coeficiente de retração médio e 1,6% para polimento com pasta diamantada de acabamento final.

Os ensaios contribuirão para determinação dimensional dos moldes e coeficiente de retração percentual que posteriormente serão utilizados como parâmetros da caracterização do eixo cerâmico.

### **Agradecimentos**

FEI - Centro Universitário FEI – Campus São Bernardo do Campo.

CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior CAPES - PGPTA n° 59/2014.

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo FAPESP - Projeto Temático n. 13/24434-0.

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, Bolsa de Produtividade em Pesquisa do CNPq.

### **Referências**

(1) Bock E, Ribeiro A, Silva M, Antunes P, Fonseca J, Legendre D, Andrade A. New centrifugal blood pump with dual impeller and double pivot bearing system: wear evaluation in bearing system, performance tests, and preliminary hemolysis tests. *Artif Organs*, 32(4):329-33, 2008.

(2) Bock E, Leão T, Uebelhart B, Galantini D, Andrade A, Cavalheiro A., Santos Filho D. A ceramic pivot bearing Implantable Centrifugal Blood Pump. *Int J Artif Organs*, 36(8):543, 2013.

(3) Patel NR, Gohil P P. A Review on Biomaterials: Scope, Application Scope, Application Human Anatomy Significance. *Int J Emerg Tech Adv Eng*, 2:91-101, 2012.

(4) White S *et al.* Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*, 94:125-131, 2005.



- (5) Araki SY *et al.* Ensaios em materiais cerâmicos e poliméricos de alta performance em mancais nos Dispositivos de Assistência Ventricular (DAV). TAS Journal, 1(1):3-7, 2017.
- (6) King AG. Ceramic technology and processing: a practical working guide. William Andrew, 2001.
- (7) Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. Dental Mat, 24(3):299-307, 2008.
- (8) Reed JS. Principles of Ceramics Processing. New York: John Wiley & Sons, 1995.
- (9) Catafesta J, Andreola CA, Perottoni JE. Colagem de barbotina de aluminas submicrométricas comerciais. Cerâmicas, 53:29-34, 2007.
- (10) Łada P, Falkowski P, Miazga A, Konopka K, Szafran M. Fabrication of ZrO<sub>2</sub>-Ti composites by slip casting method. Arch Metall Materials, 61(2):1095-100. 2016.
- (11) Renjo MM, Ćurković L, Grilec K. Erosion resistance of slip cast composite Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> ceramics. Proc Eng, 100:1133-0, 2015.