

INFLUÊNCIA DA COMPOSIÇÃO DA BARBOTINA NAS CARACTERÍSTICAS DE FITAS DE ALUMINA OBTIDA POR “TAPE CASTING”

¹F.P. Santos, ²C.M. A. Lopes (2), ²R. M. Rocha

(1) Escola de Engenharia de Lorena-USP

(2) Instituto de Aeronáutica e Espaço-Divisão de Materiais (AMR)

Pça. Marechal do Ar Eduardo Gomes, 50-S. José dos Campos-SP-12228-904

rosa.rocha@gmail.com

RESUMO

Substratos de alumina foram processados pela técnica de colagem de fitas utilizando o sistema de solvente orgânico e polivinil butiral (PVB) como aglomerante e butil-benzil-ftalato (BBP) como plastificante. Quatro suspensões com diferentes concentrações de sólido e aditivos orgânicos foram investigadas em relação às propriedades da fita a verde e das placas de Al_2O_3 sinterizadas. Com pequenas diferenças nestes parâmetros, com a % de sólidos variando de 64,8 a 67,9 % e a % de orgânicos de 9,3 a 11,0 %, foi observada uma grande diferença no aspecto final das fitas a verde. A suspensão que resultou na fita com as melhores características aparentes, foi preparada com 66,3 % de sólidos e 11,0 % de orgânicos. As densidades a verde da fita e das placas sinterizadas, foram 61 % e 95 % da densidade teórica da Al_2O_3 (% DT), respectivamente.

Palavras-chave: colagem de fita, processamento, tape-casting, alumina.

INTRODUÇÃO

Tape casting é uma técnica muito utilizada na obtenção de peças cerâmicas finas com grandes áreas superficiais. Essa técnica tem sido utilizada em peças na indústria de eletrônicos, sua principal aplicação é em capacitores multicamadas. O processo de *tape casting*, ou colagem de fitas, consiste no preparo de uma suspensão e na colagem dessa suspensão sobre uma superfície [1].

Suspensões para colagem de fita são basicamente constituídas de pó cerâmico disperso em solventes, com a adição de dispersantes, ligantes e plastificantes. Esta suspensão é aplicada sobre uma superfície fixa ou que se move utilizando um limitador da espessura da camada aplicada [1-3]. Os solventes são evaporados deixando uma fita seca com uma espessura a verde na faixa de 100 a 1000 μm , a qual é destacada da superfície e cortada em tamanhos apropriados. Após a remoção da fase orgânica, as fitas a verde são sinterizadas. O presente trabalho tem como objetivo o estudo para a obtenção de fitas cerâmicas a base de Al_2O_3 .

A etapa de formulação começa com a escolha dos componentes a serem utilizados e termina com a determinação da concentração de cada componente na suspensão. Essas concentrações devem ser fixadas visando características específicas das suspensões e dos corpos conformados, conhecendo de que maneira os componentes da suspensão se relacionam. A etapa com maior influência sobre as características da fita cerâmica à verde (sem tratamento de secagem, evaporação de ligantes e sinterização) é a de preparo das composições e das suspensões [4,5].

MATERIAL E MÉTODOS

Os pós utilizados foram as aluminas comerciais CT 3000 (Almatis) e APC 3017 (Alcoa). A alumina APC 3017, devido o seu elevado tamanho de partícula, passou por um processo de moagem, já descrito no primeiro relatório.

Foi utilizado como solvente uma mistura azeotrópica de Álcool etílico absoluto P.A. e Xilol P.A. O Dispersante utilizado foi o óleo de peixe (menhaden fish oil-). O aglomerante utilizado foi o Polivinil Butiral (Butvar B-98 Solutia Inc.) e plastificante o Butil Benzil Ftalato (S-160). A formulação das barbotinas preparadas se encontra na Tab. 1. Com a alumina APC 3017, já moída, foi preparada apenas uma barbotina com a formulação 1 e com a CT 3000 foram preparadas 4 formulações diferentes, variando-se a quantidade de solvente e aglomerante. A razão em massa do dispersante com o Al_2O_3 foi mantida constante (óleo de peixe/ Al_2O_3 =0,02) para todas as suspensões. O procedimento de preparação das suspensões foi realizado em 2 partes. A primeira parte consistiu na mistura e homogeneização do pó de alumina com os solventes e dispersante. Foi utilizado um pote de polietileno com volume de 0,5 L e esferas de alumina com diâmetro de aproximadamente 10 mm, as quais ocuparam 1/3 da altura do pote.

Tabela 1- Formulações estudadas para a preparação das barbotinas e colagem das fitas.

componente	% em massa				
	APC 3017	CT 3000			
Parte 1	Form-1	Form-2	Form-3	Form-4	Form-5
Al ₂ O ₃	61,94	60,02	60,50	61,90	61,56
Óleo de peixe	1,24	1,20	1,25	1,24	1,23
Xilol	15,31	16,29	15,37	14,65	15,21
Alcool etílico	15,31	16,28	15,37	14,65	15,21
Parte 2					
PVB	3,09	3,09	3,74	3,76	3,38
BBP	3,11	3,11	3,77	3,80	3,40

O óleo de peixe foi inicialmente dissolvido no xilol e então misturado ao álcool etílico. Esta mistura foi colocada no pote e então adicionada o pó de alumina previamente seco em estufa a 110 °C. O pote foi fechado e colocado no moinho de gira potes, onde ficou por 20 h para dispersão do pó de Al₂O₃ e homogeneização dos componentes da mistura.

A segunda parte da preparação consiste na adição e homogeneização do aglomerante, PVB e do plastificante, BBP. Este processo foi realizado com um agitador mecânico, com a suspensão já transferida do pote de polietileno para um Becker de 400 mL. A quantidade de aglomerante e plastificante deve ser ajustada em função da quantidade de material retirado do pote de polietileno, desprezando assim a perda de material que fica nas esferas de alumina e no pote. Primeiro, o plastificante, que é líquido, foi adicionado lentamente com a suspensão em agitação. Em seguida, o PVB, que é um pó, foi introduzido lentamente até que todo o pó se incorporasse à suspensão. A mistura foi mantida sob agitação constante por 4 h com o Becker coberto com um filme plástico para evitar a evaporação dos solventes. A quantidade final de cada formulação ficou em torno de 200 mL. Com a suspensão pronta com todos os componentes foi realizado a remoção de bolhas utilizando um dessecador como câmara, submetido a vácuo mecânico.

A colagem das suspensões para a obtenção das fitas foi realizado em uma mesa de *tape casting* (TTC-1200 Table Top Tape Caster). Para a formação da fita foi utilizado um filme de Mylar recoberto com silicone, o qual foi fixado a velocidade de avanço em 6 cm/min. A suspensão foi colocada em um reservatório de largura frontal de 10 cm e com dois micrômetros que determinam o tamanho da abertura de passagem da suspensão. Esta abertura foi fixada para todas as suspensões em 900 µm. Assim que a suspensão era despejada no

reservatório a máquina era ligada para o movimento do filme de mylar e passagem da suspensão pela abertura inferior do reservatório. Após a colagem de todo o material do reservatório, a fita foi deixada para a evaporação dos solventes em temperatura ambiente. Foi realizada análise termogravimétrica (TG- Perkin Elmer) nas fitas Form-4 e Form-5 para acompanhamento da perda dos orgânicos. As fitas secas foram analisadas macroscopicamente, avaliando-se a flexibilidade e presença de defeitos, como bolhas e trincas. Amostras de 2,5 x 2,5 cm foram cortadas das fitas para avaliação da espessura e densidade. Foi utilizado micrometro digital com precisão de 0,001 mm e balança analítica com precisão de quatro casas.

Estas amostras foram calcinadas a 1000 °C/1h para remoção dos orgânicos em forno tipo mufla (EDG3 P-S). A taxa de aquecimento foi baixa, 1 °C/min, para que não formasse trincas e defeitos durante a queima dos orgânicos. Em seguida as amostras foram sinterizadas a 1600 °C/1h com taxa de aquecimento de 10 °C/min, em forno elétrico com resistência de kanthal (Nabertherm). Foi determinada a densidade hidrostática das amostras sinterizadas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tab. 2 são apresentados os valores de espessura das fitas a verde e as densidades a verde e após sinterização. A fita Form-2 com maior concentração de solventes foi a que apresentou a menor densidade a verde, seguida da Form-1, com a Al₂O₃ APC. No entanto a densidade final, após sinterização, ficou acima de 96 % da densidade teórica (%DT) para todas as composições feitas com a Al₂O₃. A fita Form-1 apresentou menor densificação, apresentando 83 %DT.

Tabela 2- Espessura a verde das fitas e densidade a verde e após sinterização a 1600 °C/1h.

Fita	A verde		sinterizada
	Espessura (μm)	ρ (g.cm ⁻³)	ρ (g.cm ⁻³)
Form-1	408 ± 11	2,22 ± 0,02	3,3 ± 0,1
Form-2	466 ± 2	2,15 ± 0,02	3,85 ± 0,02
Form-3	487 ± 9	2,41 ± 0,03	3,87 ± 0,01
Form-4	442 ± 20	2,42 ± 0,02	3,87 ± 0,02
Form-5	492 ± 6	2,38 ± 0,02	3,85 ± 0,03

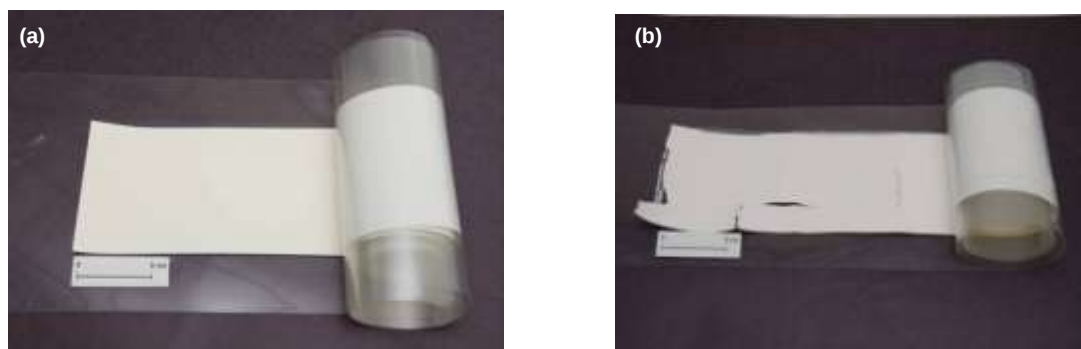


Figura 1- Imagens das fitas enroladas, apresentando boa flexibilidade: a) Form-4; b) Form-5.

Na Fig. 1 estão representadas as fitas já prontas após secagem (Form-4 e Form-5). Pode-se observar uma boa flexibilidade das fitas, permitindo que fossem enroladas. As demais composições apresentaram o mesmo comportamento. Porém, as composições com maior concentração de solvente e menor concentração de aglomerante em relação a Al_2O_3 , apresentaram trincas. Na Fig. 2 pode-se observar a Fita Form-2 com muitas trincas em sua extensão e a fita Form-5 com trincas maiores no início da fita.

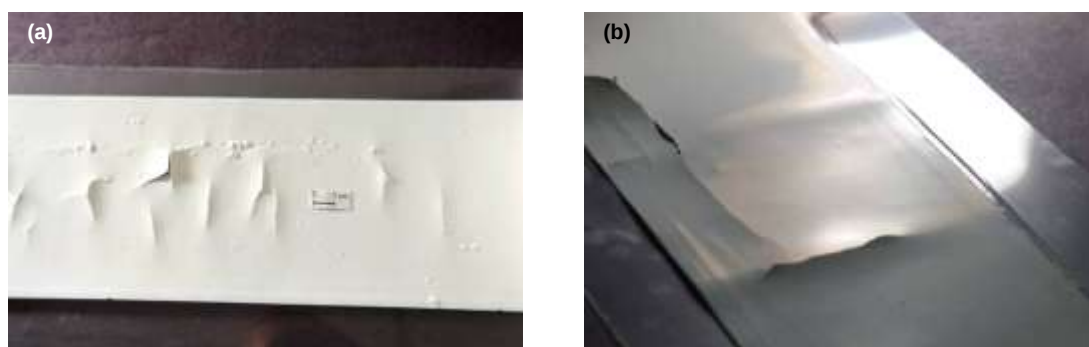


Figura 2- Imagens das fitas, apresentando trincas formadas durante a secagem: a) Form-2 e b) Form-5.

Na Fig. 3 pode ser observada a fita feita a partir da Form-3 que apresentou boa flexibilidade e ausência de trincas. Porém, no final da fita apareceram algumas bolhas de ar que são provenientes da suspensão antes da formação da fita. Estas bolhas não foram eliminadas na etapa de deaeração. A fita também se apresentou bastante amarelada, provavelmente em função do óleo de peixe. A Fita Form-4, assim com a fita Form-3 não apresentou trincas, porém foram observados pequenos pontos de aglomerados e porosidade formada por bolhas não removidas da suspensão.

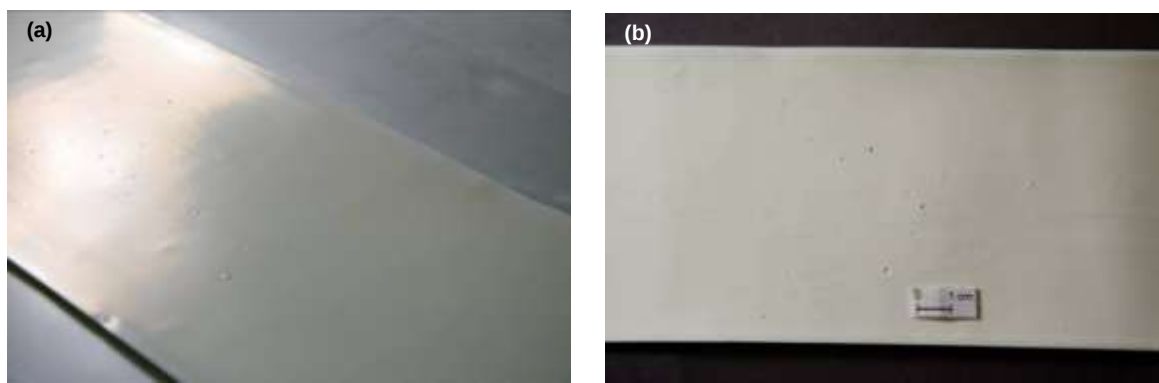


Figura 3- Imagens das fitas produzidas por *tape casting* após secagem dos solventes: a) Form-3; b) Form-4.

Na Fig.4 estão apresentadas as curvas de massa remanescente em função da temperatura e curva derivada para as fitas Form-4 e Form-5. Todos orgânicos são eliminados até a temperatura de 500 °C. A perda de massa total das fitas foi de 12,3 e 11 % para as fitas Form-4 e Form-5, respectivamente. Estes valores ficaram um pouco acima do teórico, previsto pela perda de PVB e BBP de acordo com a concentração da Tab.1. Observam-se pela curva derivada duas faixas de perda de massa dos orgânicos, uma com maior taxa de perda a 200 °C e outra por volta de 280 °C.

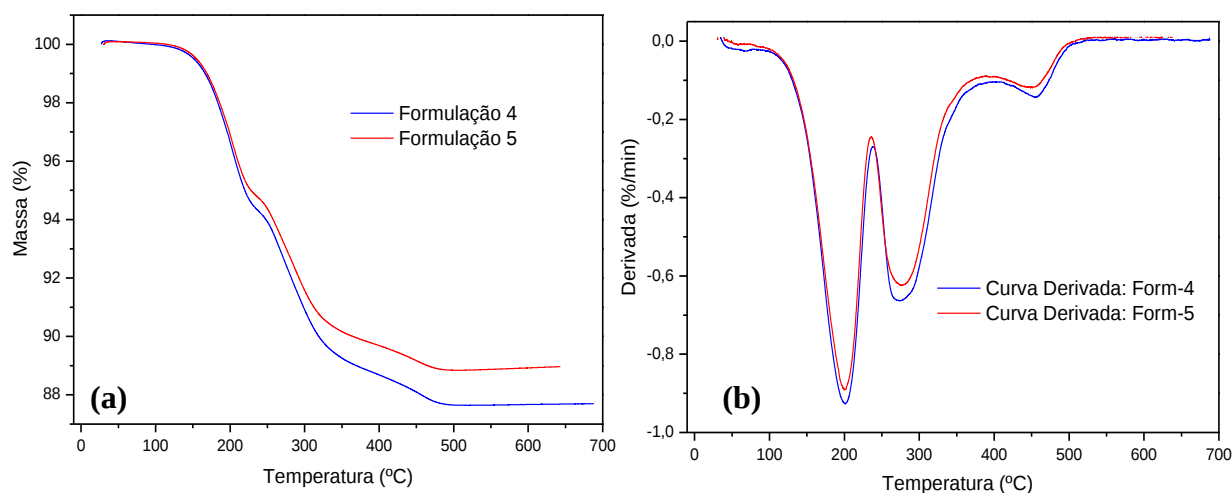


Figura 4- Curvas de análise termogravimétrica das fitas Form-4 e Form-5: a) perda de massa; b) curva derivada da perda de massa.

CONCLUSÕES

Nesta etapa do trabalho, foram preparadas várias suspensões para a colagem de fita de Al_2O_3 a base de solvente orgânico. Nestas suspensões foram variadas as quantidades total de

solvente, aglomerante e plastificante, e observada a fluidez da suspensão e o comportamento e características das fitas após colagem. Todas as composições apresentaram boa flexibilidade, indicando que o aglomerante e o plastificante utilizado são adequados para este sistema de solventes. A fita obtida a partir da suspensão com menor quantidade de solventes e maiores quantidades de aglomerante e plastificante (Form-3 e Form-4) foram as que apresentaram a maior densidade a verde ($\sim 2,42 \text{ g/cm}^3$) e não apresentaram trincas ou rachaduras. No entanto, foi observada uma grande quantidade de defeitos em forma de olho de peixe e crateras, formadas pela presença de pequenas bolhas de ar na suspensão.

REFERÊNCIAS

- [1] HOTZA, D. "ARTIGO REVISÃO: Colagem de Folhas Cerâmicas"; *Cerâmica*, v. 43 p. 283-284, 1997.
- [2] DIAS, T.; SOUZA, D. P. F., "Placas cerâmicas obtidas por colagem de fita" *Revista Matéria*, v. 13, n. 3, p. 448 – 461, 2008.
- [3] MISTLER, R.E., TWINAME, E. R. "Tape casting, theory and practice", Westerville OH, USA: Am. Cer. Soc. 2000.
- [4] MORENO, R., "The role of slip additives in tape- casting technology: Part I- solvents and dispersants", *American Ceramic Society Bulletin*, v. 71, n. 10, p. 1521-1531, 1992.
- [5] MORENO, R., "The role of slip additives in tape- casting technology: Part II- plastificants and binders", *American Ceramic Society Bulletin*, v. 71, n. 10, p. 1521-1531, 1992.

INFLUENCE OF THE SLIP COMPOSITION ON THE CHARACTERISTICS OF TAPE-CAST ALUMINA SUBSTRATES

ABSTRACT

Alumina substrates were processed by tape-casting using organic solvent system and polyvinyl butyral (PVB) as binder and butyl-benzyl-phthalate (BBP) as plasticizer. Four slips with different solid concentration and organic additives were investigated concerned to the green tape density and the sintered alumina plates. The slurries only differ slightly in the

composition but they show great differences in their characteristics. The solid content varied between 64 to 88 wt% and binder content from 9 to 11 %. The best tape was achieved with a suspension prepared with 66,3 wt% of solids and 11,0 % of binder content. The green and sintered densities were 61 and 95% of the theoretical density, respectively.

Key words: tape-casting, alumina, processing, organic solvent.