

5º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

ESTUDO DO PROCESSAMENTO, COMPORTAMENTO MECÂNICO E DA MICROESTRUTURA DE COMPÓSITOS CERÂMICOS UTILIZADOS COMO VEDAÇÃO DE BOMBAS PARA TRANSPORTE DE FLUÍDOS. – RESULTADOS PRELIMINARES

AUTORES:

Rodrigo P. Silva^{*(1)}, Célio A. Costa⁽¹⁾, Cláudio V. Rocha⁽¹⁾

INSTITUIÇÃO:

(1) Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMM) - UFRJ

Este Trabalho foi preparado para apresentação no 5º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás- 5º PDPETRO, realizado pela a Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás-ABPG, no período de 15 a 22 de outubro de 2009, em Fortaleza-CE. Esse Trabalho foi selecionado pelo Comitê Científico do evento para apresentação, seguindo as informações contidas no documento submetido pelo(s) autor(es). O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pela ABPG. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões da Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás. O(s) autor(es) tem conhecimento e aprovação de que este Trabalho seja publicado nos Anais do 5ºPDPETRO.

ESTUDO DO PROCESSAMENTO, COMPORTAMENTO MECÂNICO E DA MICROESTRUTURA DE COMPÓSITOS CERÂMICOS UTILIZADOS COMO VEDAÇÃO DE BOMBAS PARA TRANSPORTE DE FLUÍDOS. – RESULTADOS PRELIMINARES

Abstract

The mechanical seals linkages are the main elements of a mechanical seal. These components are used in oil industry to minimize or eliminate leakage in centrifugal pumps. The use of silicon carbide (SiC) has allowed an increase on the useful life and the reliability of the fence and, thereby, a prevention of leakage of chemicals products to nature.

The final objective of this work is to study the processing conditions, as well as the mechanical behavior and microstructure of processed material to establish a condition to optimize the properties and performance of ceramics. For this, the following processing parameters will be checked: composition and compact pressure of the green body, sintering temperature and level of vacuum. Another issue to be studied is the reproducibility of the process, because it also aims to achieve a condition of processing that can be reproduced on industrial scale. Note that, currently, the whole (100%) silicon carbide mechanical seals used in Brazil are imported, whose annual value is around US\$ 80 MM. Considering this fact, this work aims, beyond the objectives listed above, to consolidate the knowledge and control of the process for this technology and transfer it to industry, allowing components of silicon carbide to be produced nationally.

Introdução

As sedes de selos mecânicos são utilizadas para sustentação de selos que minimizam ou eliminam vazamentos em bombas centrífugas. A capacidade do conjunto sede/selo alcançar o objetivo de desempenho depende de uma variedade de fatores envolvendo o projeto de equipamentos, condições de operação e sistema de suporte. Incluindo nesta lista a seleção do material de construção do conjunto [1].

O selo mecânico é usado para selar a interface entre um eixo em rotação e uma carcaça estacionária. Isto é comumente observado em bombas centrífugas. Os selos mecânicos alcançaram sucesso ao longo dos anos devido à habilidade de minimizar ou eliminar vazamentos de fluídos para o meio ambiente ou atmosfera. Isto resultou em aumento na confiabilidade das vedações, redução de emissão e segurança pessoal e ambiental.

Apesar de parecer enganosamente simples o propósito dos selos (estanqueidade), o projeto dos componentes dos selos é um significativo desafio de engenharia. Para minimizar vazamentos a interface selante estacionária e em rotação é normalmente separada com um filme muito fino, da ordem de meio micrômetro. Como a face do selo, e da sede do selo operam juntas, existe um nível de contato que resulta em desgaste e geração de calor. No balanceamento dos requerimentos de estanqueidade e baixo desgaste, a seleção de materiais torna-se importante. Isto não é só imprescindível para as faces dos selos, mas para todos os componentes do selo que contribuem para sua habilidade de manter um filme fino de fluido aceitável [1].

Em situações onde o filme de fluido está ausente ou se rompe, as propriedades tribológicas do material são as responsáveis por evitar vazamentos e garantir a segurança do equipamento. As propriedades do carbeto de silício (SiC), tais quais, resistência à corrosão, resistência ao desgaste e

estabilidade térmica e dimensional são a base do sucesso da aplicação deste material em selos e sede de selos mecânicos.

Este trabalho tem por objetivo estudar o processamento do carbetto de silício com o intuito de aprimorar a técnica para a fabricação de sedes de selos. Existem inúmeras rotas de processamento do SiC. A rota a ser estudada será a sinterização por reação, esta técnica é conhecida na literatura internacional como, “reaction-bonded” e o material resultante como “reaction-bonded silicon carbide” (RBSiC).

A técnica de processamento do RBSiC consiste em promover um processo de densificação do cerâmico através da reação entre silício e carbono. Este processo envolve a infiltração, por capilaridade, de silício fundido em um compactado poroso denominado corpo-verde composto por carbetto de silício e carbono. Esta técnica apresenta vantagens particulares em relação as demais em termos de produção e custo, uma vez que neste processo o cerâmico pode ser produzido em temperaturas relativamente baixas (1400 – 1600 °C) e em menor tempo, além disto deve-se considerar que o componente sinterizado apresenta baixíssima ou nenhuma retração volumétrica permitindo a fabricação em seu formato final [2], isto não ocorre nas técnicas tradicionais.

As propriedades da pré-forma porosa, tais como, volume de poro, tamanho da partícula de carbono, presença de voláteis na matéria-prima precursora aliadas ao processo de infiltração de silício e a reação química para formar SiC são fatores críticos e iram determinam a microestrutura final do material [3,4], e portanto suas propriedades.

Apesar das vantagens apresentadas, obter um material de alta qualidade não é uma questão fácil. Existem fatores relevantes que determinam o sucesso, ou não, do processamento, como por exemplo, a presença de voláteis e efeitos de variação volumétrica e choque térmico causados pelo processo reativo podem resultar em infiltração incompleta e danos ao material. Isto poderá ser observado nos resultados apresentados.

Metodologia

Foram utilizados corpos-verdes composto por 70% (p.m.) de SiC e 30% (p.m.) de coque de petróleo, 2% (p.m.) de resina foi adicionado sobre a massa total de SiC e coque. O objetivo da adição da resina foi incrementar a resistência à verde, pois estes corpos são bastante frágeis. Além disso, a resina contribui com uma adição de carbono quando é pirolisada. A preparação do corpo-verde compreendeu a homogeneização da mistura de pós, secagem, desaglomeração e a prensagem.

A homogeneização da mistura de pós foi realizada em meio líquido e utilizou-se álcool-isopropílico. A opção pelo álcool se deve a dois motivos: o coque não dispersa bem em água e a resina utilizada não é solúvel em água. O processo de homogeneização durou 24 h e foi feito em um moinho de bolas.

Após a etapa de homogeneização foi feita a secagem da mistura. A secagem ocorreu com agitação para garantir melhor homogeneidade, evitando que houvesse uma sedimentação diferenciada dos pós.

Após a mistura estar completamente seca, fez-se a desaglomeração dos pós que foram então peneirados em uma peneira com abertura ABNT 60.

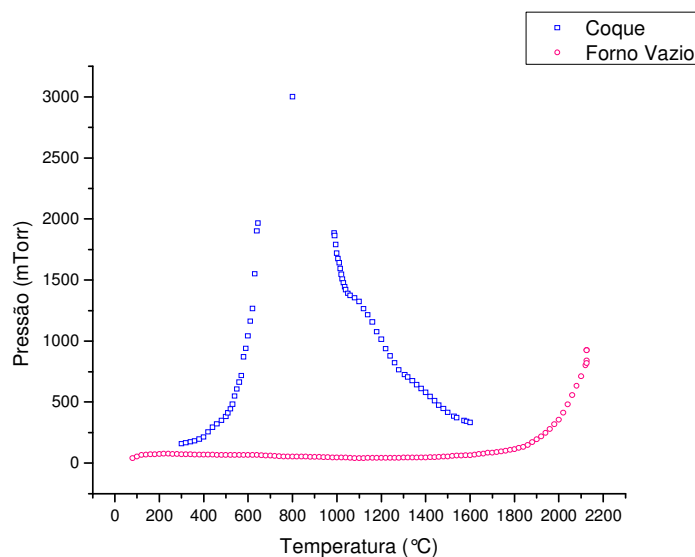
A conformação dos corpos-verdes se deu através de prensagem uniaxial, e foram utilizados moldes em formato de placa e cilindro.

No processo de sinterização (infiltração) o corpo-verde foi aquecido juntamente com o silício. O processo se deu em vácuo (1200 a 1800 mTorr) a uma temperatura de 1550°C durante 30 minutos.

Para se verificar a presença de material volátil no coque utilizado foram adotados dois procedimentos. Primeiro, foi feito uma análise de perda de massa, segundo a norma ASTM D 3175-93. Nesta análise o teor de volátil foi determinado pela perda de massa do material causada por aquecimento a 950°C em ausência de ar. O segundo procedimento adotado foi submeter uma determinada quantidade de coque (neste caso 200g.) ao mesmo ciclo de aquecimento adotado no processo de sinterização e verificar a variação de pressão da câmara do forno. Para efeito de comparação o mesmo procedimento foi adotado com o forno vazio.

Resultados e Discussão

A análise de perda de massa a 950°C resultou em um teor de material volátil de 0,635% em massa, contudo, foi observado que em temperaturas mais elevadas o desprendimento de voláteis é maior ainda. O gráfico a seguir mostra a variação de pressão em relação à temperatura quando o coque é aquecido. Deve-se destacar que as medidas de pressão foram tomadas com a bomba de vácuo em operação, ou seja, o valor registrado não corresponde ao que de fato foi eliminado do material. Parte da quantidade de volátil desprendida foi extraída pela bomba de vácuo.



Graf. 1 – Desprendimento de voláteis

Além da questão da presença de voláteis, há outros fatores que adicionam complexidade ao todo o processo, e se não foram controlados podem prejudicar o processo de infiltração resultando em um material parcialmente infiltrado podendo até ocorrer presença de trincas.

O processo reativo entre silício e carbono é bastante exotérmico, isto pode gerar uma elevação de centenas de graus em ponto localizado na frente de reação. A temperatura elevada pode gerar trincas devido a tensão térmicas no interior do material [5].

Um fator impeditivo ao processo de infiltração é o fechamento dos poros (*choking*) [6], no processo de formação do SiC ocorre expansão volumétrica em relação a fase carbono, por outro lado,

a existe uma redução volumétrica quando o silício fundido reage com o carbono sólido para formar o SiC. Essa variação volumétrica pode gerar o fechamento dos poros, assim como, gerar tensão interna se não houver uma condição favorável que suporte o resultado desta transformação.

Nos processos de sinterização realizados, foram observados problemas como os relatados acima, pois o material resultante se apresentou parcialmente infiltrado e com trincas, como demonstrado na figura 1.

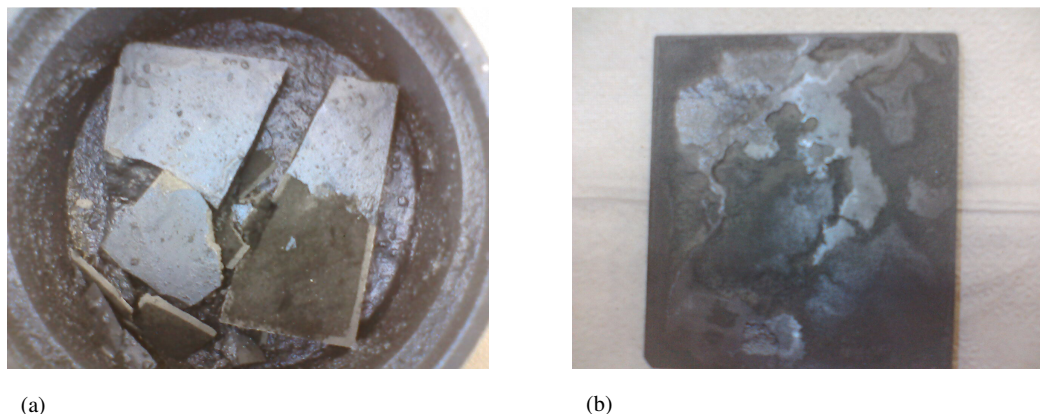


Figura 1 – (a) Amostra parcialmente infiltrada (*choking*); (b) Amostra trincada.

Os problemas encontrados foram atribuídos principalmente a alta quantidade voláteis presente no coque utilizado. Com base nisto, foi proposto o seguinte mecanismo para a formação dos defeitos observados: durante o processo a baixas temperaturas (400 a 800°C), os gases liberados aumentam a pressão interna no material, como este não possui resistência suficiente, ocorre a formação de fissuras. À medida que a temperatura se eleva acima de 1410 °C, o silício se funde e tenta infiltrar o material, mas como ainda há uma liberação de gás elevada, o processo de infiltração é dificultado, ou mesmo, impedido dependendo de quanto gás ainda houver. Uma infiltração parcial pode ocorrer através das fissuras formadas em temperaturas mais baixas, mas isso não ocorre homogeneamente em todo o volume.

Conclusões

Os resultados obtidos indicam que o coque deve ter a menor quantidade possível de conteúdo volátil para que se possa obter uma infiltração homogênea do material. Quando ocorre a infiltração completa, a microestrutura resultante é determinada pelas propriedades do corpo-verde.

O trabalho deverá continuar utilizando coque calcinado. Isto resultará em uma diminuição drástica no teor de voláteis e, assim, espera-se obter sucesso no processamento.

Agradecimentos

À Agência Nacional de Petróleo (ANP) e ao programa PRH-35 pela oportunidade e incentivo a pesquisa.

Referências Bibliográficas

- [1] HUEBNER, M. “Material Selection for Mechanical Seals”, In: *Proceedings Of The Twenty – Second International Pump Users Symposium*, pp.127-135 – 2005.
- [2] WILHELM, M. et al, “Influence of resin content and compaction pressure on the mechanical properties of SiC-Si composites with sub-micron SiC microstructures”, *Journal of European Ceramic Society*, v 21 pp. 981-990 – 2001.
- [3] WANG, Y. et al, “The Effect of porous Carbon preform and the Infiltration process on the properties of Reaction-Formed SiC”, *Carbon*, v 42 pp. 1833-1839 – 2004.
- [4] PAIK U., et al, “Effect of particle dispersion on microstructure and strength of reaction bonded silicon carbide”, *Materials Science and Engineering A334*, p.p. 267-274 – 2002.
- [5] SCAFE E. et al, “Mechanical Behaviour of Silicon-Silicon Carbide Composites”, *Journal of e American Ceramics Society* v 16, p.p. 703-713 – 1996.
- [6] CHIANG Y. M. et al, “Reaction-formed silicon carbide” , *Materials Science Engineering A144*, p.p. 63 – 74 – 1991.