#### ESTRUTURAS POROSAS OBTIDAS A PARTIR DE FIBRAS DE ALUMINA-QUITOSANA

# <sup>1</sup>Rafael Salomão\*, <sup>1,2</sup>Jamile Brandi

1) G. Pesquisa "Soluções Integradas em Manufatura e Materiais Cerâmicos" Depto. de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos Avenida Trabalhador São-carlense 400 CEP 13566-590

2) Universidade Federal do ABC (UFABC) Rua da Catequese 242, 09090-400 Santo André, SP – Brasil

rsalomao@sc.usp.br ou jamilebrandi@gmail.com

#### RESUMO

Diversos trabalhos relatam a grande compatibilidade de óxido de alumínio e quitosana (um polímero natural extraído de carapaças de crustáceos) em suspensões aquosas. Este trabalho empregou essa facilidade de processamento para produzir estruturas porosas a partir de fibras de alumina e quitosana. Partículas de alumina calcinada foram dispersas em uma solução de ácido acético e quitosana. Essa suspensão foi então extrudada por uma matriz de secção circular em um banho coagulante de NaOH. As fibras contínuas (diâmetro = 300 mícrons) obtidas foram compactadas gerando estruturas filamentosas ricas em poros que foram então secas e tratadas termicamente (1100-1500°C). As caracterizações realizadas indicaram que, variando-se as condições de secagem e sinterização, diferentes níveis de porosidade, área superficial específica e resistência mecânica podem ser obtidos. Devido à sua elevada refratariedade e inércia química, esse sistema pode ser utilizado em diversas aplicações, como isolante térmico, elemento de filtração em alta temperatura e suporte catalítico.

Palavras-chave: Estruturas porosas, alumina, quitosana, gelcasting.

1. INTRODUÇÃO

Diversos estudos descrevem o uso de quitosana como agente ligante tipo *gelcasting* para peças monolíticas<sup>(1-5)</sup>, placas<sup>(6)</sup>, filmes<sup>(7,8)</sup>, fibras<sup>(9)</sup> e esferas<sup>(10-12)</sup>. Em suspensões aquosas ácidas (pH < 6), a alumina apresenta elevados valores positivos de potencial Zeta<sup>(11,13,14)</sup>, enquanto a quitosana permanece dissolvida como um polieletrólito positivo<sup>(2,11,15)</sup>. Devido a esses comportamentos, eles podem ser facilmente misturados para produzir suspensões estáveis, que podem ser consolidadas com adição de agentes reticulantes como glutaraldeído<sup>(6,16)</sup>. Devido à sua elevada massa molecular e à resistência intrínseca de suas cadeias, a

quitosana gera ligações bastante fortes entre as partículas de alumina e de outras matérias primas cerâmicas, como  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $Si_3N_4$  e  $SiC^{(4,5,17,18)}$ .

Em estudos prévios, os autores deste trabalho desenvolveram uma variação do método *gelcasting* para produzir esferas de alumina-quitosana (0,5 - 1 mm) com propriedades ajustáveis<sup>(10-12)</sup>. Nesse método, uma suspensão de alumina calcinada e quitosana (2 %massa de quitosana e 13 %volume de sólidos em uma solução 0,1 M de ácido acético, pH = 4, Fig. 1a) é gotejada em uma solução de NaOH (2 M, pH = 14), sob agitação (Fig. 1b). Devido à variação súbita de pH (Fig. 1c), as moléculas positivamente carregadas de quitosana se adsorvem na superfície negativamente carregada das partículas de alumina e se precipitam, preservando a forma esférica das gotas (Fig. 1d). Variando-se o volume das gotas, o diâmetro das esferas pode ser modificado (de 0,3 a 2 mm) e variando-se as condições de secagem e sinterização, diferentes níveis de porosidade (de 10 a 80 %) e área superficial específica (de 0,01 a 3,5 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>) podem se obtidos.

Considerando-se as várias aplicações potenciais para esse sistema, como suporte catalítico<sup>(19)</sup>, filtração em altas temperaturas<sup>(20)</sup>, isolamento térmico<sup>(20,21)</sup> e substrato para crescimento de tecidos biológicos<sup>(22)</sup>, a produção de macroestruturas porosas que combine esses microelementos é um interessante ponto de investigação. Assim, este estudo descreve a aplicação desse novo método *gelcasting* para produzir elementos macroporosos à base de fibras de alumina e quitosana com porosidade e área superficial ajustáveis. A suspensão de alumina-quitosana foi extrudada continuamente dentro da solução coagulante de NaOH (Fig. 1e)<sup>(9)</sup>. A geometria de fibras foi escolhida, pois pode gerar diversos pontos de emaranhamento entre elas, aumentando a resistência mecânica do sistema. Fibras recém-produzidas foram compactadas com uma solução de quitosana e sinterizadas. Esses elementos macroporosos foram analisados em relação à sua porosidade, área superficial específica e resistência mecânica após sinterização em diferentes temperaturas.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Uma solução de quitosana (2 %massa de quitosana em solução de ácido acético 0.1 M, pH = 4) (Tabela 1) foi preparada a 40°C e agitada por 24 h para total dissolução do polímero. Alumina calcinada (AC, CT3000SG, Almatis, Alemanha, Tabela 1) foi dispersar em solução de ácido acético 0,1 M (40 %vol. de sólidos, pH =

4) usando um misturador mecânico (RW20, IKA, Alemanha), por 5 minutos a 1000 rpm. Volumes iguais da solução de quitosana e suspensão de AC foram misturados a 100 rpm por 5 minutos (Figura 1a) para gerar uma suspensão base contendo 13 %vol. de sólidos e 1,3 %vol. (1 %massa) de quitosada (após a secagem, o teor de quitosana no sistema aumenta para 9 %vol./2,6 %massa) (Tabela 2).

<sup>a</sup> Alumina calcinada (AC)				
Composição (%massa, típica)	α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 99,78; Na <sub>2</sub> O: 0,08; Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 0,02; SiO <sub>2</sub> : 0,03; CaO: 0,02; MgO: 0,07			
Área superficial específica (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	7,2 ± 1,0			
Tamanho de partícula (µm; D <sub>50</sub> / D <sub>90</sub> )	0,61 / 0,95			
Densidade (g.cm <sup>-3</sup> )	3,98			
Ponto isoelétrico (PIE, pH)	8,5			
Perda ao fogo (PF, %massa, 1000°C)	0,81			
<sup>b</sup> Quitosana				
Massa molecular (M <sub>w</sub> , g.mol <sup>-1</sup> )	54,35			
Grau de desacetilação (%)	96			
Solubilidade em água (pH, a 25°C)	≤ 6			
Perda ao fogo (%massa, 1000°C)	97,8			
Decomposição térmica (°C, T <sub>90</sub> –T <sub>10</sub> )	219-505			
a) CT 3000 SG, Almatis, Alemanha; b) Polymar, Brasil				

	Tabela 1:	Propriedades	das matérias	primas	utilizadas.
--	-----------	--------------	--------------	--------	-------------

#### Tabela 2: Composições testadas.

Suspensão de alumina calcinada + Quitosana						
Suspensão de alumina	Alumina calcinada	40 %vol.	50 %vol			
calcinada	Solução de ácido acético (0.1 M)	60 %vol.	00 /0001.			
Solução de quitosana	Quitosana	2 %massa	50.0/v/ol			
	Solução de ácido acético (0.1 M)	98 %massa	50 /ovol.			

O potencial das partículas de AC (sem e em presença de quitosana) foi medido em diferentes faixas de pH, usando suspensões diluídas (2 %vol., equipamento DT-1202, Dispersion Technology Inc., USA). O efeito do pH na solubilidade da quitosana em água foi avaliado por meio de testes de turbidimetria usando um espectrofotômetro UVi-Vis (Carry 50, Varian, EUA), de acordo com a metodologia descrita na literatura<sup>(11,15)</sup>.

As suspensões de AC e quitosana (Figura 1a) foram colocadas em uma seringa conectada a uma linha de ar comprimido (pressão constante de 30 kN.m<sup>-2</sup>, Figura 1b), cuja ponta da agulha (10 mm x 500  $\mu$ m) foi colocada logo abaixo da superfície de uma solução coagulante (NaOH, 2 M) sob agitação. Em contato com essa solução (pH = 12), as moléculas de quitosana rapidamente precipitam restringindo a mobilidade das partículas de alumina (Figura 1c). Como a extrusão da

#### 57º Congresso Brasileiro de Cerâmica 5º Congresso Iberoamericano de Cerâmica 19 a 22 de maio de 2013, Natal, RN, Brasil

suspensão foi feita de forma contínua, fibras com 300-500  $\mu$ m de diâmetro foram obtidas (Figura 1e)<sup>(9-11)</sup> (gotejando a suspensão, esferas 0,5-1 mm de diâmetro são produzidas, Figura 1d,<sup>(11)</sup>). Após permanecerem no banho coagulante por 1 h, as fibras foram lavadas até pH neutro, imersas em etanol por 24 h para remover parte da água da estrutura e secas em estufa de ar circulante a 80°C por 24 h. As matérias primas como recebidas e as fibras secas foram avaliadas por meio de termogravimetria (TGA-Q50, TA Instruments, 10°C.min<sup>-1</sup>, 25-800°C, atmosfera de ar sintético).





As fibras contínuas obtidas pelo procedimento descrito anteriormente são bastante flexíveis após a neutralização e lavagem (Figura 2a). No entanto, após a secagem a 80°C, tornam-se frágeis devido ao baixo teor de ligante polimérico que contém. Assim, para se produzir macroestruturas, as fibras secas foram colocadas em um cilindro rotativo (diâmetro de 10 cm por 30 cm de comprimento, 60 rpm, sem elementos de moagem), onde permaneceram por 60 minutos. Esse procedimento reduziu o comprimento das fibras contínuas para segmentos de aproximadamente 5 mm (Figuras 2a e 2b). Esses segmentos foram então compactados sob vibração em moldes cilíndricos (40 x 40 mm), onde a solução de 2 %massa de quitosana em

ácido acético 0,1 M foi vertida, até preencher todos os espaços interfibras (Figura 2b). Após remoção do excesso de solução de quitosana por filtração a vácuo, os conjuntos foram secos a 80°C por 24 h e então desmoldados e sinterizados (1100-1500°C, 1°C.min<sup>-1</sup> até 600°C, 5°C.min<sup>-1</sup> até a temperatura máxima por 5h, e resfriados a 5°C.min<sup>-1</sup>) (Figuras 2c e 2d).



Figura 2: a) Aspecto das fibras após a coagulação e neutralização; b) fibras compactadas com solução de quitosana como ligante; c e d) macroelementos fibrosos após sinterização a 1500°C; e e f) superfície de fratura antes e após sinterização a 1500°C, respectivamente.

A área superficial específica (AAS, método BET, Nova 1200e, Quantachrome Instruments, EUA, ASTM C1069-09) e densidade real ( $\rho$ , picnometria de Hélio, Ultrapyc 1200e, Quantachrome Instruments, EUA) foram medidas em amostras cilíndricas de 8 × 8 mm removidas da estrutura principal com uma serra-copo. A resistência mecânica foi medida por compressão uniaxial de acordo com a norma ASTM C496-90, em um equipamento MTS810 TestStar II (com taxa de aplicação de carga de 2 N.s<sup>-1</sup>). Sete corpos de prova foram testados para cada composição.

A porosidade desse tipo de estrutura filamentosa pode ser dividida em duas categorias principais<sup>(20,21)</sup>: 1) Intra-fibra (IntraP), descontínua e localizada no interior da microestrutura das fibras e 2) Inter-fibra (InterP), contínua e formada pelos

espaços entre as fibras. Embora técnicas clássicas de medida de porosidade como o método de Arquimedes e a intrusão de mercúrio sejam adequadas para caracterizar a primeira classe de poros, elas são menos adequadas para a segunda. Isso se deve ao fato de que para vazios maiores que 500  $\mu$ m não há um limite claro entre poros e superfícies externas<sup>(20)</sup>. Assim, dois métodos diferentes foram empregados para caracterizar os elementos. A IntraP foi medida usando o método de Arquimedes e etanol como fluido de imersão. A porosidade total (PT) dos elementos e a InterP foram medidas pelo método geométrico, que calcula a porosidade total do sistema com base na densidade real da parte sólida ( $\rho_S$ , obtida por picnometria de Hélio) e no volume externo (V<sub>T</sub>) da amostra, de acordo com as Equações A e B:

PT (%) = 
$$100\% \times (V_T - (M_S/\rho_S))/V_T$$
 (A) InterP (%) = PT - IntraP (B)

onde  $M_S$  é a massa da amostra seca. Para cada condição, 5 amostras foram testadas. A retração volumétrica ( $\Delta VS$ ) foi calculada a partir das dimensões das amostras medidas antes ( $V_{Inicial}$ ) e após ( $V_{Final}$ ) o tratamento térmico, usando Equação C:

$$\Delta V (\%) = 100\% \times (V_{\text{Inicial}} - V_{\text{Final}}) / V_{\text{Inicial}}$$
(C)

A microestrutura dos elementos foi examinada por microscopia eletrônica de varredura (MEV, Philips XL30 FEG).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em pH ácido (abaixo de 6, Figura 3), as moléculas de quitosana tornam-se polieletrólitos positivamente carregados, gerando soluções estáveis (com elevada transmitância), ao mesmo tempo, em que as partículas de AC exibem potencial Zeta positivo<sup>(11,13-15)</sup>. Essa condição permite a preparação de suspensões de AC-quitosana com elevado teor de sólidos (Figura 1a) e sua extrusão através da agulha da seringa (Figura 1b).

Ao entrar em contato com o banho de coagulação de NaOH, a súbita variação de pH na suspensão de AC-quitosana causa dois efeitos que contribuem para consolidação do sistema: 1) A adição de quitosana deslocou o ponto isoelétrico (PIE) da AC para menores faixas de pH (de 8,5 para 7,5)<sup>(11,14)</sup> e reduziu os valores

absolutos de potencial Zeta acima de pH = 9, devido à uma neutralização mútua de cargas. Esse feito indica que as partículas de AC negativamente carregadas em pH alcalino podem atuar como sítios de adsorção para as moléculas de quitosana positivamente carregadas<sup>(2)</sup>; 2) Como resultado do contato com o banho alcalino, as moléculas de quitosana se precipitam como um gel devido à desprotonação dos grupos (R-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>)<sup>(11,15)</sup>, aumentando ainda mais a restrição ao movimento das partículas. Como esse mecanismo ocorre instantaneamente nessas condições, a forma inicial com que a suspensão toca o banho coagulante é preservada. Assim, gotejando-se a suspensão, esferas são obtidas<sup>(10-12)</sup>; por outro lado, inserindo a ponta da agulha no banho, a extrusão da suspensão dá origem a fibras contínuas de secção transversal circular (Figura 2).



Figura 3: Medidas de potencial Zeta em função do pH para suspensões de alumina calcinada e alumina calcinada-quitosana. O efeito do pH na solubilidade da quitosana (a 25°C) é mostrado por meio de resultados de transmitância UV-Vis.

A quitosana exibe um comportamento de decomposição térmica composto de três eventos seqüenciais: a liberação de água livre até 150°C e dois estágios de intensa taxa de perda de massa entre 170-380°C e 380-560°C, relativos, respectivamente, à decomposição da cadeia polimérica principal e à oxidação de resíduos carbonáceos formados em seguida (Figura 4a)<sup>(11,23)</sup>. A AC apresenta uma pequena perda de massa (0,8 %massa) devido à desidroxilação de sua superfície (Figura 4b). A maior parte da perda de massa observada nas fibras secas está relacionada à liberação de água livre e decomposição da quitosana (Figura 4c). Esse baixo valor de perda ao fogo até 800°C (3,7 %massa) é uma vantagem tecnológica importante desse método de consolidação. Como um pequeno volume

2297

de quitosana é requerido para consolidação, o aquecimento inicial desses materiais antes da sinterização pode ser realizado sem grande interferência da geração de voláteis e pressurização da estrutura devido à queima do polímero.



Figura 4: Termogravimetria para a) quitosana e b) alumina como recebidas e c) das fibras de alumina-quitosana após secagem.

O aspecto externo dos macroelementos filamentosos após sinterização a 1500°C pode ser observado nas Figuras 2c e 2d; enquanto sua microestrutura é mostrada nas Figuras 2e e 2f. Observa-se que a distribuição espacial das fibras é homogênea e os pontos de contato e união entre as fibras responsáveis pelo ganho de resistência mecânica.

Os resultados de porosidade medidos pelo método de Arquimedes (IntraP, Figura 5a) correspondem aos menores poros localizados no interior da microestrutura das fibras (diâmetro médio da ordem de 1 µm, Figuras 2e e 2f), que são formados devido a falhas de empacotamento entre as partículas inicialmente

preenchidas com água, quitosana ou bolhas de ar no momento da consolidação. Esses resultados indicam que, como não foi aplicada nenhuma força externa de consolidação, como prensagem isostática, por exemplo, antes da sinterização, a estrutura altamente porosa obtida logo após a extrusão foi parcialmente preservada após a secagem e sinterização. Da amostra verde para a equivalente sinterizada a 1100°C, os valores de IntraP sobem de 25,4 % para 39,6 %, como resultado da decomposição da quitosana e remoção da água residual. No entanto, para temperaturas de sinterização superiores, a maior força motriz para sinterização reduziu os valores de IntraP e ASS das amostras.





Os resultados de InterP (Figura 5a) correspondem aos espaços vazios entre as fibras e são grande demais para serem adequadamente medidos pelo método de Arquimedes. À medida que as fibras se tornam mais densas como resultado da diminuição da IntraP, um pequeno aumento na contribuição da InterP nos valores de PT pode ser observado. Esse comportamento sugere que os espaços entre as fibras

aumentem à medida que as fibras se densificam e se tornam mais finas. Observa-se ainda que, apesar da redução na PT, os níveis de retração volumétrica são razoavelmente baixos, mesmo nas maiores temperaturas de sinterização.

Comparadas às amostras verdes, aquelas sinterizadas a 1100°C apresentaram valores de resistência mecânica significativamente menores (Figura 5b). Essa redução de resistência pode ser atribuída à queima do ligante polimérico que mantinhas as partículas sólidas unidas e ao conseqüente aumento na porosidade combinada a um baixo nível de sinterização. Aumentando-se a temperatura de sinterização, a resistência atinge níveis semelhantes aos de outras estruturas porosas (com valores similares de densidade relativa) descritas na literatura<sup>(21)</sup>, permitindo assim operações de corte e retificação. Nesses casos, o aumento de resistência está associado ao maior nível de sinterização das partículas de alumina, à redução de porosidade dentro de cada filamento e à maior união entre eles nos pontos de contato.

#### 4. CONCLUSÕES

Uma nova família de elementos macroporosos à base de fibras de alumina e quitosana, com propriedades ajustáveis, foi produzida por meio de gelcasting. Esses elementos, que podem ser empregados em diferentes aplicações como filtração em altas temperaturas, catálise, isolamento térmico e suporte para crescimento de tecidos biológicos foram preparados em duas etapas. Inicialmente, uma suspensão de alumina calcinada foi extrudada através de uma agulha no formato de fibras contínuas, usando quitosana como agente ligante. Em seguida, uma solução de quitosana foi empregada para compactar as fibras antes do tratamento térmico. Devido ao baixo teor desse polímero no interior das fibras (inferior a 3 % massa nas fibras secas), sua decomposição não afetou significativamente o programa de aquecimento inicial. Variando-se a temperatura de sinterização (de 1100°C a 1500°C), a porosidade no interior das fibras (IntraP) e entre elas (InterP), a resistência mecânica e a área superficial específica podem ser controladas. No Grupo de Pesquisa dos autores, novos estudos estão em andamento para produzir novos elementos macroporosos a partir de diferentes matérias primas cerâmicas, como hidróxido de alumínio e sílica.

## 5. AGRADECIMENTOS

À FAPESP (2010/19274-5) e CNPq (470981/2011-3, 30603/2011-8) pelo apoio e Almatis (Brasil e Alemanha) pelas amostras de alumina gentilmente fornecidas.

### 6. REFERÊNCIAS

- 1. Johnson, S.B.; Dunstan, D.E.; Franks, G.V. Rheology of cross-linked chitosanalumina suspensions used for a new gelcasting process. J. Am. Ceram. Soc., v.85, n.7, p. 1699-1705, 2002.
- 2. Pagnoux, C.; Mougenot, M.; Perez, P.G.; Chartier, T.; Baumard, J.F. Coagulation of mixed organic systems and alumina particles for paste production. J. Eur. Ceram. Soc., v.26, p.3091-3098, 2006.
- 3. Chevalier, E.; Chulia, D.; Pouget, C.; Viana, M. Fabrication of porous substrates: a review of processes using pore forming agents in the biomaterial field. J. Pharm. Sci., v.97, n.3, p.1135-1154, 2008.
- 4. Yang, J.; Yu, J.; Huang, Y. Recent development in gelcasting ceramics. J. Eur. Ceram. Soc., v.31, p.2569-2591, 2011.
- 5. Bengisu, M.; Yilmaz, E. Gelcasting of alumina and zirconia using chitosan gels. Ceram. Int., v.28, p.431-438, 2002.
- 6. Bonderer, L.J.; Studart, A.R.; Woltersdorf, J.; Pippel, E.; Gauckler, L.J. Strong and ductile platelet-reinforced polymer films inspired by nature: microstructure and mechanical properties.

J. Mater. Res., v.24, n.9, p.2741-2754, 2009. Sun, F.; Lim, B.K.; Ryu, S.C.; Lee, D.; Lee, J. Preparation of multi-layered film of hydroxyapatite and chitosan. Mat. Sci. Eng. C, v.30, p.789-794, 2010.

- 7. Wang, X.; Zhang, B.; Liu, X.; Liu, J.Y.S. Synthesis of *b*-oriented TS-1 films on chitosan-modified alpha-alumina substrates. Adv. Mater., v.18, p.3261-3265, 2006.
- 8. Mohanty, S.; Rameshbabu, A.P.; Dhara, S. Alpha-alumina fiber with platelet morphology through wet spinning. J. Am. Ceram. Soc., v.95, n.4, p.1234-1240, 2012.
- Fajardo, H.V.; Martins, A.O.; Almeira, R.M.; Noda, L.K.; Probst, L.F.D.; Carreño, N.L.V.; Valentini, A. Synthesis of mesoporous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> macroespheres using the biopolymer chitosan as a template: A novel active catalyst system for CO<sub>2</sub> reforming of methane. Mater. Lett., v.59, p.3963-3967, 2005.
- 10. Brandi, J.; Ximenes, J.C.; Ferreira, M.; Salomão, R. Gelcasting alumina-chitosan beads. Ceram. Int., v.37, n.4, p.1231-1235, 2011.
- Nuernberg, G.D.B.; Foletto, E.L.; Probst, L.F.D.; Campos, C.E.M.; Carreño, N.L.V.; Moreira, M.A. A novel synthetic route for magnesium aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) particles using metal-chitosan complexation method. Chem. Eng. J., v.193-194, p.211-214, 2012.
- 12.Lewis, J.A. Colloidal processing of ceramics. J. Am. Ceram. Soc., v.83, n.10, p.2341-2359, 2000.
- Frankes, G.V.; Gan, Y. Charging behavior at the alumina-water interface and implications for ceramic processing. J. Am. Ceram. Soc., v.90, n.11, p.3373-3388, 2007.
- 14. Qin, C.; Li, H.; Xiao, Q.; Liu, Y.; Zhu, J.; Du, Y. Water solubility of chitosan and its antimicrobial activity. Carbohyd. Polym., v.63, p.367-374, 2006.

- 15.Lin-Gibson, S.; Walls, H.J.; Kennedy, S.B.; Welsh, E.R. Reaction kinetics and gel properties of blocked diisocyinate crosslinked chitosan hydrogels. Carbohyd. Polym., v.54, p.193-199, 2003.
- 16. Saravanan, L.; Subramanian, S.; Kumar; A.B.V.; Tharanathan, R.N. Surface chemical studies on SiC suspensions in the presence of chitosan. Ceram. Int., v.32, p.637-646, 2006.
- 17. Chen, S.; Osaka, A.; Tsuru, K.; Hayakawa, S. Preparation and biomineralization of silica-based organic-inorganic hybrid hollow nanoparticles for bone tissue generation. In: 32<sup>nd</sup> INTERNATIONAL CONFERENCE ON ADVANCED CERAMICS AND COMPOSITES, Daytona Beach, Florida, 2008, USA. Editors: R. Narayan, P. Colombo, T. Ohji, A. Wereszczak.
- 18. Guibal, E. Heterogeneous catalysis on chitosan-based materials: a review. Prog. Polym. Sci., v.30, p.71-109, 2005.
- 19. Schüth, F.; Sing, K. Definitions, Terminology and Classification of Pore Structures. In Schüth, F.; Sing, K.; Weitkamp, J. (Eds.) Handbook of porous solids v.1. Weinheim: Wiley-VCH, 2002.
- 20. Studart, A.R.; Gonzenbach, U.T.; Tervoot, E.; Gauckler, L.J. Processing routes to macroporous ceramics: a review. J. Am. Ceram. Soc., v.89, n.6, p.1771-1789, 2006.
- 21. Gandhi, M.R.; Viswanathan, N.; Meenakshi, S. Preparation and application of alumina-chitosan biocomposite. Int. J. Biol. Macromol., v.47, p.146-154, 2010.
- 22. López, F.A.; Mercê, A.L.R.; Alguacil, F.J.; López-Delgado, A. A kinetic study on the thermal behavior of chitosan. J. Therm. Anal. Calorim., v.91, p.633-639, 2008.

### FILAMENTOUS ALUMINA-CHITOSAN POROUS STRUCTURES PRODUCED BY GELCASTING

## ABSTRACT

Porous filamentous macroelements with tunable properties were developed using alumina-chitosan fibers produced by gelcasting extrusion. The initial suspension was prepared as a dilute aqueous acetic acid solution containing 13 vol.% of alumina particles and 1.3 vol.% of dissolved chitosan. After extrusion, coagulation in an NaOH bath and drying, 300  $\mu$ m diameter continuous fibers (9 vol.% of chitosan) were compacted and sintered at different temperatures (1100-1500°C) to produce 40 × 40 mm cylindrical macroelements. The effects of the thermal treatment temperature on the porosity, specific surface area, mechanical strength and microstructure of the macroelements were evaluated. It was verified that these properties can be controllably modified in a wide range, depending on the sintering conditions.

Key-words: alumina, chitosan, gelcasting, porous ceramics.