

CONFORMAÇÃO DE CERÂMICAS DE ALUMINA UTILIZANDO A TÉCNICA DA CONSOLIDAÇÃO POR GEL DE AMIDO

N. Bitener(1), A.V.P. dos Santos(1), W.K. Yoshito(1), R.R. Oliveira(1), J. Marchi(2), D.R.R. Lazar(1), V. Ussui(1)

1-Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN,

2-Universidade Federal do ABC – UFABC

Av. Prof. Lineu Prestes, 2242, Cidade Universitária CEP 055080-000

São Paulo – SP. vussui@ipen.br

Resumo

A conformação de cerâmicas por gel de amido apresenta uma série de vantagens, como a facilidade de operação, a possibilidade de se obter peças com geometria complexa, baixo custo, facilidade de remoção dos aditivos, ausência de subprodutos tóxicos e etc. O presente trabalho estudou a conformação de peças cerâmicas na forma de placas e de pastilhas e utilizando óxido de alumínio (alumina) comercial e gel de amido milho. Visou-se a preparação de corpos cerâmicos densos e porosos, variando o teor de amido de 7,5 a 20 % em peso. Os corpos cerâmicos a verde foram sinterizados a 1500 °C por 60 minutos. Os produtos obtidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), determinação da densidade aparente e difração de raios x. Os resultados indicam que o processo é eficiente na preparação de corpos cerâmicos, em especial as cerâmicas porosas.

Palavras chave: cerâmica, alumina, formadores de poros.

Introdução

Os processos de conformação de materiais cerâmicos a partir de suspensões coloidais são os métodos mais promissores para a preparação de cerâmicas de alta qualidade¹. Entre estas, destacam-se as cerâmicas porosas, que são empregadas em uma grande variedade de aplicações industriais, como por exemplo, filtros para metais fundidos², catalisadores, biomateriais³, refratários, isolantes térmicos, sensores para gases, células a combustível⁴ e outros. Um grande número de processos para este tipo de conformação cerâmica é descrita na literatura, incluindo colagem de barbotinas, conformação de fitas (tape casting), métodos de coagulação direta, moldagem por injeção, gel-casting e outros.

Contudo, muitos destes processos utilizam em alguma fase de sua execução, compostos orgânicos com moldes, solventes, defloculantes e plastificantes, que podem gerar subprodutos tóxicos. Visando adequar os processos de conformação das cerâmicas às exigências ambientais, o processo foi selecionado em função da utilização de materiais naturais, como o amido de milho. Como material cerâmico, foi escolhida a alumina, em função de sua ampla utilização, baixo custo e disponibilidade no mercado.

No presente trabalho, o processo escolhido foi o da conformação de alumina utilizando a técnica da consolidação por gel de amido de milho⁵.

Materiais e métodos

As matérias primas empregadas foram a alumina SG3000 da Almatís, amido de milho comercial e como plastificante foi empregado etilenoglicol PA. O processo é apresentado no diagrama esquemático da figura 01 e em descrição sucinta, consiste na preparação de gel de amido e a posterior mistura das quantidades calculadas de alumina. Após cuidadosa homogeneização, as massas obtidas foram conformadas em placas e barras por fim transformadas em pastilhas cilíndricas. Estas amostras foram calcinadas a 800 °C para eliminação do amido e sinterizadas a 1500 °C por 60 minutos. Os produtos obtidos nas várias etapas foram caracterizados por

difração de raios X para determinação das fases cristalinas, análise térmica para determinar a perda de massa ao aquecimento, observação da microestrutura e porosidade ao microscópio eletrônico de varredura, e determinação da densidade e porosidade aparente por um método de imersão⁶.

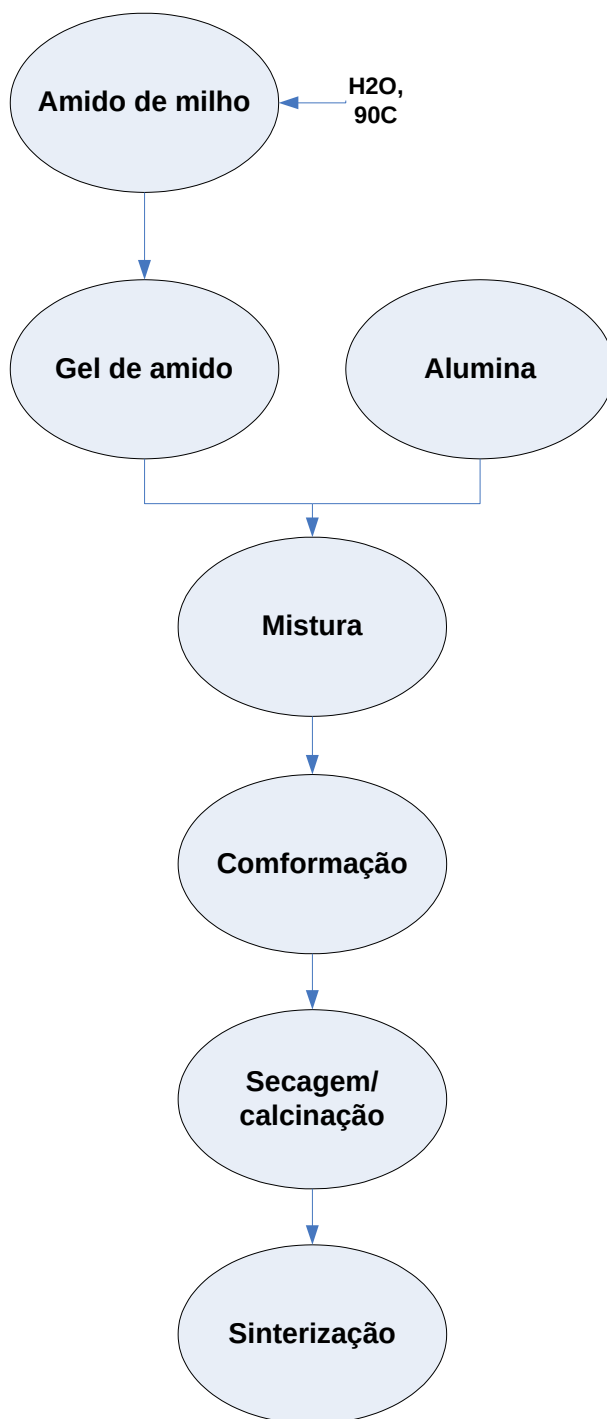


Figura 01. Diagrama esquemático das operações do processo de conformação de alumina por gel de amido

A composição das amostras preparadas, com a relação mássica entre alumina e amido de milho e a codificação empregada é apresentada na tabela 01.

Tabela 01. Código e composição das amostras utilizadas.

Código	Descrição	Composição (% m/m)
AP	Alumina pura	100
AA75	Alumina+amido	92,5 + 7,5
AA100	Alumina+amido	90 + 10
AA125	Alumina+amido	87,5 + 12,5
AA150	Alumina+amido	85 + 15
AA200	Alumina+amido	80+20

Resultados e discussão

As cerâmicas preparadas, após secagem, foram submetidas a um ensaio de perda de massa em uma balança termogravimétrica, e o resultado é apresentado na figura 02. Observa-se que todas as curvas tem um padrão de perda de massa bastante similar, como esperado. Nas amostras contendo maiores teores de amido, AA150 e AA200, observa-se perda de massa na faixa de temperatura de 350 a 650 °C que não são observadas nas demais amostras.

Na figura 03 apresentam-se as curvas DTG determinadas a partir da figura 02, e observa-se que, embora prejudicadas pela contagem de fundo, as inflexões relativas ao principal evento de perda de massa se concentram na faixa de temperatura entre 300 e 375 °C, e é atribuída à queima do amido.

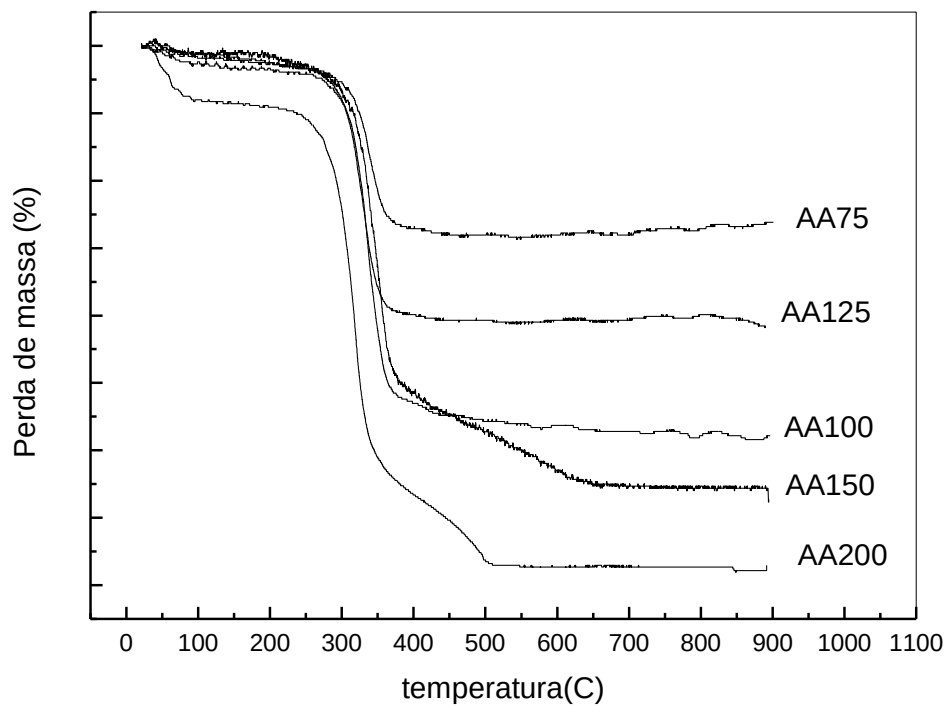


Figura 02. Análise termogravimétrica mostrando a perda de massa das amostras preparadas em função da temperatura.

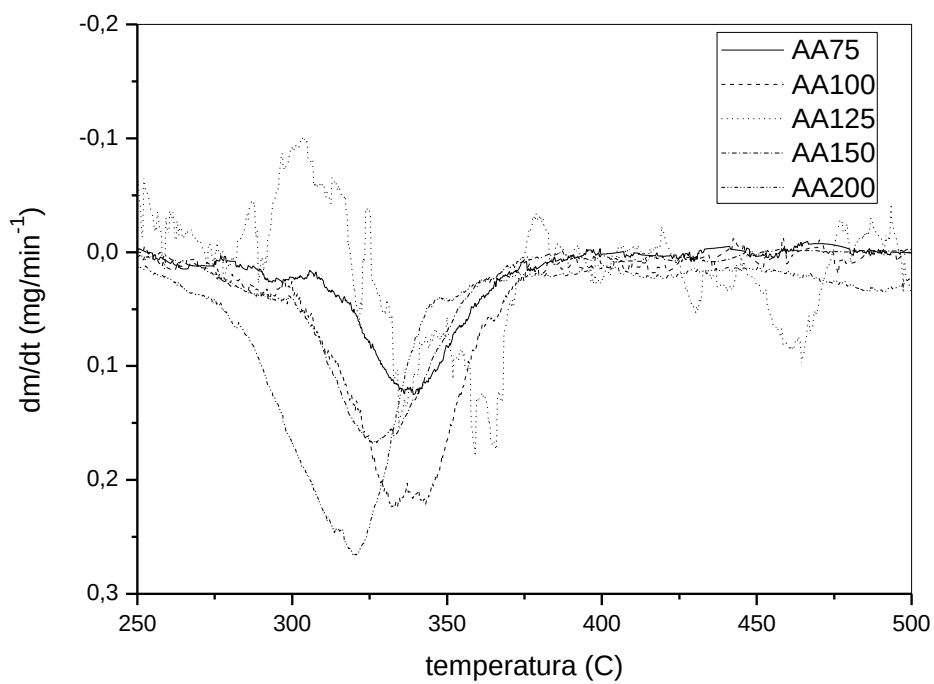


Figura 03. Curva DTG das amostras preparadas.

Durante os processos de conformação e consolidação das amostras cerâmicas, observou-se que as amostras contendo 7,5 e 10 em massa de amido apresentam boa plasticidade e são fáceis de manusear e conformar, enquanto aquelas com 12,5; 15 e 20% são difíceis de manter o formato e apresentam baixa resistência mecânica e foram descartadas dos ensaios posteriores. A densidade das pastilhas de alumina após sinterização é apresentada na tabela 02. Observa-se que a com o aumento dos teores de amido de milho, diminui a densidade e aumenta a porosidade.

Tabela 02. Densidade aparente e relativa e porosidade das amostras de alumina após sinterização.

Amostra	Densidade (g.cm ⁻³)	Densidade relativa (%)	Porosidade (%)
AP	3,86	97,7	3,0
AA75	3,25	82,3	3,9
AA100	3,28	88,1	6,3
AA125	3,32	84,1	13,8
AA150	2,91	73,7	19,6
AA200	-	-	-

A microestrutura observada, da superfície de fratura das amostras produzidas são apresentadas nas figuras 04 e 05. Observa-se que a amostra de alumina pura é densa, com baixa porosidade, enquanto as amostras AA75 e AA100 apresentam porosidade homogênea e na amostra AA125, observam-se poros de maiores dimensões e distribuição irregular, mostrando que em maiores concentrações de amido, torna-se difícil evitar a formação de aglomerados entre o amido e o pó de alumina.

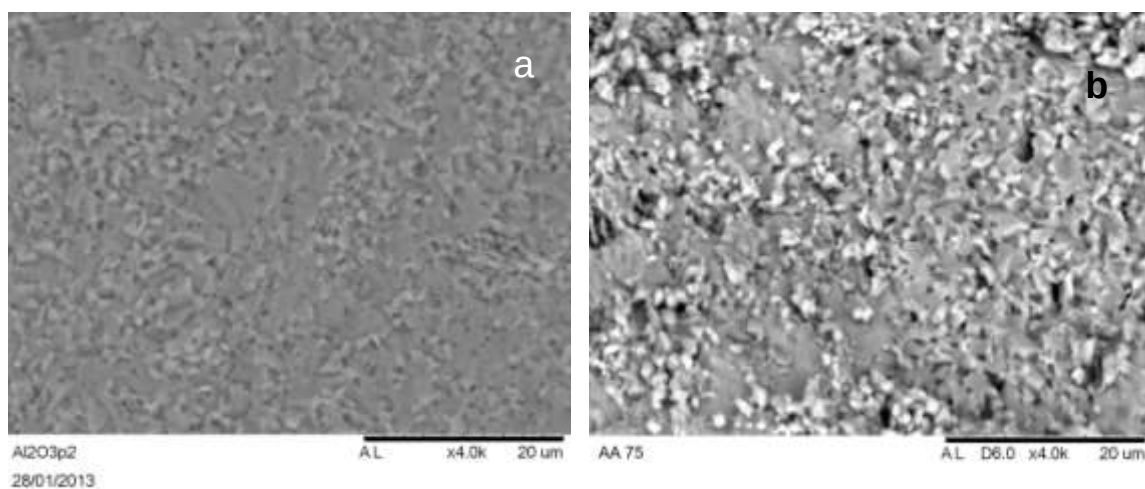


Figura 04. Micrografias MEV da superfície de fratura das amostras Alumina pura (a) e AA75 (b).

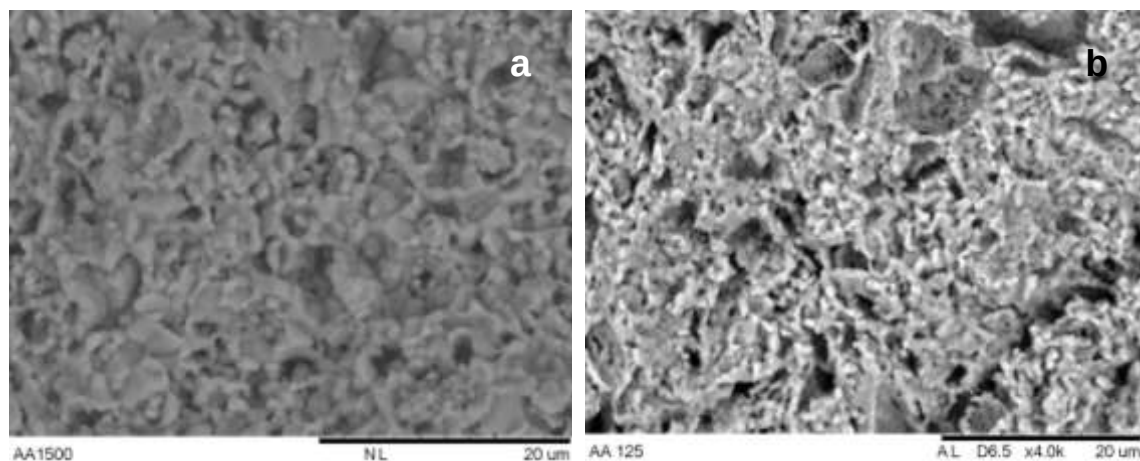


Figura 05. Micrografias MEV da superfície de fratura das amostras AA100 (a) e AA125 (b).

O perfil de difração das cerâmicas produzidas é apresentado na figura 06. Observa-se que os picos das amostras produzidas são coincidentes com os dados presentes na ficha ICDD 045-1212 (Al_2O_3 ficha), os picos não associados a esta ficha são atribuídos ao alumínio proveniente da reação de redução carbotérmica⁷.

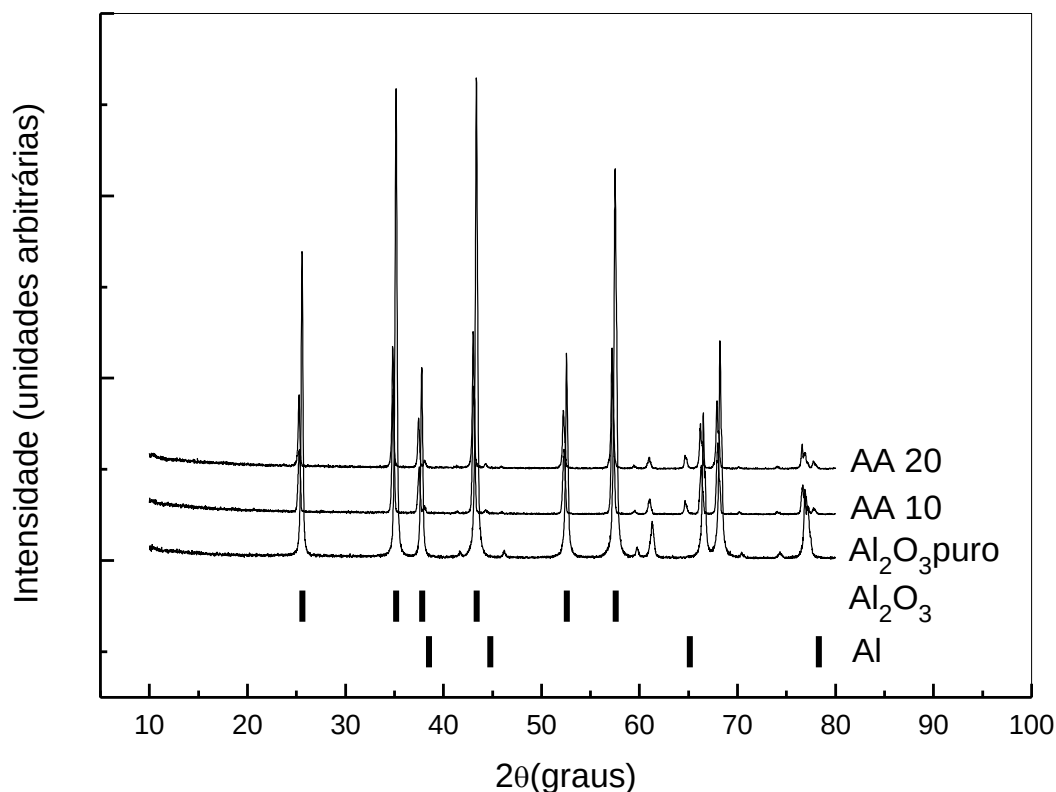


Figura 06. Difratoograma de raios X de algumas das amostras produzidas após sinterização a 1500 C por 01 hora.

Conclusões

Da análise dos resultados obtidos, pode-se concluir que o processo de conformação de cerâmicas utilizando a técnica da consolidação de gel de amido é bastante versátil por permitir a obtenção de massas cerâmicas facilmente conformáveis na forma de barras e placas, e que podem ser usados para obtenção de peças cerâmicas de geometria complexa. Adicionalmente, a técnica tem as vantagens de utilizar matérias primas de baixo custo, não provoca a formação de subprodutos tóxicos e está prevista a sua utilização em outros sistemas cerâmicos. É principalmente indicado para a preparação de amostras porosas com baixos teores de amido e está sendo testado para cerâmicas mais densas. O processo se mostrou pouco eficaz na preparação de amostras com elevado teor de amido.

Referências bibliográficas

- 1 Yang, J., Yu, J., Huang, Y. Recent developments in gelcasting of ceramics, *J. Eur. Ceram.Soc.* v. 31, p. 2569–2591, 2011.
- 2 Taslicukur, Z., Balaban, C., Kuskonmaz, N. Production of ceramic foam filters for molten metal filtration using expanded polystyrene. *J. Eur. Ceram.Soc.* v. 27, p. 637–640, 2007.
- 3 Vallet-Regí, M., Evolution of bioceramics within the field of biomaterials. *C. R. Chimie* v.13, p. 174–185, 2010.
4. Silva, F.S., Santos, F.S., Medeiros, L.M., Yoshito, W.K., Lazar, D.R.R., Ussui, V. O efeito da adição de formadores de poros na microestrutura do compósito cerâmico NIO-YSZ. *Anais do 55 Congresso Brasileiro de Cerâmica, Porto de Galinhas, Pe*, p.01-12, 2011.
5. Oliveira, R. R.; Genova, L. A. Conformação de peças de alumina a partir de suspensões contendo gelatina. *Anais do 14 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Aguas de São Pedro SP*. p.1-6, 2000.
- 6 ASTM C20-00 (2005), Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA
- 7 Mourão, M.B., Takano, C., Ferreira Neto, J.B. Redução carbotérmica de alumina em presença de estanho como solvente. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.* V. 8, p. 237-242, 2011.

Abstract

Ceramic forming by a starch gel have various advantages as ease operation, possibility of preparation of complex geometry bodies, low cost, easy removal of additives, almost zero emission of toxic by-products. The present work has studied forming of ceramic bodies with the shape of plates and bars using only aluminum oxide and corn starch. The purpose was to obtain dense and porous ceramics, by varying the starch content to 10 to 20 mass percent. The green ceramic bodies were sintered at 1500 C for 60 minutes. The ceramic bodies were characterized by scanning electron microscopy (SEM), apparent density

measurement by an immersion method, x-ray diffraction and thermo gravimetric analysis. Results showed that ceramic forming is feasible, specially the porous alumina ceramic.