

Estudos de conformação de cerâmicas de alumina pela técnica de gel casting  
utilizando gelatina e amido de milho

Oliveira, R.R.; Santos, A.V.P.; Yoshito, W.K.;  
Lima, N.B.; Lazar, D.R.R.; Ussui, V.

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN  
Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais – CCTM  
Av. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária – CEP: 05508-000 – São Paulo

rolivier@ipen.br

### Resumo

Gel casting é uma técnica da conformação de materiais cerâmicos baseada na rápida consolidação de uma suspensão coloidal dos pós precursores, a partir da polimerização de agentes formadores de géis. Suas vantagens são a homogeneidade microestrutural e a facilidade na obtenção de formas complexas. Quando os agentes consolidadores são não tóxicos como a gelatina e amidos, o processo de gelcasting é também um processo de baixo impacto ambiental, e o material produzido pode ser empregado como biocerâmica. No presente trabalho, cerâmicas de alumina ( $Al_2O_3$ ) foram conformadas por esta técnica utilizando a gelificação da gelatina e amido de milho. Após a conformação as cerâmicas foram sinterizadas a  $1550^\circ C$  por 02 hora, e foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura e análise termogravimétrica, assim como por ensaios de medidas de densidade aparente, indentação Vickers e difração de raios X. Os resultados mostram que o processo de conformação por gel casting utilizando gelatina como agente gelificante e amido de milho como reticulador resulta em corpos cerâmicos facilmente usináveis, mas a densidade final dos corpos cerâmicos não atingiu valores elevados com porosidade residual.

Palavras chave: cerâmicas, alumina, gelatina, amido, gel casting

## 1. Introdução

O óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ), ou alumina é um insumo cerâmico amplamente disponível e de custo relativamente baixo e, em vista de suas várias propriedades, como a estabilidade química e térmica e excelentes propriedades mecânicas encontra um grande número de aplicações, como material refratário, isolantes, abrasivos, ferramentas de corte, biomaterial, filtros para processos químicos e metalúrgicos, entre muitos outros.<sup>1</sup>

Para estas aplicações, a conformação das cerâmicas em sua geometria final são uma parte fundamental dos processamentos cerâmicos. Um grande número de técnicas têm sido empregadas para a obtenção de corpos cerâmicos densos ou porosos com geometrias simples ou complexas, incluindo prensagem, colagem de barbotina, método gel casting, tape casting, moldagem por injeção, entre outros.<sup>2</sup>

Gel casting, é um processo de conformação que combina as propriedades físico químicas de polímeros, suspensões coloidais e a tecnologia de materiais cerâmicos. Busca-se um processo de conformação onde os corpos a verde tenham dimensões próximas das suas aplicações finais (near net shape) e mantenham sua integridade estrutural mesmo após usinagem. Como vantagem adicional, busca-se substituir os reagentes como polímeros, solventes e agentes reticuladores e gelificantes que podem ser reagentes orgânicos com variados graus de toxicidade, por reagentes naturais de baixo custo e de toxicidade baixa ou inexistente.<sup>3, 4, 5</sup>

No presente trabalho, investigou-se um processo de conformação de gel casting, baseados em trabalhos anteriores<sup>6</sup>, onde adotou-se água como solvente, amido de milho como agente reticulador e gelatina comercial como agente gelificante.

## 2. Materiais e Métodos

Para a realização do experimento, inicialmente a alumina foi condicionada utilizando-se o seguinte procedimento:

## **2.1. Preparação da Alumina**

A alumina foi classificada em uma peneira (60 mesh) e misturada com 0.5% de PEG, 0.5% de ácido esteárico, 0.25% de ácido cítrico, 0.1g de MgO e 1 gota de octanol.

A moagem de alta energia foi feita por 15 horas em dois diferentes solventes, água e álcool etílico. A suspensão preparada foi submetida a uma destilação azeotrópica, para retirada do solvente do pó de alumina. O pó obtido é seco em uma estufa por 24 horas a aproximadamente 70°C, e em seguida desagregado em um almofariz de ágata.

Os pós finamente divididos são a seguir adicionados a uma mistura contendo gelatina, água e amido, e a mistura é mantida aquecida. O teor de sólidos foi mantida a 60% em todos os experimentos. A massa obtida é aquecida até cerca de 80°C, sendo então transferida para moldes sob agitação constante. A massa foi deixada secar por 12 horas.

Foram realizados experimentos com diferentes proporções de amido em relação à alumina, variando em 4, 3, 2.5 e 2% em massa.

As peças a verde são então desmoldadas, secas por 24 horas e calcinadas a 800°C, por 1 hora. e sinterizadas a 1550°C por 2 horas.

## **2.2. Reagentes empregados**

Alumina (SG 3000 Almatiss, USA), polietilenoglicol, ácido esteárico, ácido cítrico, óxido de magnésio, octanol (Merck), gelatina incolor (Otker) e amido de milho (Maisena).

Na tabela 01 apresenta-se a codificação utilizada para as amostras estudadas. O solvente refere-se ao meio utilizado na preparação do pó precursor, pois o meio de preparação das misturas finais foi água em todos os experimentos.

A estrutura cristalina dos pós cerâmicos e das cerâmicas foi determinada por difração de raios X (Rigaku DMAX 2000), a microestrutura das cerâmicas foi observada em um microscópio eletrônica de varredura (Philips XL 30) e o comportamento térmico dos pós foram determinados por um analisador termogravimétrico Shimadzu modelo TA60WS.

Tabela 01. Códigos das amostras estudadas

Código	Teor de gelatina (%)	Solvente
GE2	2	etanol
GE3	3	etanol
GA2	2	água
GA3	3	água

### 3. Resultados e discussão

As misturas preparadas foram consolidadas na forma de placas, pastilhas e barras e apresentaram resistência mecânica suficiente para a trabalhabilidade do corpo cerâmico a verde. Estes materiais, previamente aos processos de calcinação e sinterização e após secagem em estufa, foram submetidas a análise termogravimétrica. Na figura 01 apresentam-se as curvas de perda de massa em função da temperatura das amostras GA3 e GE2, mostrando que ambas as curvas são bastante similares entre si e apresentam perda de massa, até 100°C, atribuída à água retida na superfície e poros das amostras. Entre 300 e 600°C, a perda é atribuída às águas de hidratação e cristalização e também ao carbono presente no amido e na gelatina.

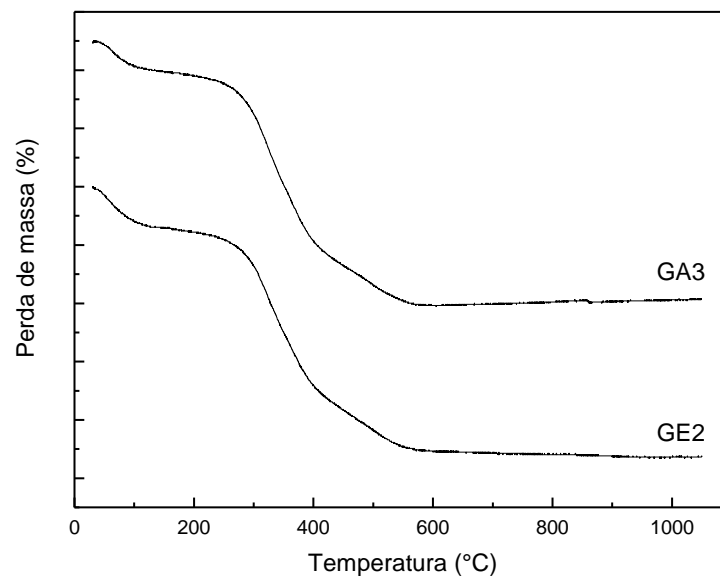


Figura 01. Curvas termogravimétricas das amostras cerâmicas GA3 e GE2 após secagem em estufa a 60°C.

As densidades e porosidades das peças cerâmicas após sinterização foram determinadas utilizando-se o procedimentos descrito na norma ASTM C20-00<sup>7</sup>, e são apresentadas na tabela 02. Observa-se que as cerâmicas produzidas a partir dos pós preparados em meio alcoólico apresentaram tendência para produzir cerâmicas mais densas e menos porosas.

Tabela 02. Densidades e porosidades das amostras estudadas.

Amostra	Densidade (g.cm <sup>-3</sup> )	Porosidade (%)
GA2	2,98	26,6
GA3	3,14	15,3
GE2	3,28	7,14
GE3	3,26	4,13

A superfície de fratura das amostras GA2 e GE2 foram observadas ao microscópio eletrônico de varredura e pode-se observar que são constituídas de grãos de tamanho e formas irregulares e também são visíveis porosidade, principalmente intergranulares.

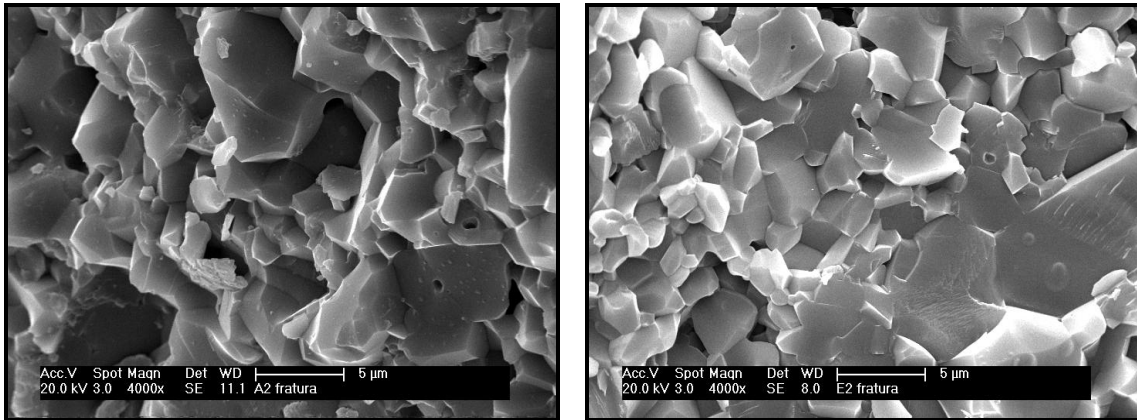


Figura 01. Micrografia MEV da superfície de fratura das amostras GA2 e GE2 após sinterização a 1550°C por 120 minutos.

As amostras GA2 e GE2 e uma amostra prensada e sinterizada da alumina SG 3000 foram analisadas por difração de raios X e os perfis são apresentados na figura 02. Observa-se que os picos das amostras produzidas são coincidentes com as reflexões presentes na ficha ICDD 045-1212 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na figura), mostrando que não há alteração das fases cristalinas da alumina.

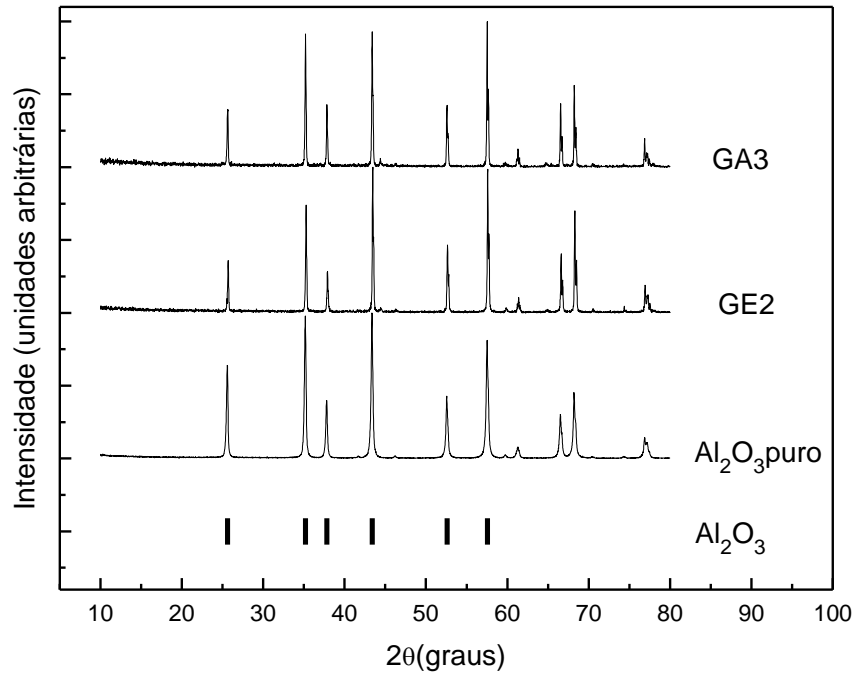


Figura 01. Perfis de difração de raios X das amostras GA3, GE2 2 alumina SG3000 após sinterização a 1550 °C por 2 horas.

## Conclusões

O processo de consolidação de peças cerâmicas de alumina utilizando a técnica de Gel Casting resultou em cerâmicas que puderam ser conformadas em peças como placas, pastilhas e barras. O material produzido apresentou resistência mecânica suficiente para a trabalhabilidade a verde. Contudo, em razão da elevada viscosidade, resultante da presença do amido e da gelatina, a densidade dos corpos cerâmicos produzidos não atingiu valores esperados. Estes resultados mostram a necessidade de continuidade das pesquisas para melhorar a qualidade das cerâmicas.

## Referências bibliográficas

- 1 Suchanek, W. L. Hydrothermal Synthesis of Alpha Alumina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Powders: Study of the Processing Variables and Growth Mechanisms. J. Am. Ceram. Soc., 93 [2] 399–412 (2010).

- 2 Bitener, N.; Santos, A.V.P.; Yoshito, W.K; Oliveira R.R., Marchi, J.; Lazar. D.R.R.; Ussui, V. Conformação de cerâmicas de alumina utilizando a técnica da consolidação por gel de amido. 57 Congresso Brasileiro de Cerâmica, Anais do 57 Congresso Brasileiro de Cerâmico, Natal, RN, p. 1-10, , 2013.
- 3 Yang, J.; Yu, J.; Huang, Y. Recent developments in gelcasting of ceramics. Journal of the European Ceramic Society 31 (2011) 2569–2591.
- 4 Chen, Y.; Xie, Z.; Yang, J.; Huang, Y. Alumina Casting Based on Gelation of Gelatine. Journal of the European Ceramic Society 19 (1999) 271-275.
- 5 Ortega, F.S.; Valenzuela, F.A.O.; Scuracchio, C.H.; Pandolfelli, V.C. Alternative gelling agents for the gelcasting of ceramic foams. Journal of the European Ceramic Society 23 (2003) 75–80.
- 6 Oliveira, R. R.; Genova, L. A., Conformação de peças de alumina a partir de suspensões contendo gelatina, 14 CBECiMat, 3 a 6 de dezembro de 2000. São Pedro SP.
- 7 Standard test methods for apparent porosity, water absorption, apparent specific gravity, and bulk density of burned refractory brick and shapes by boiling water. ASTM C20-00.

## Abstract

Gel casting is a ceramic material forming process based in fast consolidation of a colloidal suspension of precursor powders, based in a polymerization of gel forming agents. Its advantages are the microstructural homogeneity and the easiness to attain complex ceramic bodies. When the gelatinization and reticulating agents are natural and non toxic materials, the gel casting process is also a low environmental impact process and the as prepared ceramic can also be used as biomaterial. In the present work, alumina ( $Al_2O_3$ ) ceramics were formed using gel casting and gelatinization of gelatin and corn starch as reticulating agent. After the forming process, ceramic bodies were sintered at 1550°C for 02 hours and characterized by scanning electron microscopy, thermogravimetric analysis, apparent density determination and X ray diffraction analysis. Results showed that gel casting process with gelatin and corn starch produces ceramics which can be worked easily, but for now the density was not high enough with some residual porosity.

Keywords: ceramics, alumina, gelatin, corn starch, gel casting.