

## OBTENÇÃO DE ALUMINA POROSA ATRAVÉS DA TÉCNICA “STARCH CONSOLIDATION”

F. C. Reis<sup>(1)</sup>, L. Caovila<sup>(1)</sup>, W. A. Mariano<sup>(2)</sup>, R. S. Fernandes<sup>(1)</sup>, A. G. Storion<sup>(1)</sup>, S. C. Maestrelli<sup>(1)</sup>, P. N. Mendes<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL), Poços de Caldas - MG.

<sup>(2)</sup>Universidade Federal de São Carlos – UFSCar/DEMa - SP

<sup>(1)</sup>Rodovia José Aurélio Vilela, 11.999, km 267, Cidade Universitária, CEP 37715-400  
e-mail: filipecastro.muz@hotmail.com

### RESUMO

*Cerâmicas porosas apresentam grande potencial para aplicação em vários ramos da ciência e tecnologia. Dentre as técnicas empregadas na obtenção de peças porosas destaca-se a consolidação por amido (“Starch consolidation”), ambientalmente correta e de baixo custo. Todavia, ela é fortemente influenciada pela temperatura de gelatinização e tipo de amido utilizado, teor e tipo de defloculante adicionado e viscosidade. Nesse trabalho estudou-se a viabilidade da produção de peças porosas de alumina obtidas por consolidação por amido e a influência dos parâmetros de processamento. Após caracterização da alumina, foram preparadas amostras variando-se o teor de sólidos em 40 e 50% e o amido em 10, 20, 30, 40 e 50%. Os melhores resultados foram obtidos utilizando-se teor de sólidos de 40% com variações no teor de amido em até 40%; acima deste valor, tanto para a porcentagem de sólidos como para o teor de amido, peças com baixa integridade física foram produzidas.*

Palavras-Chave: Colagem por amido, alumina, porosidade.

### INTRODUÇÃO

A consolidação por conformação com amido é da família dos métodos de conformação direta, que se baseia nas propriedades fundamentais do amido e na

sua capacidade de formação de gel em água, o que o torna viável o seu uso como ligante e elemento formador de poros<sup>(1)</sup>. Os trabalhos existentes nesta área mostram que esta forma de obtenção de cerâmicas porosas apresenta um grande potencial para aplicação em vários ramos da ciência e da tecnologia<sup>(2,3)</sup>.

O amido é um dos principais componentes da maioria dos vegetais, pois desempenha o papel de reserva de carboidrato na maior parte dos vegetais superiores<sup>(4-6)</sup>.

O amido possui a capacidade de engrossar, gelatinizar, aderir e formar filmes. Essas propriedades tornam o amido amplamente utilizado<sup>(1,7)</sup>. Tais propriedades podem ser modificadas por tratamento químico, físico ou mesmo ação de certas enzimas para a obtenção de novas características para aplicações específicas.

O amido granular é normalmente branco, denso e insolúvel em água a temperatura ambiente, variando em tamanho de 2 a 170µm. Sua insolubilidade em água abaixo de 50°C permite que ele seja processado em temperatura ambiente sem impacto significativo em sua estrutura. Entretanto, quando grãos de amido são suspensos em água e a temperatura é aumentada gradualmente, nada acontece até que se atinja um intervalo de temperatura, que é chamada de temperatura de gelatinização. Nessa faixa, específica para amidos de diferentes origens, as ligações de hidrogênio mais fracas entre as cadeias de amilose e de amilopectina são rompidas. Assim os grãos de amido nessas regiões começam a intumescer e formar soluções consideravelmente viscosas<sup>(8)</sup>.

Para obtenção de peças cerâmicas pelo método da conformação com amido, as suspensões aquosas de pós cerâmicos e amido são derramadas em moldes e elevadas a temperaturas entre 55 e 80°C, em que ocorre o crescimento das partículas de amido, através da absorção de água da barbotina, promovendo a aglomeração das partículas cerâmicas e, conseqüentemente, a conformação de um sólido. Além disso, essas partículas, ao incharem, agem como ligante o que permite retirar o corpo sólido do molde após a secagem<sup>(8)</sup>.

### Defloculantes

Defloculantes ou dispersantes são utilizados em suspensões aquosas para fins de evitar a aglomeração e a decantação em um processo de colagem. Para que a dispersão na suspensão ocorra, é imprescindível que seja alcançada uma condição

de equilíbrio entre as forças de atração e repulsão entre as partículas e a força de gravidade.

O dispersante tem como função evitar aglomerações de partículas, o que pode ser atingido tornando-as eletricamente carregadas. Para isso modifica-se o pH da suspensão adicionando-se uma base ( $\text{OH}^-$ ) ou um ácido ( $\text{H}^+$ ). Quando as cargas das partículas são idênticas, há uma repulsão eletrostática entre as mesmas. Se tais forças são suficientes para superar a atração de van der Waals, o sistema ficará bem disperso. Há vários graus de dispersão, dependendo da magnitude das forças repulsivas, logo este estado não é único<sup>(9,10)</sup>.

É necessário ressaltar que, quando adicionado em excesso, o dispersante pode se comportar como aglutinante, resultando na aderência da peça ao molde e não se consegue extraí-la. Afirma-se, então, que existe uma quantidade ideal de dispersante<sup>(9,10)</sup>. Essa quantidade pode ocasionar uma série de mudanças nas características da barbotina, alterando-se o pH e, por conseguinte, as características da suspensão. Estabelecer e compreender as relações entre as variáveis defloculante-pH-viscosidade é objetivo deste trabalho, bem como a obtenção de peças acabadas (produtos) oriundos dessa suspensão.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

Inicialmente realizou-se a caracterização do pó de alumina através da determinação da densidade real, área específica (via BET), e o tamanho médio das partículas.

A medida da densidade real foi determinada via picnometria a Hélio em picnômetro da Micromeritics - ACCUPYC 1330; para a determinação da área superficial das amostras sob a forma de pó foi utilizado equipamento GEMINI 2370 na Micromeritics. A distribuição de tamanho de partículas foi feita em equipamento Sedigraph 5100 da empresa Micromeritics.

Para a conformação dos corpos de prova preparou-se barbotinas misturando-se alumina com a água, amido de milho e defloculante, variando as concentrações de cada componente. As barbotinas, depois de misturadas e retiradas do béquer, foram vertidas em molde impermeável completamente tampado, o qual posteriormente foi levado para a estufa para iniciar o processo de gelatinização do amido.

Primeiramente, utilizando uma proporção de 50% de sólidos, foram realizados os testes com a alumina nas concentrações de 10%, 20%, 30%, 40% e 50% de amido de milho. Tais testes foram calculados para utilização do molde de dimensões 12x15x3,5cm. O defloculante utilizado foi o Dispersan LA, um poliacrilato de defloculação estérica e o silicato de sódio, defloculante eletrostático.

Além dessa, foi testada também uma proporção de 40% de sólidos para a preparação da barbotina, nos quais a alumina era misturada com concentrações de 10%, 20%, 30% e 40% de amido de milho. A quantidade calculada foi planejada para produzir os corpos cerâmicos nos moldes de menores dimensões, de 7x12x 2cm. O defloculante utilizado foi o Dispersan LA – o mesmo da preparação a 50% de sólidos, uma vez que este apresentou melhores resultados do que o silicato de sódio.

O conjunto, após colocado na estufa a uma temperatura de 65°C, lá permaneceu por 2 horas, a fim de que ocorresse o processo de gelatinização. Após o processo de gelatinização, os corpos de prova foram mantidos na estufa a uma temperatura de 100°C, para que ocorresse a completa secagem da peça. A caracterização inicial foi feita através da determinação da densidade a verde dos corpos obtidos.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 indica os valores da densidade real, área específica (via BET), e o tamanho médio das partículas do pó de alumina utilizado nesta pesquisa.

Tabela 1: Caracterização físico-química da alumina

Área Específica (BET)	70,2681 m <sup>2</sup> /g
Densidade Real	3,4145 g/cm <sup>3</sup>
Tamanho de partículas	
70%	menor que 6,0 µm
50%	4,5 µm
30%	menor que 2,5 µm

Todos os corpos de prova obtidos a partir da colagem de barbotina utilizando-se 50% de sólidos (Figura 1) tornaram-se quebradiços após secagem ou

apresentaram trincas, o que pode estar relacionado ao elevado teor de sólidos que, após secagem, proporciona uma elevada porosidade.

O silicato de sódio - defloculante eletrostático utilizado - não apresentou boa compatibilidade química com a alumina, dificultando a preparação da barbotina, com consequente ruptura dos corpos de prova devido à heterogeneidade das peças obtidas. Novos testes foram realizados com as mesmas proporções, porém o resultado foi sempre o mesmo - as peças de cerâmicas se quebravam.



Figura 1: Peças de alumina no molde, logo após ser retirado da estufa.

Para solucionar o problema, foi confeccionado um molde menor com dimensões de 7x12 x2cm com 5 divisórias também (figura 2). Novos corpos de prova de alumina foram preparados com o intuito de se investigar o efeito da dimensão do molde na conformação das peças.

A quantidade de sólidos testada nesse molde foi de 40% de sólidos, utilizando-se a alumina. Para cada uma das composições relativas à porcentagem de amido de milho, foram confeccionados 12 corpos cerâmicos. Desse modo, puderam ser retiradas as dimensões de cada um dos corpos e determinar a densidade verde média dessas, as quais se encontram na figura 3.



Figura 2: Comparação de tamanho do antigo molde (esquerda) com novo (direita).

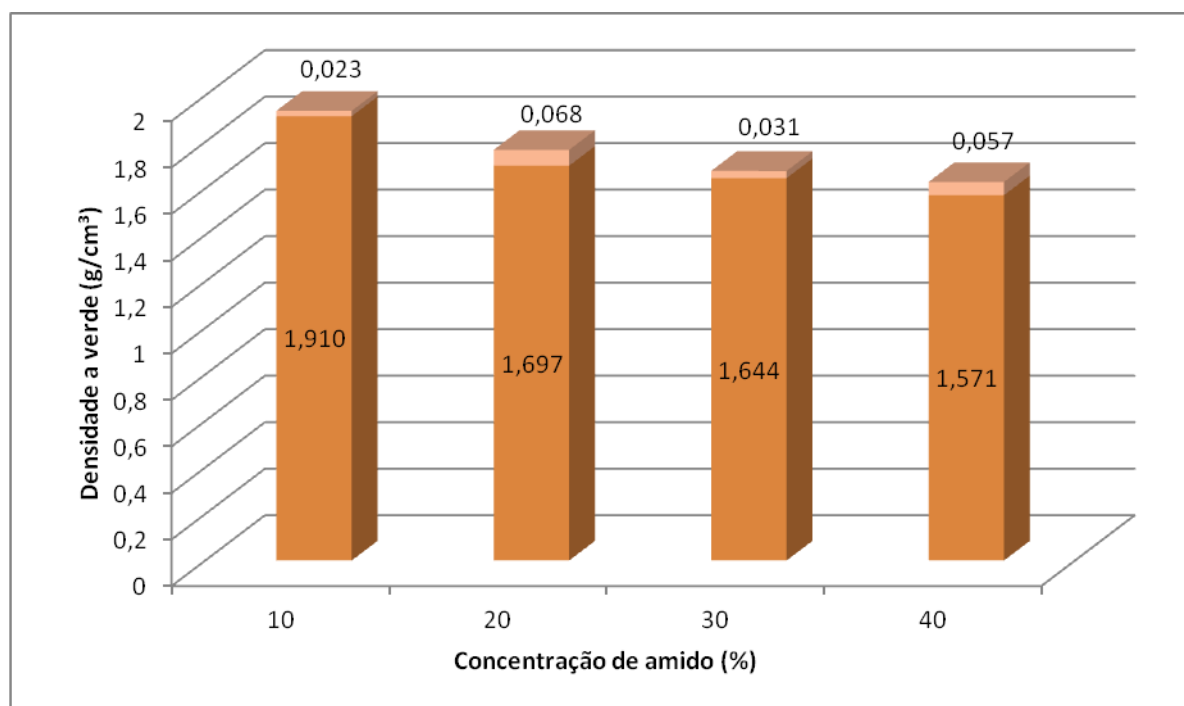


Figura 3: Gráfico da densidade a verde para cada composição de amido.

Como pode ser observado pelo gráfico da figura 3, há uma queda sucessiva na densidade a verde de cada composição, cujas medidas apresentam-se bastante confiáveis, dado o baixo valor de desvio padrão.

A influência da presença do amido de milho é facilmente observada, pois ao aumentar o teor deste, tem-se uma queda final da densidade a verde dos corpos cerâmicos.

Com relação às questões de integridade física dos corpos cerâmicos pode-se dizer, por uma análise puramente visual, que as composições contendo 40% de sólidos apresentaram-se íntegras (Figura 4), sem muitos defeitos superficiais e sem fraturar-se com facilidade, enquanto que as composições que apresentaram 50% de sólidos parecem ser bem mais susceptíveis ao processamento, apresentando muitas rachaduras e falhas.



Figura 4: Peças Cerâmicas com 40% de sólidos.

Com relação aos tipos de defloculantes utilizados vale ressaltar que o defloculante a base de silicato de sódio foi testado e não atendeu às necessidades da alumina, uma vez que não levou a uma defloculação suficientemente boa. Desse modo, resolveu-se adotar apenas o disperlam LA, o qual foi de grande auxílio para produzir as barbotinas a serem utilizadas para confecção das peças cerâmicas.

Adotando esse defloculante, pôde-se construir um gráfico representado na figura 5. Nele estão dispostos os valores da massa de defloculante utilizado para cada composição em amido presente nas peças cerâmicas produzidas.

Pode-se analisar do gráfico que a curva de tendência dá uma ideia de que quanto maior a quantidade de amido utilizada para produzir a barbotina, maior será a quantidade de defloculante. O valor relativo a 10% não segue a tendência da curva, mas justifica-se seu valor graças ao erro subjetivo ao se adicionar o defloculante, já que não é determinado um momento exato nem uma quantidade fixa de defloculante a ser colocada para produção da barbotina.

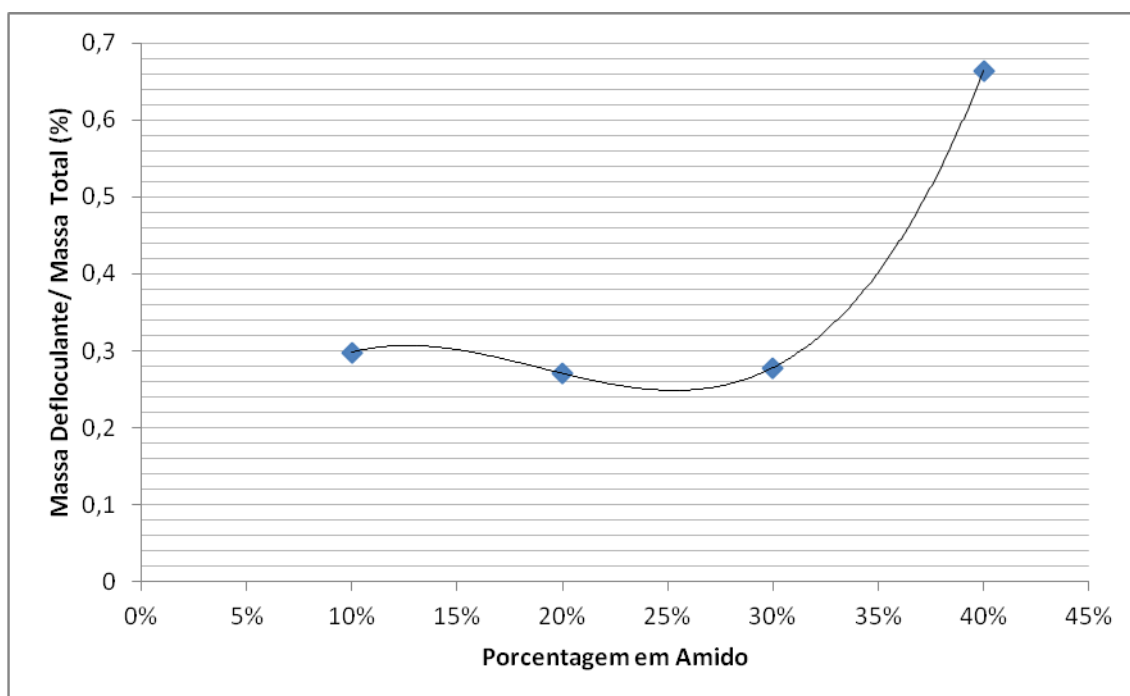


Figura 5: Gráfico que relaciona a porcentagem de defloculante na massa total pela porcentagem de amido.

Cabe salientar ainda que o trabalho está em andamento e que outros resultados obtidos após queima das amostras poderão ajudar a compreender melhor o efeito das variáveis: teor de sólidos, amido, defloculante no processamento realizado através da técnica “starch consolidation”.

## CONCLUSÕES

A obtenção de peças porosas de alumina via colagem por amido é um método simples e barato, mas que necessita de um rigoroso controle e otimização das etapas do processo para que se atinja uma boa qualidade final do corpo cerâmico, pois a quantidade de defloculante adicionada, a porcentagem de amido e o processo de gelatinização e de secagem influenciam muito sobre a integridade da peça obtida. Torna-se questionável, portanto, a utilização da técnica sob o ponto de vista industrial devido à enorme influência dos parâmetros de processamento citados.

Para que se chegue a uma conclusão, é necessário que se explore mais a temática, buscando uma correlação entre os parâmetros envolvidos no processamento.



## REFERÊNCIAS

- (1) LYCKFELDT, O., FERREIRA, J.M.F. Processing of porous ceramics by “Starch Consolidation”. *Journal European Ceramic Society*. v. 18, 1998
- (2) CAMPOS, E. Obtenção e análise de cerâmicas conformadas com amidos comerciais. Tese de Doutorado. UNESP – Guaratinguetá. 2001.
- (3) GREMILLARD, L., CASADEI, R., Elaboration of Self-Coating Alumina-Based Porous Ceramics, *J. Mater. Sci.*, 2006.
- (4) CEREDA, M.P. (a) Culturas de tuberosas Amiláceas Latino Americanas. *Propriedades Gerais do Amido*. Cap. 8- Propriedades do Amido. São Paulo. Fundação Cargill, V.1.
- (5) MINATTI, J.L. Desenvolvimento de Cerâmicas de Alumina Densas, através da Conformação por Consolidação com Amido. Guaratinguetá, 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica)- Faculdade de Engenharia, Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista.
- (6) PENNA, A.L.B. Hidrocolóides- Usos em Alimentos. *Caderno de Tecnologia de Alimentos & Bebidas Depto. De Engenharia de Alimentos da Unesp de São José do Rio Preto/SP*.
- (7) GREGOROVÁ, E., PABST, W., BOHACENKO, I., Characterization of different Starch Types for Their Application in Ceramic Processing, *J. Europ. Ceram. Soc.*, Vol. 26, 2006.
- (8) PARKER, R., RING, S. G., Aspects of the Physical Chemistry of Starch, *Journal of Cereal Science*, Vol. 34, 2001.
- (9) PHELPS, G. W., Slip casting, *Ceramics Monographs – Handbook of Ceramics*. Freiburg Verlag Schmid GmbH, 1982.
- (10) ROOSEN, A. Basic requirements for tape casting of ceramic powder. *Proceedings of the first international conference on Ceramic Powder processing Science*, Orlando, USA, 1987.

## STATISTICAL TOOLS APPLIED TO THE CERAMIC MATERIALS DEVELOPMENT

### ABSTRACT

Porous ceramics have great potential for application in science and technology. Many techniques are used for obtaining porous ceramic. Among the techniques used to obtain porosity, the starch consolidation is indicated because it is environmentally friendly and inexpensive. However, this technique is strongly influenced by the gelatinization temperature, the starch used, the content and type of added dispersant and viscosity. In this work it was investigated the production of samples of porous alumina obtained by starch consolidation and the influence of processing parameters. After characterization of the alumina, samples were prepared by varying the solids content in 40 and 50%, the starch content was 10, 20, 30, 40 and 50% to prepare the mixture. The best results were obtained using solids content of 40%; above this value, the pieces produced presented lower physical integrity, for both the percentage of solids as for the starch.

Key-Words: Starch Conformation, alumina, porosity.