PRODUÇÃO DE CERÂMICAS DE ALUMINA POROSAS UTILIZANDO A TÉCNICA DE SACRIFÍCIO

Jean Alexandre Pires, Adriana Scoton Antonio Chinelatto, jeannallee@hotmail.com, adrianachinelatto@gmail.com.

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Engenharia - Engenharia de Materiais e Metalurgia

Palavras-chave: porosidade, fase de sacrifício, amido.

Resumo

Neste estudo foram avaliadas as propriedades dos poros obtidos por meio do método via fase de sacrifício utilizando o amido. As amostras estudadas foram compostas apenas de alumina com alto grau de pureza e amido analítico. Foram feitos grupos de amostras não graduadas que contém apenas uma camada de porcentagem de amido e amostras com gradiente de porosidade. Tanto as amostras não graduadas quanto às graduadas foram conformadas por prensagem. As características de caráter quantitativo como porosidade aparente, total e fechada foram avaliadas pelo princípio de Arquimedes. Outras características de caráter qualitativo como distribuição de tamanho dos poros, distribuição dos poros na matriz e morfologia foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados encontrados demonstram algumas tendências que seguem os valores de porcentagem de poros teorizados. As características dos materiais graduados apresentaram grande variação que contém relação direta com o método utilizado.

Introdução

Os materiais cerâmicos sempre tiveram os poros como uma característica indesejada por consequência da diminuição das propriedades mecânicas, porém em algumas aplicações recentes como em biomateriais, filtros, sensores e catalisadores os poros são essenciais. Não somente a porcentagem de poros, mas outros aspectos como morfologia, tamanho, distribuição de tamanhos e distribuição na matriz são necessários para obter as propriedades desejadas em tais aplicações. Algumas consequências do aumento da porosidade são a diminuição da constante dielétrica, da densidade e da condutividade térmica, assim como, o aumento da área superficial. Por isso diferentes técnicas de controle da porosidade estão sendo estudadas [1,2].

Algumas aplicações de engenharia avançada necessitam de materiais com propriedades especificas e distribuídas no volume, são chamados de materiais funcionalmente graduados (MFG). Para sua obtenção é necessário um processo de planejamento e controle da microestrutura ou composição para assim adquiram diferentes propriedades em regiões distintas [3,4].

Nesse estudo buscou-se um processo para confecção de MFG's com graduação na porosidade utilizando a técnica via fase de sacrifício, utilizando o amido como fase de sacrifício e a alumina como matriz cerâmica. Foram feitos grupos de amostras não graduados que contém apenas uma camada de porcentagem de amido e outros grupos com amostras de várias camadas com variação gradual da porcentagem de poros do material.

Material e Métodos

Para a preparação das amostras foram utilizados como matérias-primas: a alumina CT 3000 SG da Almatis com especificações do fornecedor de 99,8% de Al_2O_3, área superficial específica de 7,8m²/g e tamanho médio de partícula de 0,5µm; o amido de milho com densidade, de acordo com a ficha técnica, de 1,5g/cm³ e pH de 6-7,5 em 20g/l a 25ºC e pureza PA. Foi feita também a análise térmica diferencial e termogravimétrica (ATD/TG) do amido para verificar o seu comportamento durante a sinterização. A ATD/TG foi feita até a temperatura de 1200°C, como taxa de aquecimento de 10ºC/min, utilizando um equipamento Nestzch, modelo STA409 EP.

A mistura da alumina com o amido foi feita a partir de uma suspensão aquosa. Para isso, foi preparada uma suspensão com volume fixo de 50ml e o volume de sólidos se manteve em 40% variando-se apenas a relação entre amido e alumina no sistema. Foram utilizados o poliacrilato de amônio como agente de dispersão, o composto DURAMAX B1022 como ligante e para estabilização da suspensão foi utilizado hidróxido de amônio. As quantidades em massa de água, alumina e amido foram determinadas a partir das densidades dos materiais. As relações de alumina e amido estudadas são apresentadas na tabela 1.

Tabela 1. Relações de amido e alumina

	Teor de alumina(%)	Teor de amido(%)
AM35/5	35	5
AM33/7	33	7
AM30/10	30	10
AM28/12	28	12
AM25/15	25	15

Os corpos de prova foram divididos em dois grupos sendo o primeiro grupo sem camadas e o segundo com camadas. As amostras foram conformadas por prensagem uniaxial utilizando um molde cilíndrico de 10mm. As amostras em camadas foram preparadas pela prensagem subsequente dos pós com diferentes quantidades de amido. Para cada pó cerâmico colocado no molde foi gerada rugosidades na superfície da camada a fim de obter melhor aderência entre os pós adjacentes na interface.

Todos as amostras foram submetidas ao mesmo ciclo de queima. Primeiramente as amostras foram aquecidas até uma temperatura de 180ºC a uma taxa de 10ºC/min e mantidas nesse patamar por 20 minutos. Após este patamar a taxa de aquecimento foi de 1ºC/min de 180ºC a 600ºC. O patamar de 600ºC foi mantido por 20 minutos. Após esse patamar os compostos orgânicos foram totalmente eliminados e a taxa voltou a ser de 10ºC/min até atingir uma temperatura de 1500ºC onde permaneceu por 2 horas para a sinterização do material.

A caracterização dos poros foi feita utilizando o método de imersão em líquido, utilizando o princípio de Arquimedes e por microscopia eletrônica de varredura.

Resultados e Discussão

A tabela 2 apresenta os valores encontrados na caracterização física das amostras sinterizadas de alumina com diferentes quantidades de amido, da alumina sem adição de amido e da amostra em camadas. A porosidade teórica apresentada na tabela foi estimada a partir da quantidade e amido adicionado. Nota-se que os valores de porosidade total encontrados diferem da porcentagem teórica de porosidade devido aos poros gerados pelo próprio empacotamento da alumina.

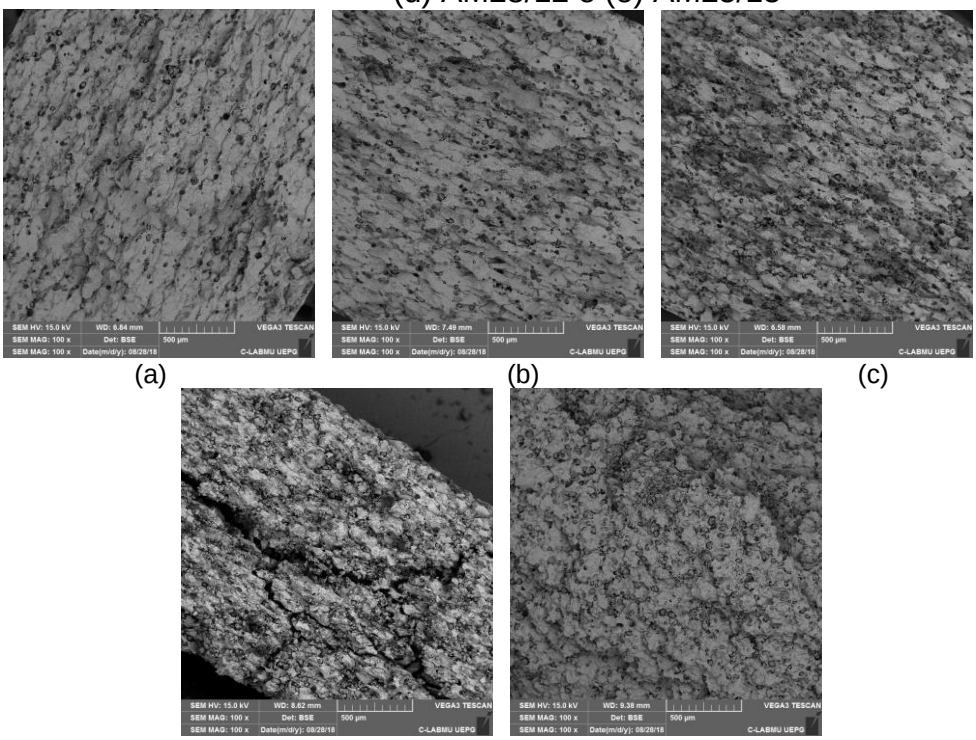
Pode-se notar que a alumina pura tem em torno de 5,75% de porosidade total. Esse acréscimo na porosidade teórica pode ser notado quando se compara os valores medidos dos teóricos nas amostras AM35/5 e AM33/7 mais evidentemente e nas amostras AM30/10 e AM28/12 em menor escala.

Tabela 2 – Caracterização física das amostras sinterizadas.

Grupo 1	Densidade aparente(g/cm³)	Porosidade Aparente(%)	Porosidade total(%)	Porosidade fechada(%)	Porosidade teórica (%)
AM35/5	3,36 ± 0,01	10,29 ± 0,35	15,73 ± 0,25	5,44 ± 0,33	12,5
AM33/7	3,20 + 0,04	12,33 ± 1,56	19,75 ± 1,08	6,82 ± 1,37	17,5
AM30/10	2,97 ± 0,06	19,99 ± 1,92	25,58 ± 1,61	5,58 ± 2,06	25
AM28/12	2,71 ± 0,03	28,17 ± 0,73	31,99 ± 0,63	3,82 ± 0,88	30
AM25/15	2,53 ± 0,09	33,77 ± 1,55	36,50 ± 2,20	2,73 ± 1,13	37,5
AMAl_2O_3	3,76 ± 0,06	2,87 ± 1,25	5,75 ± 1,59	2,88 ± 1,63	
Em camadas	3,07 ± 0,06	18,34 ± 1,27	23,01 ± 1,43	4,67 ± 1,17	18,75

A figura 1 apresenta as superfícies de fratura das amostras AM35/5, AM33/7, AM30/10, AM 28/12 e AM25/15 obtidas por microscopia eletrônica de varredura. Observa-se o aumento da porosidade proporcionalmente ao aumento de amido presente nas amostras. O formato elíptico dos poros, o qual se assemelha a morfologia das partículas de amido, se manteve em todas as amostras. Observa-se também que os poros não criaram interconexões e ficaram bem distribuídos.

Figura 1 – Micrografias das amostras (a) M35/5; (b) AM33/7; (c) AM30/10; (d) AM28/12 e (e) AM25/15

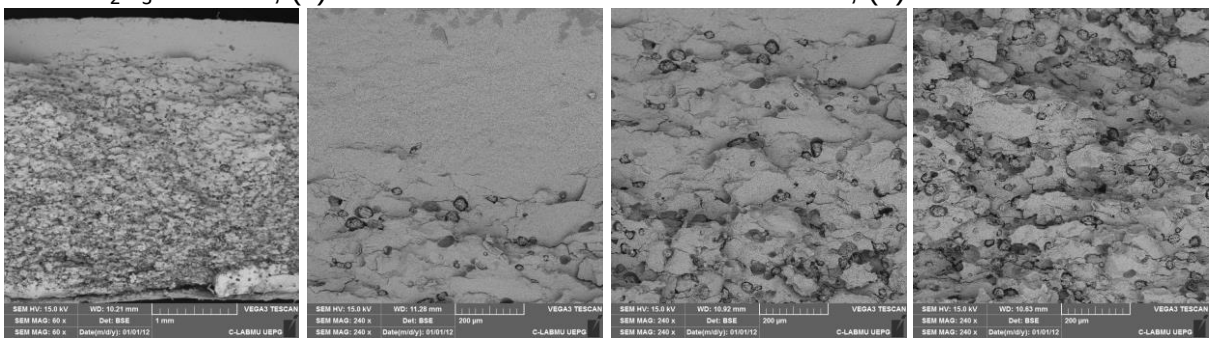


(a) (b) (c)

(d) (e)

A figura 2 apresenta a micrografia da amostra em camadas e das interfaces entre as camadas. As imagens mostram que ocorreu uma variação de porosidade ao longo do volume da amostra de acordo com cada camada, indicando que não ocorreu a mistura dos pós durante o processo de prensagem. Nota-se também uma interface com boa aderência entre as camadas.

Figura 2 – Micrografias das amostras: (a) em camadas; (b) entre as camadas AMAl_2O_3-AM35/5; (c) entre as camadas AM35/5-AM30/10; (d) AM30/10-AM25/15



(a) (b) (c) (d)

Conclusão

A partir dos resultados obtidos pode-se concluir que a técnica de adição de poros via fase de sacrifício utilizada nesse estudo foi eficiente para gerar porosidade nas cerâmicas de alumina, sendo que os poros formados não se apresentaram interconectados e mantiveram o formato dos grãos de amido utilizado. A porcentagem de porosidade nos sólidos se aproximou da esperada teoricamente.

A produção da amostra com gradiente de porosidade também foi possível, sendo que as amostras apresentaram uma variação de porosidade ao longo do volume e uma interface com boa aderência entre as camadas.

Agradecimentos

A UEPG pela disponibilidade da infraestrutura para a realização deste trabalho.

Referências

[1] STUDART, A. R. et al. Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review. **Journal of the American Ceramic Society,** [s.l.], v. 89, n. 6, p.1771-1789, jun. 2006.

[2] DEVILLE, S. Freeze-Casting of Porous Ceramics: A Review of Current Achievements and Issues. **Advanced Engineering Materials,** [s.l.], v. 10, n. 3, p.155-169, mar. 2008.

[3] NAEBE, M.; SHIRVANIMOGHADDAM, K. I. Functionally graded materials: A review of fabrication and properties. **Applied Materials Today,** [s.l.], v. 5, p.223-245, dez. 2016.

[4] SHEVCHENKO, A. V. et al. Functional Graded Materials based on ZrO2 and Al_2O_3. Production methods. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics,** [s.l.], v. 42, n. 3/4, p.145-153, 2003. [5] CHANDRADASS, J. et al. Starch consolidation of alumina: Fabrication and mechanical properties. **Journal of the European Ceramic Society,** [s.l.], v. 29, n. 11, p.2219-2224, ago. 2009.

[5] KHATTAB, R.M.; WAHSH, M.M.S.; KHALIL, N.M. Preparation and characterization of porous alumina ceramics through starch consolidation casting technique. Ceramics International, [s.l.], v. 38, n. 6, p.4723-4728, ago. 2012.

[6] MINATTI, J.l. et al. Alumina developed by pre-gelling starch consolidation (PSC). **Journal of the European Ceramic Society**, [s.l.], v. 29, n. 4, p.661-668, mar. 2009.

[7] PAGANO, E.; Obtenção de cerâmicas de alumina com gradiente funcional de porosidade a partir de diferentes técnicas; UEPG , 2017.