

OBTENÇÃO DO TITANATO DE ALUMÍNIO (Al₂TiO₅) PELO MÉTODO DE CONFORMAÇÃO POR CONSOLIDAÇÃO COM AMIDO.

Thatiane Brocks, Luis Rogério de Oliveira Hein, Tessie Gouvea da Cruz. – Engenharia de Materiais e Metalurgia – Engenharia de Materiais – Departamento de Materiais e Tecnologia – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – Campus de Guaratinguetá.

O titanato de alumínio (Al₂TiO₅), também conhecido como tialita, é um material cerâmico sintético que apresenta excelentes propriedades térmicas, como baixa dilatação, alta capacidade de isolamento e elevada resistência ao choque térmico, propriedades estas, que estimularam sua aplicação nas indústrias de vidro, metalúrgicas e automotivas (Casali et al, 2000).

Esta cerâmica é termodinamicamente estável a 1280°C, fundindo a 1860°C. Abaixo de 1280°C a tialita é decomposta em alumina-alfa (α-Al₂O₃) e óxido de titânio (TiO₂) através de uma reação eutética.

Estudos mostraram que essa decomposição pode ser controlada pela adição de pequenas quantidades de estabilizantes térmicos. Alguns óxidos dopantes como o MgO, SiO₂, Fe₂O₃, SnO₂, CaO e outros óxidos de terras-raras tem sido usados para o controle da decomposição do Al₂TiO₅ (Meléndez-Martínez et al, 2001; Barrios et al, 2003). No entanto, somente o MgO e Fe₂O₃ têm apresentado bons resultados, pois produzem primeiramente a formação de uma fase intermediária, onde se forma titanato de magnésio (Mg₂TiO₅) ou titanato de ferro. Estes agem como nucleantes para a alumina e a titânia, promovendo a formação de uma solução sólida entre o Al₂TiO₅ e as fases intermediárias.

A eficiência da fase intermediária na estabilização do titanato de alumínio está relacionada à sua estrutura pseudobrookita, a mesma do Al₂TiO₅. Como a reação TiO₂ com MgO ocorre a uma temperatura menor que a reação Al₂O₃/MgO, da mesma forma que ocorre com o Fe₂O₃, há a formação de núcleos que incentivam o crescimento cristalográfico do Al₂TiO₅. Por ocorrer numa temperatura mais baixa, a estabilidade do Mg₂TiO₅ é maior, ampliando o campo de estabilidade do Al₂TiO₅.

Os métodos que vem sendo utilizados para a obtenção desse material são baseados na síntese por combustão e na mistura equimolar de alumina e titânia, entre outras.

Se adicionado à alumina, conhecida por sua resistência, o Al₂TiO₅ reduz o coeficiente de expansão térmica e influência no módulo de elasticidade. Portanto, a sinergia desses materiais vem sendo estudada (Low et al, 1998).

O objetivo inicial desse projeto de pesquisa é desenvolver uma rota para obtenção da tialita utilizando a conformação por consolidação com amido por ser econômico, não poluente e agir como ligante.

Para o preparo dos corpos de prova foram utilizados alumina, titânia, óxido de magnésio, amido e defloculante. Os corpos de prova (cdp) foram preparados com uma mistura equimolar de Al₂O₃ e TiO₂. A mistura dos pós com amido e MgO obedeceu à equação (1) de proporção de massa, numa barbotina preparada com 50% de volume sólido e 50% de volume em líquido.

$$m(\text{amido}) \cdot 0,3 + m(\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot 0,67 + m(\text{MgO}) \cdot 0,03 = \text{Massa total dos pós (g)} \quad (1)$$

A barbotina foi agitada num moinho de bolas e levada a gelatinização por 2 horas a 60°C, sendo seca a 110°C em seguida. Após resfriar a temperatura ambiente, os cdp foram pré-sinterizados e sinterizados respectivamente a 1100°C e 1450°C.

Após cada uma das etapas de secagem, pré-sinterização e sinterização, os cdp's foram pesados e tiveram seus diâmetros medidos, para análise de perda de massa e perda dimensional. Um CDP foi embutido e preparado para análise microscópica, onde obteve-se uma imagem da superfície por reconstrução focal.

Para a Difração de raio-X (XDR), foi utilizado um CDP com pouco acabamento superficial, já que a análise exigiu apenas uma superfície plana.

Foi realizado um ensaio dilatométrico num cdp de alumina pura e num cdp de alumina com 8% de tialita.

O material obtido apresentou coloração branca e presença de microtrincas características do material esperado. Com a XRD foi confirmado que na amostra analisada houve a formação de aproximadamente 80% de Al_2TiO_5 restando ainda 20% de Alumina. A difratometria do material obtido pode ser vista no gráfico 1.

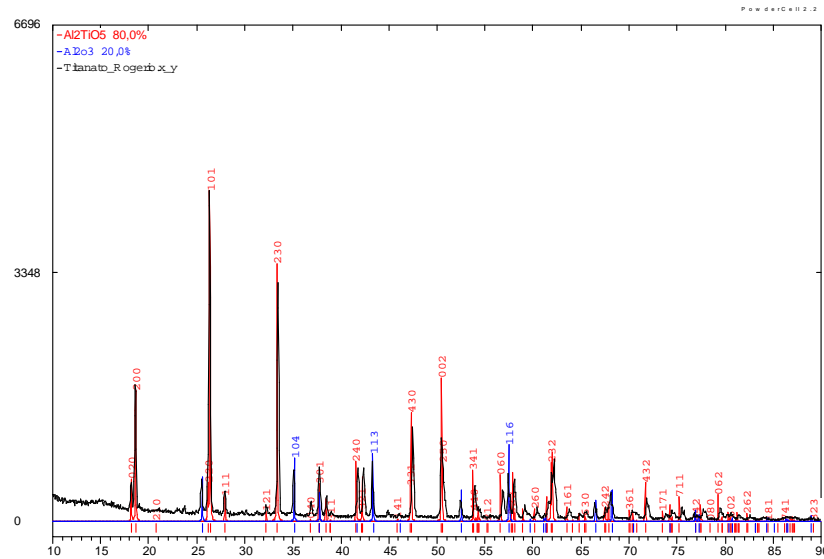


Gráfico 1: Difratometria de raio-X do material obtido.

Pelas medidas efetuadas após cada etapa do processamento observou-se que os cdp's apresentaram uma redução de 36,84% em volume, redução alta em relação às peças de alumina ou titânia com a mesma quantidade de amido que apresentaram uma redução de 13,06% (dado fornecido pela aluna Kelly C. C. de Carvalho, bolsista CNPq). Portanto, é provável parte da redução brusca de dimensão deve-se à formação de uma nova estrutura cristalina, pois essa redução ocorreu na etapa de sinterização, quando a temperatura foi elevada acima da temperatura de formação do Al_2TiO_5 .

A perda de massa média total na amostra no final do processamento foi de 43,31%, sendo que 43,16% da massa foi perdida na etapa de pré-sinterização, indicando que nesta fase do processamento ocorre a queima do amido, um composto orgânico que não suporta temperaturas elevadas. A perda de massa percentual pode ser vista no gráfico 2.

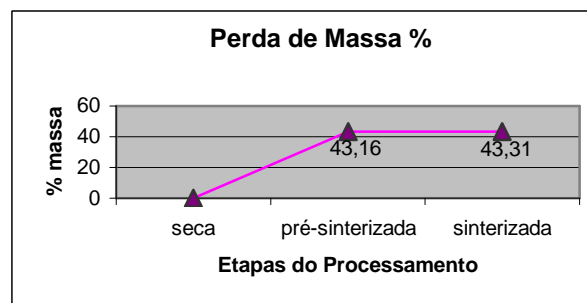


Gráfico 2: Perda percentual de massa durante o processamento.

A superfície do material só pode ser observada com o auxílio da reconstrução por extensão do foco, pois mesmo com o polimento da superfície da amostra, não foi possível planificá-la. A dificuldade

no polimento provavelmente foi causada pela presença das microtrincas na estrutura do material, pois essas fragilizam a estrutura e facilitam o arrancamento de material superficial, embora também atuem como um mecanismo de aumento de resistência, já que uma microtrinca impede a propagação da outra, quando se trata da estrutura como um todo. A foto da figura 2 foi tirada no microscópio Nikon Epiphot 200 com aumento de 500 vezes e auxílio de luz polarizada.

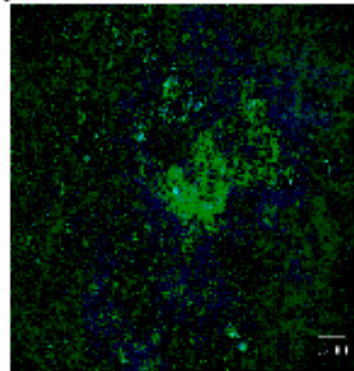


Figura 2: Superfície do Titanato de Alumínio.

Com o intuito de verificar a eficiência do Al₂TiO₅ na redução do coeficiente de expansão térmica da alumina, realizamos uma análise dilatométrica num cdp de Alumina com adição de 8% de Al₂TiO₅. Para uma comparação eficiente, um cdp de alumina pura também foi ensaiado nas mesmas condições. O resultado mostrou que a quantidade de Al₂TiO₅ adicionada diminuiu o coeficiente de expansão térmica da alumina de $91,7 \times 10^{-7}/K$ (alumina pura) para $85,8 \times 10^{-7}/K$ (alumina + 8% de Al₂TiO₅). Esses valores correspondem à temperatura de 1000°C.

Com a obtenção deste primeiro lote de cpd's ficou comprovada a eficácia do método da Conformação por Consolidação com Amido para a obtenção do Al₂TiO₅, pois a XDR confirmou a formação de 80% do material esperado.

A microanálise revelou uma superfície brilhante e irregular, devido à dificuldade de polimento imposta pelas microtrincas.

Parte da redução de 36,84% do volume após a sinterização está relacionada à formação do Al₂TiO₅, já que peças de alumina e titânia com a mesma quantidade de amido não apresentaram tamanha redução de volume, já a acentuada perda de massa após a pré-sinterização indica a queima do amido nessa etapa.

Com a dilatometria ficou comprovado que o Al₂TiO₅ reduz o coeficiente de expansão térmica da alumina, no entanto esse efeito precisa ser estudado com mais profundidade para que traga resultados confiáveis.

[1] Casali, D S., Ferreira, H. S., Segadães, A. M., Kiminami, R. H. G. A., **Densificação do Titanato de Alumínio a Baixas Temperaturas**, VIII Congresso de Iniciação Científica UFSCar, v. 1, 2000, São Carlos.

[2] Meléndez-Martínez, J.J., Jiménez-Melengo, M., Dominguez-Rodríguez, A, Wötting, G., **High Temperature Mechanical Behavior of Aluminium Titanate-Mullite Composites**, Journal of European Ceramic Society, v. 21, 2001, p. 63-70

[3] Barrios, I. A., Gil, O., **Synthesis and Properties of in situ Al₂TiO₅/Al₂O₃ Composites**, Journal of Materials Processing Technology, v. 143-144, 2003, Pag 838-842

[4] Low, I.M., **Synthesis and properties of in situ layered and graded Aluminium Titanate/Alumina Composites**, Material Research Bulletin, v. 33, 1998, pag 1475-1482.