

CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS CERÂMICOS

ANISOTRÓPICOS $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$. Kelly Cristina Coelho de Carvalho, Luis Rogerio de Oliveira Hein, Tessie Gouvea da Cruz. – Engenharia de Materiais e Metalúrgica - Engenharia de Materiais - Departamento de Materiais e Tecnologia – Faculdade de Engenharia – Campus de Guaratinguetá.

O presente trabalho visa obter um material composto, com boa combinação de propriedades, associando a boa tenacidade e o caráter bio-inerte da alumina à função bactericida do dióxido de titânio. Utiliza-se para tanto a técnica de conformação por consolidação com amido, baseada na adição de amido à mistura controlada de água e pós cerâmicos. (Campos, 2001; Norton, 1973)

Nesta técnica, o amido é acrescentado à barbotina devido ao fato de possuir como propriedade fundamental a gelatinização (crescimento das partículas de amido devido à absorção de água) em água, além de ser utilizado como ligante e elemento formador de poros. (Campos, 2001; Cereda, 2001; Costa, 2006)

O material composto desenvolvido neste projeto poderá ser aplicado como revestimento interno de cantis, assim como em filtros biológicos entre outras aplicações que requerem propriedades que estão associadas às próprias características dos materiais cerâmicos em geral, como alta resistência mecânica, resistência a temperaturas elevadas e a ataques químicos entre outras. (Campos, 2001; Norton, 1973)

Para a caracterização deste material composto, foram confeccionadas pastilhas cerâmicas com duas camadas, sendo uma de titânia com amido de batata e outra de alumina com amido de mandioca. A composição foi feita considerando 50% de sólido, e a porcentagem de amido variou de 5% a 40% , com intervalos de 5% .

As pastilhas foram caracterizadas qualitativamente e quantitativamente. A análise qualitativa foi feita quanto à adesão entre as camadas e análise da interface, para tanto foram utilizadas imagens laterais das pastilhas, obtidas pelo estereoscópio, enquanto que a análise quantitativa foi feita quanto à perda de massa e contração, por análise termogravimétrica e por microscopia quantitativa.

Na análise da perda de massa e contração, após cada uma das três etapas do processo de obtenção das pastilhas cerâmicas (secagem, pré-sinterização e sinterização), todas as pastilhas foram pesadas e tiveram seus diâmetros medidos. A redução do diâmetro e de massa em porcentagem após cada etapa, constam nas tabelas 1 e 2 respectivamente.

Para a realização da análise termogravimétrica, as barbotinas de titânia e alumina foram preparadas separadamente e no equipamento da análise termogravimétrica a barbotina líquida, foi aquecida até 1100° C a uma taxa de 5°C por minuto. No final do processo foram obtidos gráficos da porcentagem de perda de massa *versus* temperatura.

Para a caracterização com base na microscopia quantitativa foram escolhidas pastilhas com adesão dentre as amostras com 15, 25,30 e 35% de amido. A caracterização foi feita quanto à fração porosa, para tanto foram obtidas imagem no microscópio óptico, sobre iluminação campo escuro, de toda a superfície seccionada das pastilhas.

Após a caracterização qualitativa de todas as amostras, observou-se uma melhor adesão nas pastilhas fabricadas com 25% de amido (figura 1). Uma provável explicação é a relação entre a quantidade de amido utilizada na conformação das pastilhas e a porosidade, uma vez que quanto maior a quantidade de amilopectina, presente no amido, melhor é a adesão, já que a amilopectina é a substância que permite ao amido adquirir uma textura gomosa e coesiva, na temperatura de secagem. No entanto, o aumento da quantidade de amido provoca também o aumento da porosidade acentuando o efeito de densificação. (Campos, 2001)

As pastilhas confeccionadas com menos de 25% de amido, apresentaram várias trincas, descolamento de camadas, sendo que em alguns casos as pastilhas se partiram por completo, como observado nas pastilhas com 5% de amido (figura 2). Para as amostras com mais de 25% de amido a adesão não foi satisfatória, pois embora a quantidade de amilopectina seja suficiente, o efeito de densificação predomina e faz com que as camadas se descolem.

A presença de trinca nas pastilhas pode ter ocorrido durante a sinterização, dado que as densificações das camadas de alumina e titânia são diferentes, e/ou devido à contração, que ocorre

durante o retorno à temperatura ambiente, dada a diferença entre os coeficientes de dilatação térmica desses materiais.

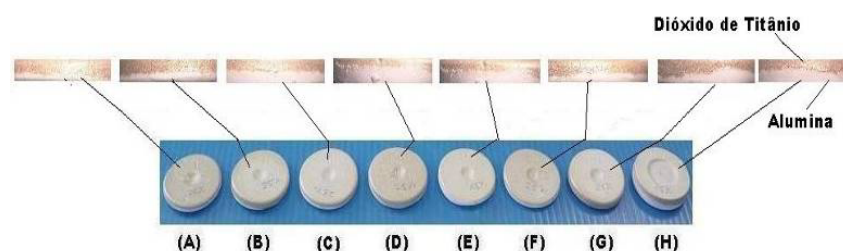


Figura 1 - Imagem das pastilhas com 25% de amido, com as respectivas vistas laterais para exibir as interfaces.

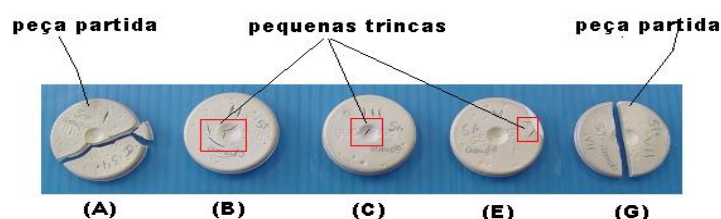


Figura 2 - Imagem das pastilhas com 5% de amido que trincaram ou se partiram após a sinterização.

Na análise da perda de massa, com os dados da tabela 1, podemos observar que a maior perda de massa ocorre após a etapa de pré-sinterização, pois nesta etapa o material é exposto à uma temperatura de 1100° e como o amido é um material orgânico, a esta temperatura, todo o amido já foi eliminado. Já na análise da contração, com os dados da tabela 2 foi possível observar que a redução no diâmetro das pastilhas foi mais acentuada após a etapa de sinterização, pois nesta etapa as partículas se unem ocupando parte dos espaços vazios ou poros presentes no material, ocorrendo assim a densificação.

Tabela 1 - Média da redução de massa após cada etapa do processamento.

% Amido	Pré-Sinterizada (%)	Sinterizada (%)	Total (%)
5	6,63	0,56	7,19
10	8,32	0,42	8,74
15	13,80	0,44	14,24
20	15,19	6,25	21,44
25	14,54	4,25	18,79
30	16,40	10,90	27,30
35	6,00	14,89	20,89
40	4,00	10,42	14,42

Essa densificação provocada pela sinterização pode ser considerada como umas das causas do surgimento de descolamentos ou de trincas nas pastilhas, devido à existência de taxas diferentes de densificação para as duas camadas. A conformação com amido acentua o efeito de densificação na etapa de sinterização devido à quantidade de poros que ele proporciona. (Costa, 2006).

Pela análise termogravimétrica, observou-se que em todas as amostras de alumina a maior perda de massa ocorreu em média entre as temperaturas de 100 a 400° C, indicando que acima desta faixa a massa torna-se estável e a perda de material tende a zero.

As amostras de titânia apresentaram em média um percentual de maior perda de massa entre as temperaturas de 109 a 121°C., enquanto que as de alumina este intervalo foi entre 100 e 400°C. Nestes intervalos de temperatura é possível observar dois estágios distintos, 100 a 200° C onde a perda

de massa é decorrente da evaporação da água, e de 200 a 300°C decorrente da perda de massa devido à decomposição do amido, sendo que estas faixas são delimitadas por inflexões na curva de ATG (figura 3).

Tabela 2 - Percentual da redução dos diâmetros das pastilhas cerâmicas de cada amostra.

% Amido	Pré-Sinterizada (%)	Sinterizada (%)	Total (%)
5	1,38	11,58	12,96
10	1,04	11,93	12,97
15	1,04	12,94	13,98
20	1,40	12,28	13,68
25	1,38	12,68	14,06
30	0,68	12,46	13,14
35	0,35	13,24	13,59
40	1,03	12,50	13,53

Os gráficos do ATG apresentaram uma mesma tendência para as diferentes porcentagens de amido, tanto para a titânia como para a alumina. Os gráficos para a alumina e titânia com 25% de amido estão nas figuras 3 e 4 respectivamente.

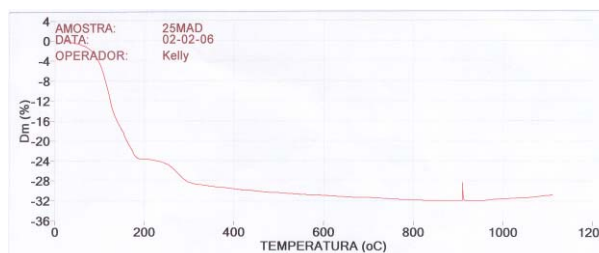


Figura 3 - Curva obtida pela ATG para a alumina com 25% de amido.

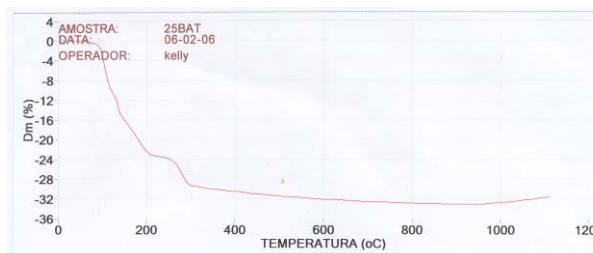


Figura 4 - Curva obtida pela ATG para a titânia com 25% de amido.

Com a análise microscópica das pastilhas foi possível calcular a fração porosa de cada camada de forma a verificar a relação aderência e porosidade.

Os valores de fração porosa estão apresentados na tabela 3, onde se pode observar que para teores de amido de 15 e 35%, a camada de alumina apresenta maior porosidade, o que não era esperado, porém essa contradição nos resultados pode ser considerada aceitável visto que a diferença de porosidade entre as camadas é pequena e pode estar incluída em erros durante a contagem de poros da camada de alumina que apresentou certa resistência no polimento dificultando a revelação dos poros.

Tabela 3 - Valores de fração porosa das camadas de alumina e titânia.

Teor de Amido (%)	Fração Porosa Média (%)	
	Alumina	Titânia
15	67,07	59,21
25	62,65	65,66
30	58,31	63,22
35	73,05	69,22

Contudo pode-se obter desta análise a informação de que a adição de amido, mesmo que em baixos teores, causa uma porosidade acima de 50%, e que essa porosidade cresce com o aumento do teor de amido tanto na camada de alumina como na de titânia.

Na figura 5, é possível observar a interface alumina/titânia para uma pastilha com 25% de amido. A irregularidade da interface pode explicar melhor a aderência devido ao fato de que a pastilha

pode ter apresentado aderência não apenas pela propriedade coesiva do amido, mas também pela ancoragem mecânica proporcionada pela rugosidade entre as camadas.

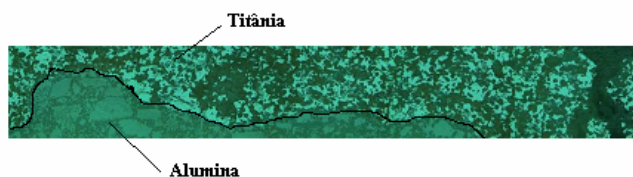


Figura 5 - Região da interface entre as camadas de alumina e titânia de uma pastilha da amostra com 25% de amido. Aumento de 100x.

Na figura 6, pode-se observar a imagem de uma região de interface de uma pastilha com 15% de amido. Neste caso a interface praticamente não apresenta rugosidade e a adesão se dá principalmente pela propriedade coesiva do amido, por isso a incidência de adesão foi menor na amostra de 15% de amido.

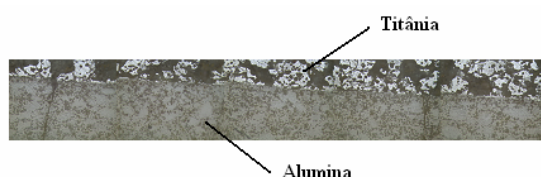


Figura 6 - Região da interface entre as camadas de alumina e titânia de uma pastilha da amostra com 15% de amido. Aumento de 100x.

Assim, temos que, a rugosidade existente entre as camadas, que esta relacionada com a quantidade de poros interconectados ou poros abertos presentes no material, interfere na adesão de forma positiva fazendo com que esta ocorra de forma mais intensa.

No final de toda a caracterização conclui-se que a técnica de conformação com amido é bastante interessante e econômica, pois pode ser realizada sem maiores dificuldades e sem o auxílio de equipamentos sofisticados. Com a análise das amostras observou-se que com a adição de 25% de amido, os efeitos de densificação e da contração térmica, combinados, permitem a viabilidade da integridade estrutural de peças cerâmicas compostas de dois materiais inicialmente incompatíveis.

Referências Bibliográficas

CAMPOS, E. **Obtenção e Análise de Cerâmicas Conformadas com Amidos Comerciais**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia, UNESP, Guaratinguetá, 2001.

CEREDA, M. P. (ed.), **Cultura de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas – Volume 1: Propriedades Gerais do Amido**, São Paulo :Fundação Cargil, , 2001.98 p.

COSTA, D. J. **Caracterização Térmica e Mecânica de Cerâmicas Porosas com camadas de TiO₂ e Al₂O₃**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia, UNESP, Guaratinguetá, 2006.

NORTON, F. H., **Introdução à Tecnologia Cerâmica**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1973. 101 p.

Bolsa: CNPq/PIBIC