

INFLUÊNCIAS DA MISTURAS DE AGAR E AMIDO NA CONFORMAÇÃO DE CORPOS CERÂMICOS.

Pietro Carelli R. de O. Caltabiano, Luis Rogerio de Oliveira Hein, Tessie Gouvea da Cruz. – Engenharia de Materiais e Metalurgia – Engenharia de Materiais – Departamento de Materiais e Tecnologia – Faculdade de Engenharia – Campus de Guaratinguetá.

O processo de conformação com amido é uma técnica de conformação direta, que possibilita a produção de cerâmicos porosos com geometria complexa. Fundamentada nas propriedades do gel do amido, que atua como ligante, e que na sua decomposição origina de poros.

Nesta técnica, uma suspensão cerâmica é feita e vertida num molde não poroso, e então submetida a um tratamento térmico antes da pré-sinterização, para que ocorra a gelatinização do amido. Durante a etapa de gelatinização, as moléculas do amido absorvem a água presente na suspensão, permitindo que as partículas do pó cerâmico entrem em contato. Durante o resfriamento as moléculas do amido tendem a se reorganizar formando uma rede tridimensional coesa (retrogradação). Ao fim do processo de gelatinização obtêm-se um corpo cerâmico sólido, sem a remoção do líquido. A vantagem, em relação às outras técnicas é que usando o amido, composto orgânico biodegradável, como ligante ao sinterizar a cerâmica, não há liberação de agentes tóxicos (CAMPOS, 2001; SANTOS, 2002; CRUZ, 2003).

O Agar é um polissacarídeo com características semelhantes a do amido, que é conhecido pela resistência de seu gel quando resfriado. Apresenta-se como um filme particulado, formado pela desidratação de seu gel e é termorreversível. O agar e o amido possuem dois tipos de estrutura em sua composição, a linear e a ramificada. No amido essas moléculas são respectivamente a amilose e a amilopectina, e no Agar, a agarose e a agarpectina, sendo estas responsáveis pela formação de géis (CEREDA, 2001; MILLÁN, MORENO, NIETO, 2002).

Visando a utilização de um novo agente consolidador, propôs-se um estudo sobre a atuação conjunta do agar e do amido na conformação de cerâmicas porosas de dióxido de titânio, pela técnica já usada em laboratório.

As amostras cerâmicas foram preparadas estabelecendo-se 50% do volume em sólido, sendo a porcentagem de dióxido de titânio, agar e amido variando conforme a Tabela 1.

Tabela 1 – Amostras conformadas com agar e amido.

(1% volume de sólidos em agar)		
Amostras	Amido (%)	TiO ₂ (%)
1	9	90
2	14	85
3	19	80
4	24	75
5	29	70

Os materiais homogeneizados num agitador mecânico. A suspensão foi vazada em moldes poliméricos com 30 mm de diâmetro até uma altura entre 10 e 15 mm, tampada e colocada em uma estufa para gelatinizar a 90°C. As amostras foram secas a 110°C por 2 horas, pré-sinterizadas 1100°C e sinterizadas a 1450°C por um período de 1 hora.

As amostras foram cortadas em seu diâmetro, lixadas (lixas de granas 600, 1200 e 1500) e polidas (pastas de diamante de 6, 3 e 1 µm). As superfícies tratadas foram mapeadas com uma ampliação de 100 vezes, com o auxílio do microscópio óptico Nikon Model Epiphot 200 e a Câmera Diagnostic Instruments Spot Insight Color QE. As imagens adquiridas foram processadas nos programas NIH Image J e SPSS Sigma Plot 8.0, para a obtenção dos valores de fração porosa e de um mapa de cores da distribuição porosa, respectivamente.

As Análises Termogravimétricas (ATG) foram realizadas num sistema BP Engenharia RS3000. Visto que, em suspensões cerâmicas com diferentes teores de amido, o comportamento da perda de massa pela temperatura diferencia-se somente na porcentagem de perda, que é proporcional ao teor de amido (Carvalho, 2003), foram analisadas duas suspensões: uma com composição equivalente a da amostra 1, e outra com as mesmas quantidades de água e TiO_2 da amostra 1, mas sem a adição de hidrocolóides.

Os resultados obtidos pela termogravimetria são apresentados nos gráficos da figura 1.

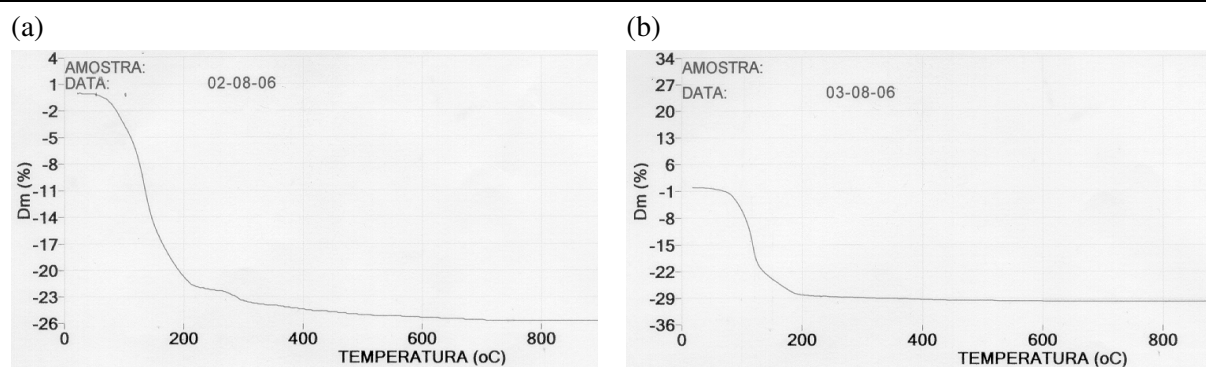


Figura 1 – Análise termogravimétrica de suspensão de TiO_2 : (a) com hidrocolóides; (b) sem hidrocolóides.

A análise termogravimétrica mostra que a princípio há a evaporação de água livre, que ocorre com o início da perda de massa até o primeiro ponto de inflexão, entre as temperaturas de 110-140°C. Em seguida inicia-se uma disputa entre a evaporação da água do gel formado pelo amido e a sua retrogradação, que é forçada pela perda de água entre as temperaturas de 120-200°C. Finalizando esse processo ocorre a queima da matéria orgânica, a 500°C já não há mais massa a perder.

Na análise foi registrado que a amostra com hidrocolóides apresentou perda em massa de aproximadamente de 23% até uma temperatura de 280°C, e uma perda média de 3% até o fim do processo. Enquanto que para a amostra sem hidrocolóides a perda foi de 28,8% até 299°C e 2,22% até o final, essa perda mais rápida se deve a ausência de hidrocolóides na suspensão.

Comparando-se os dados proporcionados pela análise microscópica (Tabela 2), observou-se que a fração porosa média aumentou com a porcentagem de polissacarídeos, enquanto o intervalo de porosidade diminuiu (exceto para a amostra 3, na qual a fração porosa foi a menor e o intervalo foi maior).

Tabela 2 – Valores das Frações Porosas de Todas as Amostras.

Amostra	Fração porosa média	Intervalo da porosidade	Δ Fração porosa
1	55,16%	45,35% a 66,10%	20,75%
2	61,50%	54,85% a 74,76%	19,91%
3	45,00 %	32,60% a 56,00%	23,40%
4	64,11%	57,20% a 74,25%	17,05%
5	73,42%	68,78% e 77,86%	9,08%

Outras características reveladas pela microscopia foram a presença de poros isolados e abertos na estrutura das amostras. A amostra 3 apresentou em sua maioria poros fechados e poros com pouca conexão entre si. As amostras 1, 2 e 4 apresentaram poros fechados nas regiões de menor porosidade e

poros abertos nas regiões de maior porosidade. Na amostra 5 os poros abertos predominaram. Na figura 2 são apresentadas as imagens das regiões com poros fechados e abertos respectivamente, da amostra 1.

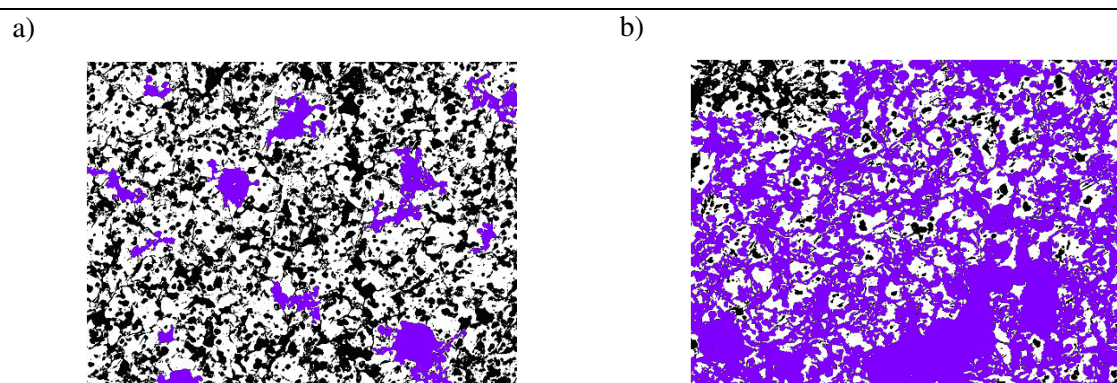


Figura 2 – Imagens binárias dos setores da amostra 1: a) região menos porosa; b) região mais porosa.

Em função das amplas faixas de valores de fração porosa e dos mapeamentos notou-se que as distribuições espaciais das porosidades foram irregulares. Apresentando em alguns casos gradientes de porosidades, devido à decantação; e em outros casos distribuições heterogêneas, podendo ser explicada por flutuações térmicas durante a etapa de gelatinização. SIGMUND, BELL e BERGSTRÖM (2000, p. 1565), mencionam em seu trabalho, que a gravidade e as flutuações térmicas, provocam respectivamente a decantação das partículas mais pesadas e a aglomeração do componente solúvel em algumas regiões. Nas Figuras 3 (a) e (b) são apresentados dois mapas de cores que retratam a ação desses dois efeitos.

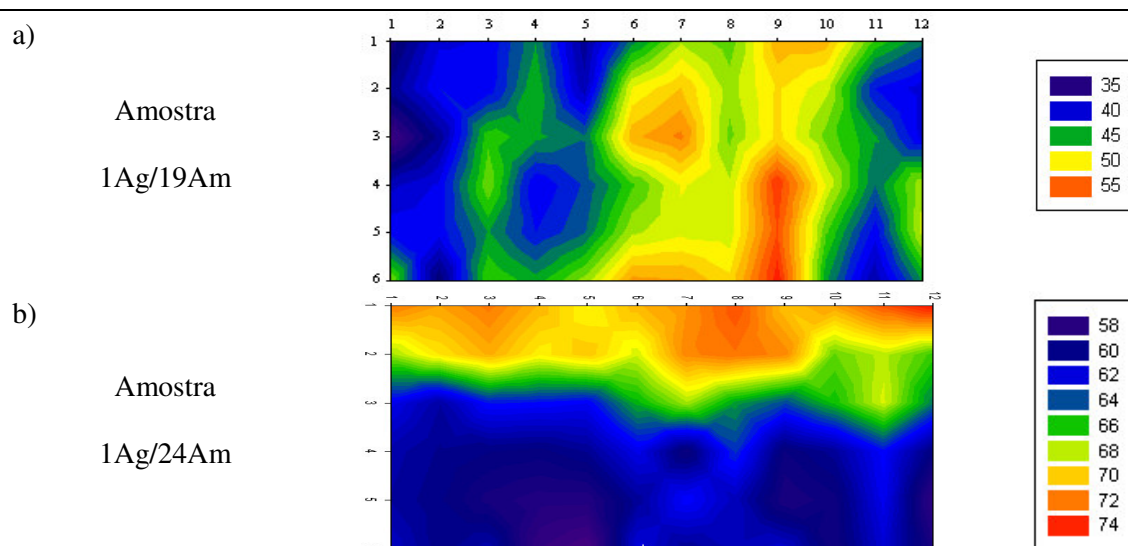


Figura 3 - Exemplos de distribuições porosas: (a) distribuição heterogênea; (b) gradiente de porosidade.

As análises térmicas mostraram que o processo de perda de massa das suspensões com hidrocolóides é mais lento, devido à competição entre a evaporação da água do gel formado pelo amido e a sua retrogradação.

A produção de peças utilizando o agar e o amido como ligante e formador de poros, proporcionou em geral, cerâmicos com alta porosidade e morfologia heterogênea. Na maioria das amostras a morfologia diferiu-se: pelos tipos de poros, fechados e abertos, encontrados nas regiões de menor e maior porosidade, respectivamente; e pela distribuição espacial das frações porosas, que indicaram situações de gradiente de porosidade e de distribuições heterogêneas.

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**, Fundação Cargil, São Paulo, 2001.

CRUZ, T. G., **Técnicas de Microscopia Óptica e Processamento Digital de Imagens na Caracterização Microestrutural de Cerâmicas Porosas Conformadas por Consolidação com Amido**. Tese (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, UNESP, Guaratinguetá, 2003.

MILLÁN, A. J., MORENO, R., NIETO, M.I., Thermogelling polysaccharides for aqueous gelcasting - Part I: a comparative study of gelling additives. **Journal European Ceramic Society** 22 2209–2215 (2002).

SANTOS, F. P. **Desenvolvimento de Cerâmica de Dióxido de Titânio para Utilização como Biomaterial**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, UNESP, Guaratinguetá 2002.

SIGMUND, W. M.; BELL, N. S.; BERGSTRÖM, L. Novel Powder-Processing Methods for Advanced Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society** 83 [7] 1557-74 (2000).

Bolsa: FAPESP