

CERÂMICAS POROSAS A BASE DE CARBETO DE SILÍCIO OBTIDAS PELA TÉCNICA GELCASTING UTILIZANDO AMIDO DE BATATA

R. M. Mesquita; A. H. A. Bressiani

Avenida Professor Lineu Prestes, 2242, Cidade Universitária, São Paulo, Brasil,

05508-000, rmesquita@ipen.br

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais

Resumo

Cerâmicas porosas à base do carbetto de silício são materiais que vem sendo desenvolvidos para diversas aplicações, como, exaustor de gases quentes, filtros de metal fundido, filtros de partículas para motores a diesel e outros. Os métodos comumente utilizados para produção de cerâmicas porosas à base de carbetos são: réplica, conversão orgânico-cerâmica, e sinterização parcial. Estes métodos possuem limitações em relação às propriedades mecânicas dos corpos obtidos tornando a busca por novos métodos relevante. O método de gelcasting com uso de amido já foi empregado com sucesso para produção de cerâmicas porosas de alumina, cordierita e nitreto de silício. Neste trabalho, foram obtidos corpos com a porosidade e tamanho de poros controlados por meio da utilização de amido de batata. As amostras obtidas apresentaram porosidade de aproximadamente 36% e resistência mecânica de 110 MPa.

Palavras - chave: cerâmicas porosas, gelcasting, carbetto de silício,

INTRODUÇÃO

A maioria das aplicações tecnológicas envolve cerâmicas densas, mas há um crescente número de aplicações para as quais se utilizam cerâmicas porosas. As aplicações mais conhecidas para as cerâmicas porosas são: isolantes térmicos; catalisadores e suportes de catalisadores; filtros e membranas para filtração e

separação de partículas, gases e líquidos; queimadores de gases e difusores. O campo de utilização de cerâmicas porosas vem experimentando uma recente e contínua expansão para novos setores tecnologicamente estratégicos, como o de biomateriais, farmacêutico, alimentício, aeroespacial, petroquímico, de engenharia ambiental, e outras áreas. ⁽¹⁻⁶⁾

Cerâmicas macroporosas podem ser produzidas por diversos métodos, como, gel-casting, espumas, fase sacrificial, réplica e outros. Os amidos, por suas características específicas, podem ser utilizados como aditivos, tanto como fase sacrificial, quanto agente gelificante no método de gelcasting. Pode ser extraído de diferentes vegetais (milho, mandioca, arroz, batata.), sendo que diversas de suas propriedades e características são determinadas pela sua origem. Os amidos têm diversas aplicações na indústria como: espessantes, gelificantes, adesivos, etc. As partículas de amido variam de tamanho entre 2 e 170 µm (conforme a origem), e são formados por misturas de 2 tipos de polissacarídeos, um linear (amilose) e um altamente ramificado (amilopectina), sendo a amilose a responsável pela gelificação do amido em suspensões aquosas. Entre os estudos na área de processamento cerâmico destacam-se os feitos pelo grupo de Gregorová et al. ^(7,8) e Ferreira et al. ⁽⁹⁻¹²⁾, nos estudos destes grupos o amido foi adicionado em proporções de 15% a 60%, gerando porosidade entre 20% e 60%.

No caso do carbetto de silício poroso, em estudo recente buscou-se relacionar as diferentes técnicas de produção com a porosidade obtida. Nesse estudo chegou-se a conclusão de que utilizando a técnica da fase sacrificial o ajuste desta fase torna possível controlar a porosidade sem alterar a forma dos poros. Quando se trabalha com parâmetros de sinterização, o aumento da temperatura afeta tanto a porosidade quanto a morfologia dos grãos, e o tempo, apesar de alterar a morfologia dos grãos, influencia pouco na porosidade. A porosidade obtida nesse estudo variou de 35 a 95%. ⁽¹³⁾

Em estudo realizado com nitreto de silício ⁽¹⁴⁾ foi constatado que a utilização de amido como fase sacrificial produz uma relação quase linear entre o percentual de amido adicionado e a porosidade obtida, isto pode ser relacionado também com as propriedades mecânicas, sendo que com o amido de batata foram atingidos maiores valores de porosidade.

Neste trabalho foi utilizado o amido de batata como agente gelificante e formador de poros. As amostras foram caracterizadas em relação à porosidade pelo método de Archimedes, à resistência mecânica por ensaio de compressão e à microestrutura com microscopia eletrônica de varredura (MEV).

MATERIAIS E MÉTODOS

Mistura com a composição em peso de 90% de β -SiC (H.C. Stark), 6% de Y_2O_3 (H.C. Stark) e 4% de Al_2O_3 (GT-3000SG) foi moída em moinho de alta energia, tipo Atritor, por 4 horas a 300 rpm, utilizando-se esferas e recipiente de SiC com haste polimérica, e álcool isopropílico, como meio líquido. Após a moagem, a suspensão foi seca em rotoevaporador e desaglomerada.

A distribuição do tamanho de partículas do amido foi analisada utilizando-se o método de espalhamento de laser com o equipamento (CILAS 1064). A temperatura para retirada do amido foi determinada com uso de análise termogravimétrica.

Para este estudo foi usado amido de batata. Foram preparadas suspensões aquosas contendo 50% em peso de sólido, sendo adicionado às mesmas 10,18% em peso de amido (com relação à massa de SiC) que corresponde a 20% em volume. A mistura foi feita em misturador magnético. As suspensões contendo amido foram vertidas em moldes cilíndricos e aquecidas em banho termostático em temperatura típica de gelificação para o amido de batata: 65 °C.⁽¹⁵⁾ Todos os corpos foram mantidos na temperatura de gelificação por 2 horas. Os corpos foram desmoldados e secos, por processo lento de secagem (24 h a 40 °C) em estufa. Após a secagem foi realizada a eliminação dos orgânicos por tratamento térmico, utilizando um aquecimento lento a uma taxa de 1°C/min, com patamar de 60 minutos a 300°C, seguido de resfriamento na mesma taxa. Os corpos de prova foram sinterizados em forno com elemento resistivo de grafite (Astro furnace), a 1850 °C por 60 minutos, sob atmosfera de 0,2 MPa de Ar, com taxa de aquecimento de 15 °C/min., e resfriamento a 40°C/min.

Todas as amostras foram caracterizadas quanto à densidade e porosidade aparentes (método de Archimedes). As amostras foram cortadas e retificadas nas dimensões de aproximadamente 10mm de altura por 19mm de diâmetro para realização dos ensaios de compressão mecânica

A resistência mecânica foi obtida por ensaio de compressão, utilizando-se máquina de ensaio universal Instron 4400R com célula de carga de 10 toneladas e o avanço de 0,5 mm por minuto, foram utilizadas 5 amostras para obtenção da resistência mecânica média.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O amido foi caracterizado por espalhamento laser e análise termogravimétrica. O resultado obtido para tamanho médio de partícula é mostrado na Fig. 1.a. O tamanho médio das partículas do amido é de 44,5µm, ao compará-lo com os valores obtidos na literatura ⁽¹⁵⁾ (40-50µm), nota-se que o amido utilizado neste trabalho é similar aos já utilizados em outros. O amido de batata teve sua decomposição estudada por meio de análise termogravimétrica, de maneira a ser definido um tratamento térmico que garantisse a retirada de toda a fase orgânica sem causar danos à amostra, Fig. 1.b. Analisando a Fig. 1.b observa-se uma perda de massa pequena até cerca de 125°C, que pode ser relacionada com a perda de água presente nas amostras. O fenômeno observado a seguir, na faixa entre 275°C e 325°C, é a decomposição do amido e sua transformação em Co_x devido à combinação com o oxigênio no ambiente do forno ⁽⁹⁾. Após essa temperatura o carbono remanescente do amido continua a ser retirado da amostra, só que a taxa de perda de massa é cerca de 3 vezes menor. Isto indica que na temperatura de patamar escolhida 300°C a maior parte do amido é eliminada, restando apenas às cinzas que são eliminadas com a continuidade do tratamento térmico até 500°C.

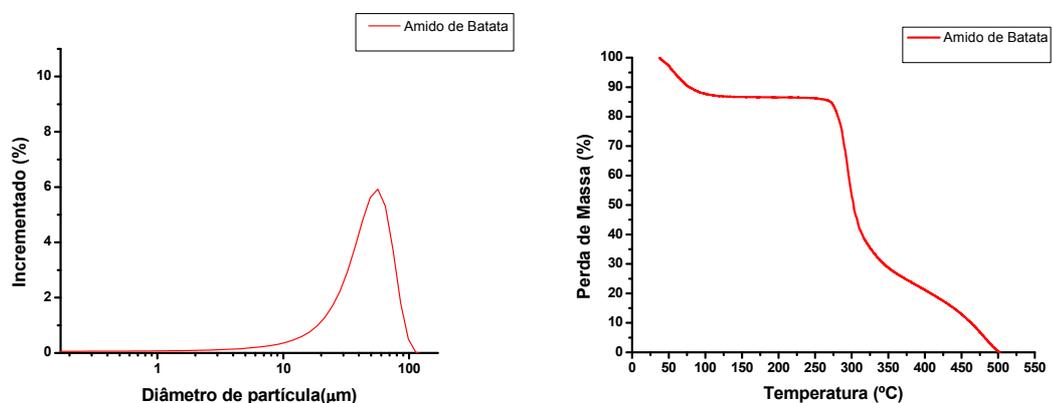


Figura 1: Análises feitas do amido de batata (a)distribuição do tamanho de partícula; (b) análise termogravimétrica.

As amostras preparadas com 20% em volume de amido de batata tiveram uma porosidade de $36\pm 3\%$, a diferença entre o valor adicionado e a porosidade final obtida pode estar relacionada a 2 fatores: aprisionamento de bolhas de vapor ou de ar (introduzido acidentalmente durante a preparação da suspensão) na amostra ou densificação parcial da matriz cerâmica. Os valores obtidos pelo ensaio de compressão foram agrupados na Fig. 2. É possível notar a dispersão dos valores de resistência mecânica, porém sem relação direta com a porosidade. Esta variação ocorre devido a trincas presentes nas amostras que provavelmente criados na etapa de consolidação. Os testes indicaram uma resistência à compressão mecânica média de 110 ± 15 MPa. Este valor, se comparado com o de trabalhos similares encontrados na literatura ⁽¹⁶⁾, é 4 vezes menor devido à diferença em relação ao processo de sinterização da amostra, onde após a sinterização a 1850°C por 1 hora, as amostras foram submetidas a um tratamento térmico a 1950°C por 4 horas. Este tratamento térmico provavelmente elimina a porosidade residual presente na matriz e promove o crescimento de grão, o que melhora as propriedades mecânicas da matriz cerâmica e conseqüentemente da cerâmica porosa obtida. Na Fig. 3, a porosidade residual presente nas amostras é perceptível, esta não é desejável, pois o ideal é obter a matriz cerâmica densa com os poros sendo somente gerados pela fase sacrificial. Na Fig. 4 são mostradas micrografias da fratura da amostra obtida.

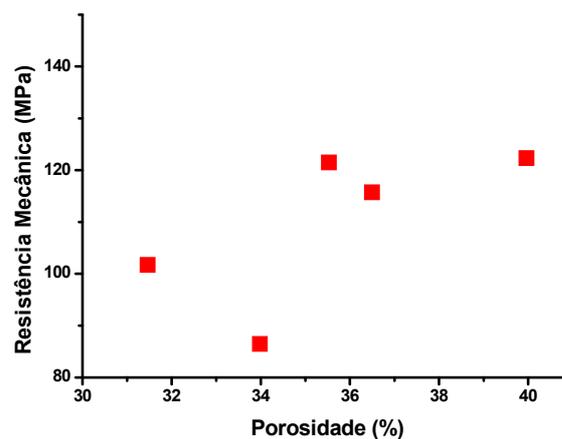


Figura 2: Relação da resistência à compressão com a porosidade das amostras obtidas por gelcasting.

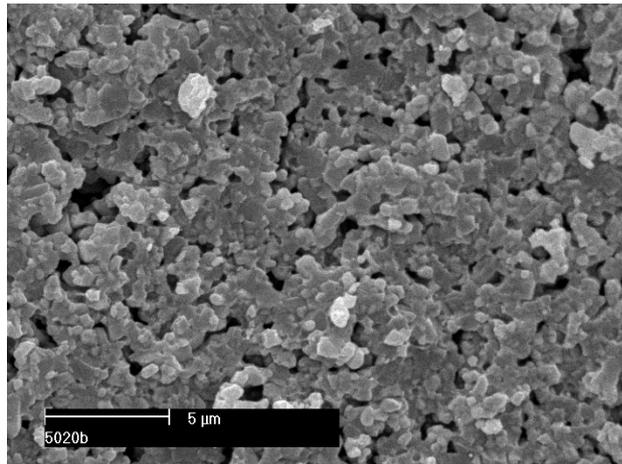


Figura 3: Matriz cerâmica da amostra obtida.

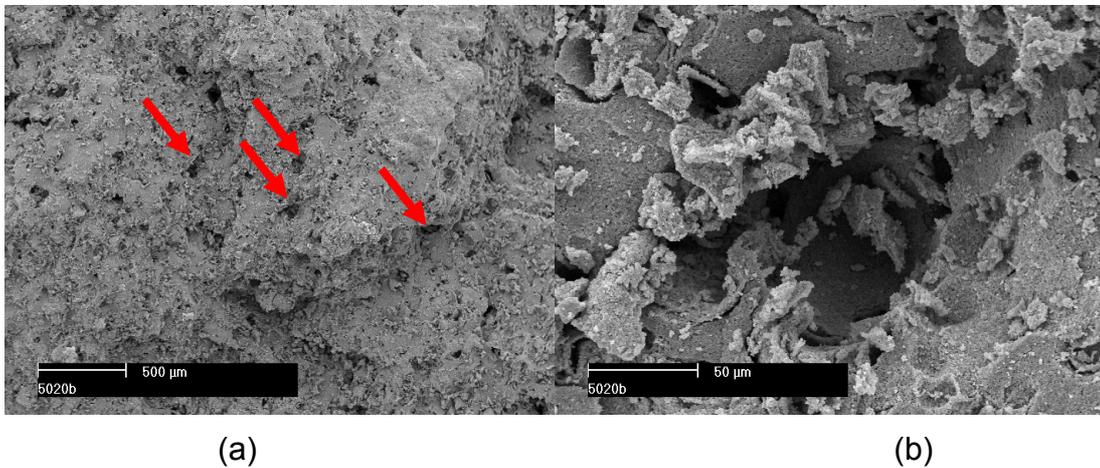


Figura 4: Fratura da amostra obtida.

Na Fig. 4.a é mostrada a superfície de fratura da amostra, onde podem ser vistos os poros (indicados pelas setas), observa-se que os poros estão distribuídos de maneira homogênea pela amostra e que possuem aproximadamente o mesmo diâmetro. Na Fig. 4.b um poro é visto em detalhe, como esperado o tamanho de poro fica próximo ao tamanho do amido utilizado, cerca de 45µm.

CONCLUSÃO

O método gelcasting de amido de batata permitiu a produção de amostras com porosidade entre 30 a 40% com resistência mecânica de aproximadamente 110MPa.

A resistência à compressão das amostras não pode ser comparada diretamente com a obtida em outros estudos, devido à diferença no tratamento térmico.

REFERÊNCIAS Bibliográficas

1. GUZMAN, I.Y. Certain principles of formation of porous ceramic structures: properties and applications (A Review). ***Glass and Ceramics***, v. 60, n. 9-10 p. 280-283, 2003.
2. SHEPPARD, L. Porous ceramics: Processing and applications. In: INTERNATIONAL FORUM FOR MATERIALS ENGINEERING AT SANJO TSUBAME (IFMEST) `92, September 28-29, 1992, Niigata. p. 3-23.
3. KELLY, A. Why engineer porous materials? ***Philosophical Transactions of The Royal Society A***, v. 364, n. 1838, p. 5-14, 2006.
4. NETTLESHIP, I. Applications of Porous Ceramics. ***Key Engineering Materials***, v. 122 - 124, p. 305 - 324, 1996.
5. STUDART, A.R.; GONZENBACH, U.T.; TERVOORT, E.; GAUCKLER, L.J. Processing routes to macroporous ceramics: A Review. ***Journal of the American Ceramic Society***, v. 89, n. 6, p. 1771-1789, 2006.
6. COLOMBO, P. Conventional and novel processing methods for cellular ceramics. ***Philosophical Transactions of The Royal Society A***, v. 364, n. 1838, p. 109-124, 2006.
7. GREGOROVÁ, E.; PABST, W. Porosity and pore size control in starch consolidation casting of oxide ceramics – Achievements and problems. ***Journal of the European Ceramic Society***, v.27, n.2-3, p. 669-672, 2007.
8. GREGOROVÁ, E.; ZIVCOVÁ, Z.; PABST, W. Porosity and pores space characteristics of starch-processed porous ceramics. ***Journal Materials Science***, v.41, n.18, p. 6119-6122, 2006.
9. LYCKFELDT, O.; FERREIRA, J.M.F Processing of Porous Ceramics by 'Starch Consolidation'. ***Journal of the European Ceramic Society***, v.18, n.2, p. 131-140, 1998.
10. LEMOS, A.F.; FERREIRA, J.M. Porous bioactive calcium carbonate implants processed by starch consolidation. ***Materials Science and Engineering C-Biomimetic Supramolecular Systems***, v. 11, n.1, p. 35 - 40, 2000.
11. ALVES, H.M.; TARI, G.; FERREIRA, J.M. Processing of porous cordierite bodies by starch consolidation. ***Materials Research Bulletin***, v. 33, n.10, p. 1439 - 1448, 1998.
12. BAREA, R.; OSENDI, M.I.; MIRANZO, P.; FERREIRA, J.M.F. Fabrication of Highly Porous Mullite Materials. ***Journal of the American Ceramic Society***, v. 88, n.3, p. 777 - 779, 2005.
13. KIM, Y-W.; JIN, Y-J.; EOM, J-H.; SONG, I-H.; KIM, H-D. Engineering Porosity in silicon carbide ceramics. ***Journal Materials Science***, v.45, p. 2808-2815, 2010.
14. MESQUITA, R.M.; BRESSIANI, A.H.A.; ALBANO, M.P.; PLUCKNETT, K.P.; GENOVA, L.A. Produção de Corpos Porosos de Nitreto de Silício Utilizando-se amido como Fase Sacrificial. In: 52º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2008, Florianópolis, p. 1-10.
15. GREGOROVÁ, E.; PABST, W.; BOHAČENKO, I. Characterization of different starch types for their application in ceramic processing. ***Journal of the European Ceramic Society***, v.26, p. 1301-1309, 2006.
16. EOM, J-H.; KIM, Y-W. Effect of template size on microstructure and strength of porous silicon carbide ceramics. ***Journal of the Ceramic Society of Japan***, v. 116, n. 10, p. 1159-1163, 2008.

POROUS SILICON CARBIDE CERAMICS MADE BY GELCASTING WITH STARCH

ABSTRACT

Porous ceramics based on silicon carbide are materials that have been developed for various applications, like hot gases exhaust. Methods commonly used for production of porous ceramic-based carbides are: replica, transformation of an organic matrix in a ceramic body, and partial sintering. These methods have limitations on mechanical properties of bodies obtained by making the research for new methods relevant. The method of gelcasting with starch has been successfully used to produce porous ceramic like alumina, cordierite and silicon nitride. In this work were obtained bodies with porosity and pore size controlled through the use of potato starch. The samples had porosity about 36 % and mechanical strength of 110 MPa.

Keywords: silicon carbide, porous ceramics, gelcasting