

## PRODUÇÃO DE PEÇAS CERÂMICAS DE ALUMINA VIA COLAGEM DE BARBOTINAS

Rodrigues, A.M., mouraugusto1@gmail.com<sup>1</sup>

Castro, G.H., guilherme\_hoffman@hotmail.com<sup>1</sup>

Ribeiro, L.R.N., liviariveiro21@gmail.com<sup>1</sup>

Palhares, L.B. lbpalhares@hotmail.com<sup>1</sup>

Santos C.G. dos<sup>2</sup>, claudio@iceb.ufop.br<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET). Departamento de Engenharia de Materiais. Avenida Amazonas, 5352, Nova Suíça, Belo Horizonte, MG. CEP: 30.421-169

<sup>2</sup>Universidade Federal de Ouro Preto. Departamento de Química. Campus Morro do Cruzeiro. Ouro Preto. CEP: 35400-000

**Resumo:** A obtenção de produtos cerâmicos via colagem de barbotinas (slip casting) envolve a utilização de pós-finos (geralmente  $< 1 \mu\text{m}$ ) de tal modo que forças superficiais têm um considerável impacto nas propriedades das suspensões. Geralmente são utilizados sistemas com elevadas porcentagens de sólidos e a grande dificuldade é alcançar a estabilidade para produção das peças cerâmicas devido a presença das forças atrativas (forças de Van der Waals) que levam a formação de aglomerados e posteriormente, a produção de peças a verde com defeitos. As forças atrativas podem ser balanceadas através de forças repulsivas com a adição de dispersantes ao sistema particulado. No presente trabalho suspensões de alumina foram produzidas com porcentagem de sólidos constante e utilizando-se dois diferentes dispersantes, ácido cítrico, poli(acrilato) de amônio e silicato de sódio. Peças cerâmicas foram produzidas, tratadas termicamente até a temperaturas próximas de  $1500^\circ\text{C}$  e caracterizadas pelo método geométrico e análise de imagens.

**Palavras-chave:** colagem de barbotinas, alumina, ácido cítrico, silicato de sódio, poli(acrilato) de amônio.

### 1. INTRODUÇÃO

O óxido de alumínio, também conhecido como alumina, é um material cerâmico com uma elevada dureza, superada apenas pelo diamante e compostos sintéticos como o carbetto de silício. Outra propriedade de muito destaque deste material é seu alto ponto de fusão, aproximadamente  $2000^\circ\text{C}$ , tornando-o útil em aplicações refratárias. Quando se trata do uso de um material em elevadas temperaturas, espera-se que este apresente uma boa resistência ao choque térmico, inércia química, baixa dissolução vítrea e perdas térmicas, enquanto aplicado. Por isso cerca de um quarto de toda a alumina produzida (ignorando a quantidade utilizada para a síntese de alumínio metálico) vai para a indústria de materiais refratários (Davis, 2010).

Diferentemente dos materiais metálicos que na maioria das vezes são conformados quando fundidos em lingotes ou moldes, os materiais cerâmicos são processados e conformados em seu estado sólido, pois o custo e a energia gasta para a fusão destes materiais é algo inviável para seu processamento. A produção de materiais cerâmicos é uma das atividades mais antigas desenvolvidas pelo homem e, atualmente, mostra-se cada vez mais eficiente em produzir peças de elevado desempenho com capacidade para substituição de materiais tradicionais.

A colagem de barbotinas é um processo bastante simples, através do qual se obtém peças a verde com densidade e microestrutura homogêneas, gerando produtos de alta qualidade e baixo custo. Vários autores (Pirmin, et al, 1996; Catafesta, et al, 2007; Kakade, et al, 2010; Marçal, 2014) tem utilizado com sucesso o processo de colagem para a obtenção de peças de formatos e características variadas para diferentes aplicações. Souza e Mansur (2004) obtiveram com sucesso peças cerâmicas por colagem de barbotina com resíduos provenientes de ardósia.

O processo consiste na consolidação de partículas cerâmicas através de uma suspensão coloidal que é vazada em um molde absorvente. À medida que o líquido é retirado da suspensão pelo molde, as partículas cerâmicas em suspensão se aproximam e começam a formar uma camada de material sólido, na superfície. A espessura desta camada é controlada pelo tempo, conhecido como tempo de colagem, e após atingir-se a espessura adequada, o excesso de barbotina é drenado obtendo-se a peça a verde. Esta peça é então secada em uma estufa para a remoção da água residual, e em seguida levada a um forno para ser sinterizada.

A preparação das suspensões tem papel fundamental na obtenção de peças a verde com qualidade que levarão a obtenção de peças finais com propriedades adequadas. Nessa etapa, destacam-se a importância do controle da porcentagem de sólidos, o dispersante utilizado, os modificadores de pH, e os ligantes. Uma má distribuição do empacotamento das partículas pode levar a uma variação de densidade espacial, o que por sua vez provoca uma

deformação na peça durante a sinterização, prejudicando suas propriedades mecânicas ou estruturais finais (Yates e Lombardo, 2002).

O objetivo principal deste trabalho é a confecção de cadinhos cerâmicos de alumina de baixo custo para utilização nos laboratórios do CEFET. Nas suspensões utilizadas a porcentagem de sólidos na barbotina foi mantida constante, variando-se apenas o tipo e porcentagem dos dispersantes. Os cadinhos obtidos foram sinterizados em temperaturas de aproximadamente 1500°C e as peças foram caracterizadas fisicamente de acordo com a técnica geométrica e análise de imagens via software *ImageJ*.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Matéria Prima:

O óxido de alumínio utilizado foi um óxido comercial obtido em casas cerâmicas para artesanato, ácido cítrico anidro (peso molecular: 192,12 g/mol, NEON), o silicato de sódio (peso molecular 124g/mol. Comercial) e poli(acrilato) de amônio (PMAA) de 72 g/mol (Sigma Aldrich).

### 2.2. Formulação:

Para obtenção das peças via colagem de barbotinas foram utilizadas três formulações com os dispersantes (ácido cítrico e silicato de sódio e PMAA). As porcentagens de sólidos utilizadas para as suspensões foram de aproximadamente 65% e de 0,18% de dispersante. A suspensão foi agitada por 24h em agitador magnético.

Primeiramente, os moldes de gesso forma fabricados no formato de cadinhos e para isso utilizou-se uma proporção 70:100 de água por gesso em massa.

A alumina utilizada foi caracterizada quanto a área superficial das partículas (BET) e análise granulométrica em um granulômetro a laser (Cilas, modelo 1090).

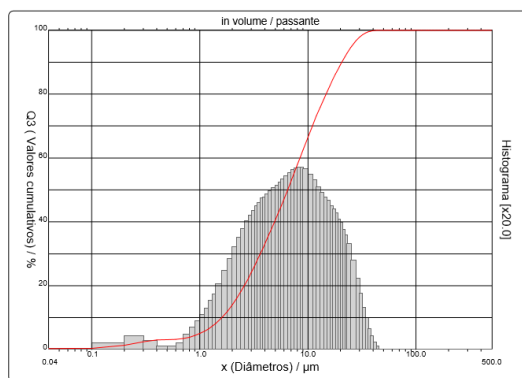
As peças obtidas nos moldes foram mantidas em estufa a 50°C durante 24h, para posterior desmoldagem e sinterização a 1500°C.

Além das peças obtidas nos moldes para fabricar os cadinhos, foram feitos corpos de prova cilíndricos para serem caracterizados quanto ao método geométrico e análise de imagens. Estes corpos foram examinados por microscopia eletrônica de varredura (Shimadzu SSX-550), para se identificar as características superficiais dos mesmos, como a presença de poros e aglomeração de partículas.

A porcentagem de poros em cada amostra foi calculada utilizando-se os dados de densidade aparente e a densidade teórica. O volume de poros por massa da amostra foi obtido multiplicando-se a porcentagem de poros pelo volume do corpo de prova (volume de poros) e dividindo esse valor pela massa do corpo de prova.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 ilustra a distribuição de partículas obtida a partir do ensaio granulométrico. A partir deste ensaio observou-se que o diâmetro médio de partículas de 8,98 µm. A presença de partículas com pequeno tamanho é favorável ao processo de colagem.



**Figura 1. Distribuição do tamanho de partículas da alumina**

O resultado obtido pela análise no BET determinou que as partículas de alumina apresentam uma área superficial de 64,000 m<sup>2</sup>/g.

A figura 2 mostra os cadinhos obtidos de diversos tamanhos a partir das barbotinas preparadas.

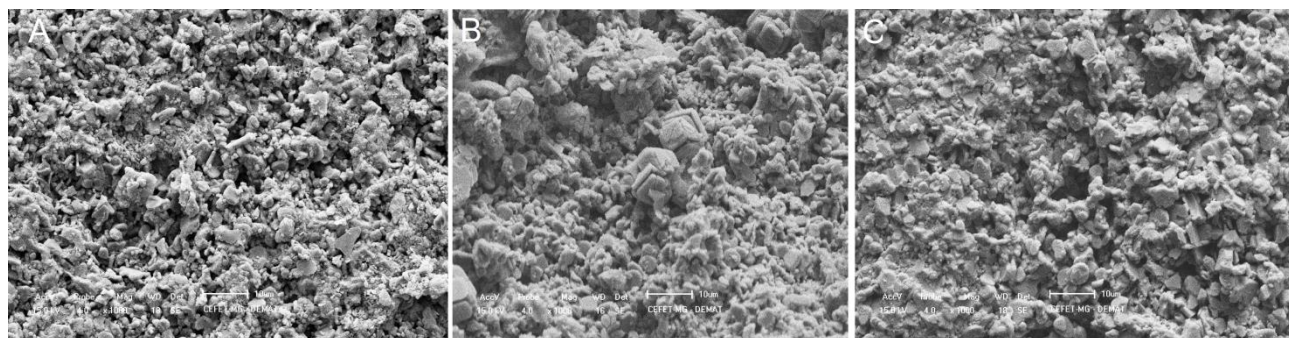


**Figura 2. Cadinhos de alumina produzidos.**

Os cadinhos confeccionados foram testados em condições normais de uso, os quais deveriam suportar a um ciclo de altas temperaturas durante a sinterização de outras substâncias, que estavam em análise no laboratório. Dentro deste contexto, as peças suportaram bem o processo e ainda mantiveram suas propriedades de resistência mecânica. Os cadinhos suportaram temperaturas de até 1620°C sem sofrer empenamentos e trincas.

As imagens de microscopia eletrônica (figura 3) sugerem que os corpos de prova confeccionados não sofreram fusão durante o processo de sinterização e ainda apresentam poros abertos. Outro ponto a ser considerado é a formação de aglomerados na superfície das peças.

Os resultados de porosidade pelas duas técnicas utilizadas encontram-se nas tabelas 1 e 2.



**Figura 3. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura dos corpos de prova com diferentes dispersantes utilizados. A: Ácido Cítrico; B: PMAA; C: Silicato de Sódio;**

**Tabela 1. Resultados de porcentagem de poros, densidade aparente e volume de poros obtidos pelo método geométrico**

| Dispersantes      | Densidade Aparente<br>(g/cm <sup>3</sup> ) | Porcentagem de Poros<br>(%) | Volume de Poros<br>(mL/g) |
|-------------------|--------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| Ácido Cítrico     | 2,32                                       | 41,7                        | 0,43                      |
| PMAA              | 2,94                                       | 26,1                        | 0,23                      |
| Silicato de Sódio | 2,35                                       | 40,9                        | 0,37                      |

**Tabela 2. Comparação dos valores obtidos de porcentagem de poros pelo método geométrico e análise de imagens.**

| Dispersantes      | Método geométrico<br>(%) | Análise de Imagens (%) |
|-------------------|--------------------------|------------------------|
| Ácido Cítrico     | 41,7                     | 18,1                   |
| PMAA              | 26,1                     | 16,4                   |
| Silicato de Sódio | 40,9                     | 25,3                   |

Os valores obtidos diferem de uma técnica para outro devido às diferenças de metodologias adotadas para cada uma delas. Ambas as técnicas são simples, porém, para resultados mais precisos seria necessária uma análise por porosimetria de mercúrio ou adsorção de nitrogênio.

O processo de análises de imagens é um procedimento rápido de quantificação da porosidade, porém, a eficácia do estudo depende de alguns fatores como, por exemplo, aumento do microscópio e da área do campo de visão, o número de imagens a serem analisadas e do operador do programa na definição da limiarização (threshold).

Os valores encontrados de porosidade ainda apresentam-se altos. Sugere-se que a suspensão não foi totalmente dispersa e para futuros trabalhos novas porcentagens de dispersantes serão investigadas. Apesar disso, os cadinhos de alumina foram obtidos e utilizados nos laboratórios em temperaturas elevadas sem fusão ou empenamento.

#### 4. CONCLUSÃO

A colagem de barbotinas é uma técnica de processamento cerâmico bastante antiga, e largamente utilizada devido a sua praticidade. Neste trabalho conclui-se a viabilidade da confecção de peças feitas de alumina de baixo custo (matéria prima com certo índice de impureza), e um bom desempenho em altas temperaturas. As peças fabricadas apresentaram também uma resistência mecânica compatível com sua aplicação, visto que depois de seguidos ciclos térmicos não houve a formação de trincas ou deformações superficiais. O uso de diferentes dispersantes na composição influenciou os resultados de porosidades obtidos pelos métodos geométricos e pelo software *Image J*. Para trabalhos futuros a serão utilizadas diferentes porcentagens dos dispersantes para melhorar ainda mais a qualidade final do produto.

#### 5. REFERÊNCIAS:

1. Davis, K., 2010, "Material Review: Alumina ( $Al_2O_3$ )", School of doctoral studies (european union), Journal Bruxelas, Bruxelas, Bélgica, pp. 109-114.
2. Souza, L.P. de F; Mansur, H.S., 2004, "Production and characterization of ceramic pieces obtained by slip casting using powder wastes", Journal of materials processing technology, Vol. 145, pp. 14-20.
3. Catafesta, J. et al., 2007, "Colagem de barbotina de aluminas submicrométricas comerciais", Cerâmica, Caxias do sul, Rio Grande do Sul, pp. 29-34.
4. Yates, John D.; Lombardo, Stephen J., 2002, "The effect of plaster composition and binder concentration on strain mismatch and deformation of slip-cast green bodies", Materials science and engineering, Columbia, pp. 297-305.
5. Kakade, M.B., et al, 2011, "Studies on slip casting behavior of lanthanum strontium manganite" Ceramics International, Vol. 37, pp. 1789-1793.
6. Marçal, R.L.S.B., 2014, "Combinação de Freeze Casting e Colagem por Barbotinas para Produção de Alumina Densa/ Porosa", Tese de doutorado, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.