

3.03.99 - Engenharia de Materiais e Metalúrgica.

SINTERIZAÇÃO ATIVADA COM DOPANTES A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO.

Ana C. C. Moreira¹, Thomaz A. G. Restivo².

1. Estudante de IC da Universidade de Sorocaba, UNISO

2. UNISO – Programa de Mestrado / Orientador

Resumo:

A sinterização de cerâmicas tem como objetivo consolidar o material pela diminuição da quantidade de poros presente e densificá-lo. O processo normalmente ocorre acima de 1500°C. Uma alternativa mais barata e com menos gasto de energia é reduzir a temperatura para a faixa 1200-1300°C pelo novo método de sinterização ativada em estágio intermediário (SAEI). O método que tem como objetivo elevar a densificação das cerâmicas em baixas temperaturas com a adição de nanotubos de carbono. Esses aditivos impõem morfologias de poros que promovem a difusão de íons no estágio intermediário de sinterização. Foram preparados pós de concentrações de 1, 2, 5 e 10% em volume de nanotubo de carbono e, de uma forma geral, os pós que continham 2% de nanotubos de carbono apresentaram melhores resultados de densificação. Os melhores resultados foram obtidos no dilatômetro, onde o controle de temperatura é mais efetivo.

Palavras-chave: Zirconia. Nanotubo de Carbono. Sinterização.

Apoio financeiro: PIBIC: Programa de Iniciação Científica financiado pelo CNPq, destinado aos estudantes de graduação.

Trabalho selecionado para a JNIC pela instituição: UNISO, Universidade de Sorocaba.

Introdução:

Para as cerâmicas serem utilizadas, elas devem apresentar uma elevada dureza e tenacidade. A sinterização tem como objetivo diminuir a quantidade de poros presente no material (RAHAMAN, 2003). É difícil obter uma densificação total, já que há fatores que impedem a eliminação total dos poros. Por isso, é sempre importante controlar seus processos de fabricação, desde a microestrutura inicial do particulado até o ciclo de aquecimento (TOFFOLI, 2013).

Boas propriedades são obtidas quando as cerâmicas apresentam menos de 8% de poros, ou seja, sua densificação deve ser maior que 92% do valor teórico do material, em referência. Essas propriedades são quase sempre alcançadas quando as cerâmicas são sinterizadas em uma temperatura por volta de 1600°C. Como fornos que atingem essas temperaturas são caros e gastam muita energia, o processo atinge um alto valor. Os processos paralelos a esses fornos acabam sendo mais baratos, porém não tão eficientes e acabam sendo poluentes (i.e. queimadores a gás).

Com isso, este trabalho propõe uma alternativa menos poluente e com menos gasto de energia, em uma temperatura de 1300°C, porém visando manter as propriedades necessárias para a utilização dos materiais cerâmicos. Para que isso aconteça foi utilizado o método de sinterização por superfície ativada (SSA) e sua extensão, a

Sinterização Ativada em Estágio Intermediário (SAEI).

O método SSA propõe recobrir cada partícula de um pó cerâmico com uma fina camada de aditivos metálicos selecionados, de modo a preencher defeitos de sua superfície. Essa camada, que forma um filme, tem como objetivo impedir a difusão superficial do pó durante o aquecimento. O método SAEI, por sua vez, explora a adição de nanotubos e nanofibras de carbono ou material orgânico que é disperso em meio a partículas cerâmicas e oxidados ao ar durante o aquecimento. A queima dos nanotubos provê poros cilíndricos finos de forma a oferecer caminhos de fácil difusão dos íons e assim promover a sinterização em estágio intermediário.

O projeto tem como objetivo diminuir a temperatura de sinterização dos materiais cerâmicos, de 1600°C para 1300°C, com a adição de nanotubos de carbono para diminuição do custo de fabricação.

Metodologia:

A zircônia utilizada é fornecida pela Tosoh Corp; os nanotubos de carbono (SCNT, CNT e CNT40) são fornecidos pela Cheap Tubes; o cobre e o níquel da Aldrich (3 micron, 99,7%) são fornecido pelo orientador, Thomaz Restivo. Quase todos os aparelhos utilizados se encontram no laboratório da UNISO. O forno vertical e dilatômetro, modelo SETARAM SETSYS TMA 1800 (1750°C), são os únicos não encontrados na UNISO, os quais foram utilizados na Universidade de São Paulo por supervisão do orientador.

Utilizou-se pós cerâmicos de zircônia estabilizada com 8mols% de ítria pura (YSZ), com variação em porcentagem de massa dos

seguintes nanotubos de carbono funcionalizados com OH⁻:

- a) short multi-walled carbon nanotubes (SCNT),
- b) multi-walled carbon nanotubes 8nm diameter(CNT),
- c) multi-walled carbon nanotubes 30-50nm OD (CNT40).

Os métodos utilizados no projeto são a sinterização por superfície ativada (SSA) e sinterização ativada em estágio intermediário (SAEI), os quais tem como objetivo elevar a densificação das cerâmicas em baixas temperaturas. O método SSA tem como finalidade a fabricação de cerâmica-metal (cermets), onde o metal escolhido deve sofrer evaporação, reação ou solubilização durante a sinterização para a densificação a baixas temperaturas. (RESTIVO, MELLO-CASTANHO, 2010a), (RESTIVO, MELLO-CASTANHO, 2015). O segundo método, envolvendo adição de nanotubos, é estudada com maior ênfase no trabalho.

Inicialmente, foi definido que os pós pesariam 5 gramas e cada pastilha teria um teor diferente de nanotubo de carbono, com variações de: 1%, 2%, 5% e 10% dos diferentes tipos de nanotubos. Foram determinados os diferentes tipos de processo de fabricação e adição de outros dopantes nesses pós, essas alterações nos processos de fabricação e mistura dos pós, visa uma melhor dispersão homogênea. Essa homogeneidade pressupõe uma morfologia de pós, onde as partículas individuais de zircônia envoltas pelos nanotubos de carbono, não sofram aglomeração.

A fabricação dos pós cerâmicos ocorreu nos ultrassons de cuba (UC) e disruptor sônico (US) ou no moinho (moagem

RESTIVO, T.A.G., MELLO-CASTANHO, S.R.H. **Consolidação De Materiais Compósitos Via Sinterização Por Superfície Ativada.** 2010a. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/2010/eventos/becimat/15894.pdf>> Acesso em: 12 janeiro 2016.

RESTIVO, T.A.G., MELLO-CASTANHO, S.R.H. **Microstructure Design By Mechanical Alloying.** 2010b. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br:8080/xmlui/bitstream/handle/123456789/4569/16484.pdf?sequence=1&isAllowed=y>> Acesso em: 13 janeiro 2016.

TOFFOLI, S. **Teoria da Sinterização.** 2013. Disponível em: <[http://www.pmt.usp.br/pmt5783/AulaCer%C3%A2mica2\(Sinteriza%C3%A7%C3%A3o\)-2013.pdf](http://www.pmt.usp.br/pmt5783/AulaCer%C3%A2mica2(Sinteriza%C3%A7%C3%A3o)-2013.pdf)> Acesso em: 28 de janeiro 2016.

RESTIVO, T.A.G., MELLO-CASTANHO, S.R.H., TENORIO, J. A. S. **Sintering by Activated Surface Techniques for Low Temperature Consolidation.** In: **Sintering 2014**, 2014, Dresden. Abstract book, 2014.

RESTIVO, T.A.G., MELLO-CASTANHO, S.R.H. **Processo de Sinterização por Superfície Ativada para a Densificação de Corpos Compósitos Cerâmicos e Metálicos em Baixas Temperaturas.** 2015. Disponível em: <<http://www.escavador.com/patentes/152845/processo-de-sinterizacao-por-superficie-ativada-para-a-densificacao-de>> Acesso em: 10 janeiro 2016.

AHMAD, I., YAZDANI, B., ZHU, Y. **Recent Advances on Carbon Nanotubes and Graphene Reinforced Ceramics Nanocomposites.** 2015. Disponível em: <<http://www.mdpi.com/2079-4991/5/1/90/htm>> Acesso em: 14 janeiro 2016.

RESTIVO, T.A.G., LEITE, D.W., MELLO-CASTANHO, S.R.H. **Anodos Multi-Metálicos Para Aplicações Em Células A Combustível De Óxido Sólido.** Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/2009/eventos/14241.pdf>> Acesso em: 11 janeiro 2016.