

PLANO DE TRABALHO

Novo método de sinterização de materiais cerâmicos avançados utilizando baixas temperaturas

SOLICITAÇÃO DE BOLSA INICIAÇÃO CIENTÍFICA INSPER 2019

Aluno: **Lucas Henrique Lemes Silva**

Orientadora: **Prof.^a Joice Miagava**

Introdução

Materiais cerâmicos são compostos de elementos metálicos e não metálicos ligados, portanto, por ligações covalentes ou iônicas.¹ A classe dos cerâmicos pode ser dividida em duas subclasses: cerâmicos tradicionais e cerâmicos avançados.

Materiais cerâmicos tradicionais são facilmente observados no dia-a-dia, como em tijolos e revestimentos cerâmicos. Essas cerâmicas tradicionais são utilizadas em aplicações com poucos requisitos, são conhecidas por utilizar matérias-primas naturais, processos de fabricação sem grandes desenvolvimentos recentes e, portanto, possuem baixo valor agregado.

Em contraposição, como exemplo de materiais avançados, é possível citar as cerâmicas com propriedades semicondutoras e os cerâmicos de dureza mais elevada que os demais materiais aplicados na engenharia. Essas propriedades são obtidas apenas se as matérias-primas apresentarem elevada pureza e o processo de fabricação das peças for muito bem controlado.²

Devido ao elevado ponto de fusão, o único método de fabricação de peças em materiais cerâmicos é a sinterização. As cerâmicas tradicionais são fabricadas via sinterização desde a era paleolítica superior.³ Contudo, com a descoberta do potencial dos materiais cerâmicos avançados, diversos estudos tem sido desenvolvidos para otimizar esse processo nas últimas décadas.^{4, 5}

A sinterização é um método de manufatura aditiva em que um material particulado é transformado em uma peça por meio de aquecimento abaixo da sua temperatura de fusão.⁵ Esse processo visa, não só unir as partículas, mas também eliminar a porosidade para que as propriedades intrínsecas do material possam ser aproveitadas na sua totalidade.

A sinterização convencional de cerâmicos avançados utiliza temperaturas acima de 1200 °C, implicando em elevados impactos ambientais e custo devido à elevada energia aplicada no processo. De modo a reduzir esse consumo de

energia, a técnica mais recente de sinterização proposta é a sinterização a baixa temperatura.^{4,6} Estudos têm mostrado que é possível a fabricação de peças de elevada qualidade com temperaturas de sinterização abaixo de 300 °C.

De modo resumido, o processo de sinterização a baixa temperatura consiste na exposição do material particulado ao vapor de água e/ou solução aquosa limitada para gerar uma fase líquida transiente que é evaporada durante a prensagem a quente em molde parcialmente aberto com temperatura controlada acima de 100 °C.^{4,6}

Um material cerâmico que tem sido extensivamente explorado é o óxido de zinco (ZnO). O ZnO é um importante material semicondutor, usado em aplicações como varistores, sensores de gás e componentes piezoelétricos. Esse material é rígido (módulo de elasticidade de 150 GPa) e termicamente estável (ponto de fusão de 1900 °C), o que o torna promissor para aplicações em diversas condições ambientais. Estudos ainda discutem a possibilidade de aplicação do ZnO na biomedicina devido a sua potencial biocompatibilidade.^{3,7}

Dado o contexto, este trabalho propõe o estudo da sinterização em baixa temperatura. O ZnO foi selecionado como material de trabalho devido a sua importância tecnológica, mas considera-se que esse será apenas o primeiro caso que servirá como base para compreender o fenômeno nos demais materiais.

Esse estudo contribuirá com o desenvolvimento da manufatura aditiva e, portanto, para o avanço da engenharia. Além disso, vale ressaltar que não foram encontrados trabalhos de instituições brasileiras publicados sobre a sinterização a frio até o presente momento, o que torna este trabalho pioneiro no país.

Objetivo

O presente trabalho visa contribuir para o desenvolvimento do processo de sinterização a baixas temperaturas de cerâmicas avançadas. Dessa forma, o objetivo desse trabalho é investigar a sinterização a baixa temperatura de ZnO de modo a correlacionar os parâmetros de processo com a microestrutura e demais propriedades. Com base nas correlações traçadas, espera-se otimizar o processo e obter peças com propriedades semelhantes às obtidas por meio da sinterização convencional.

Metodologia

Peças serão obtidas por sinterização a baixa temperatura utilizando pós nanométricos de ZnO comerciais como matéria prima. Os pós serão misturados com soluções aquosas de ácido acético seguindo a proporção de 20% em massa de solução para a massa de pó. A mistura será colocada em matriz para

prensagem apropriada de modo que permita a evaporação do solvente durante a sinterização.

De modo sistemático, os parâmetros do processo serão alterados: (1) A molaridade da solução de ácido acético será variada de 0 à 15 mol/L; (2) A pressão aplicada será variada de 0 à 200 MPa; (3) A temperatura de sinterização será variada de 60 à 300 °C.

Com as peças sinterizadas, a densidade das amostras será determinada pelo método de Archimedes e pela razão massa/volume. De modo a validar os valores de densidade, a amostras serão fraturadas e a porosidade na superfície de fratura será analisada em microscópio eletrônico de varredura. A partir das imagens de microscopia, é possível verificar também o tamanho de grão, fator que influencia nas propriedades elétricas e mecânicas da peça.^{3, 5}

De modo a comparar a sinterização a baixa temperatura com os métodos convencionais de sinterização, é necessário determinar a composição química da peça sinterizada para garantir a ausência de contaminações. Além disso, as fases presentes devem ser determinadas por difração de raios-X, técnica também utilizada para avaliar anisotropia e tamanho de grão.⁸

Resultados esperados

Estudos de sinterização a baixa temperatura tem sido realizados com ZnO. Os resultados apresentados na literatura mostram que 100% de densificação pode ser obtida com temperaturas acima de 130 °C.^{3, 9} Além de obter resultados semelhantes, é esperado também compreender o método de forma a ser um dos grupos brasileiros pioneiros nessa linha de pesquisa.

Cronograma

Atividade	Mês											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Projeto e fabricação de molde												
Sinterização de peças												
Caracterização de peças sinterizadas												
Pesquisa bibliográfica												
Redação de relatórios e submissão de resumos												

Bibliografia

- [1] Y.-m. Chiang, D. P. Birnie, and W. D. Kingery, "Physical ceramics : Principles for ceramic science and engineering," pp. xiv, 522 pages. J. Wiley: New York, (1997).
- [2] S. Somiya, "Handbook of advanced ceramics: materials, applications, processing, and properties," pp. xxvii, 1,229 pages. in. Elsevier Science, Burlington, 2013.
- [3] S. Funahashi, J. Guo, H. Z. Guo, K. Wang, A. L. Baker, K. Shiratsuyu, and C. A. Randall, "Demonstration of the cold sintering process study for the densification and grain growth of ZnO ceramics," *J Am Ceram Soc*, 100[2] 546-53 (2017).
- [4] J. P. Maria, X. Y. Kang, R. D. Floyd, E. C. Dickey, H. Z. Guo, J. Guo, A. Baker, S. Funihashi, and C. A. Randall, "Cold sintering: Current status and prospects," *J Mater Res*, 32[17] 3205-18 (2017).
- [5] R. H. R. Castro and K. v. Benthem, "Sintering : mechanisms of convention nanodensification and field assisted processes." in Engineering materials. Springer, New York, 2013.
- [6] J. Guo, A. L. Baker, H. Z. Guo, M. Lanagan, and C. A. Randall, "Cold sintering process: A new era for ceramic packaging and microwave device development," *J Am Ceram Soc*, 100[2] 669-77 (2017).
- [7] Y. K. Mishra and R. Adelung, "ZnO tetrapod materials for functional applications," *Mater Today*, 21[6] 631-51 (2018).
- [8] Y. Leng, "Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods," pp. 376 pages. in. Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2013.
- [9] J. Gonzalez-Julian, K. Neuhaus, M. Bernemann, J. P. da Silva, A. Laptev, M. Bram, and O. Guillon, "Unveiling the mechanisms of cold sintering of ZnO at 250 degrees C by varying applied stress and characterizing grain boundaries by Kelvin Probe Force Microscopy," *Acta Mater*, 144 116-28 (2018).