

ENG 02298 TRABALHO DE DIPLOMAÇÃO

**PRODUÇÃO DE PEÇAS DE ALUMINA POR GEL CASTING UTILIZANDO  
RESINAS EPÓXI BASEADAS EM POLIPROPILENO GLICOL E BISFENOL A**

Raony da Silva Flores

173971

Orientador: Prof. Dr. Altair Soria Pereira

Co-orientador: Dr. Rafael Vieira Camerini

Dezembro de 2015

## **AGRADECIMENTOS**

Inicialmente, agradeço a minha família pela formação de caráter, carinho e apoio incondicional demonstrado durante a realização do trabalho.

Dedicação também ao professor orientador Altair e ao co-orientador Rafael pela disponibilidade, paciência e ensinamentos ao longo do período de trabalho, além da amizade que se formou nessa jornada.

À UFRGS, ao LAPMA, LACER e a Jomon pela estrutura que me proporcionaram e a todo aparato técnico a que eu tive disponível para adquirir os conhecimentos necessários e assim conduzir os testes experimentais que eu precisava.

Agradecimento especial também aos meus amigos que estiveram ao meu lado, e a todos aqueles que contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

<b>RESUMO</b> .....	<b>4</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>5</b>
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	<b>6</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>7</b>
3.1. O processo de gel casting.....	7
3.2. Comparações entre gel casting e outros processos cerâmicos.....	10
3.3. Sistemas poliméricos usuais .....	14
3.4. Sistemas poliméricos de interesse: polipropileno glicol e bisfenol A .....	16
3.4.1 Polipropileno glicol.....	16
3.4.2 Bisfenol A.....	17
<b>4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b> .....	<b>18</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	<b>24</b>
5.1. Distribuição de tamanho de partícula do pó de alumina .....	24
5.2. Etapa de remoção dos ligantes.....	25
5.3. Avaliação visual das peças produzidas .....	27
5.4. Estudo da densificação.....	32
5.5. Avaliação da viabilidade de produção por vácuo .....	35
<b>6. CONCLUSÕES</b> .....	<b>37</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS</b> .....	<b>39</b>
<b>8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>40</b>

## RESUMO

Neste trabalho, foi desenvolvido um novo sistema para produção de peças cerâmicas por gel casting baseado na polimerização de resinas epóxi à base de polipropileno glicol e bisfenol A com dietilenotriamina como endurecedor. O processo de gelificação foi realizado utilizando pó comercial de alumina e a adição de água como solvente. Foram formuladas amostras com variações na composição de alumina, resinas epóxi, endurecedor e água a fim de se obter uma mistura com viscosidade adequada para o processo de gelificação. As temperaturas de queima também foram estudadas, sendo fixadas entre 200°C e 600°C para a remoção da matéria orgânica, determinando-se a rota de pré-sinterização para a remoção dos ligantes. A adição de água como solvente foi fundamental para o processo de gelificação ocorrer à baixa viscosidade, sendo obtidas amostras com densidades relativas de aproximadamente 73%. O teor ótimo de alumina ficou estabelecido como sendo de 50 a 60% do peso total da suspensão. Quando se extrapolou o limite de 30% de resina não foi mais possível manter a peça coesa após a retirada do ligante. Os resultados indicaram que o ideal para o processo é uma quantidade de ligante abaixo dos 25%.

## 1. INTRODUÇÃO

A técnica de gel casting consiste na incorporação de um material cerâmico a um precursor polimérico seguida da remoção da matéria orgânica durante o processamento e por fim na sinterização final do material. Dentre os precursores, destaca-se o uso de acrilatos, muito utilizados na área de revestimento. Eles se tornaram ideais para a técnica, visto que com eles se consegue formar géis resistentes e uma baixa viscosidade para o preenchimento do molde, o que desde o início mostrou ser uma característica essencial para o processo. No entanto, foi constatado que esses precursores poliméricos são tóxicos para o ser humano, podendo ser facilmente absorvidos pela pele. Com isto, novos precursores foram investigados ao longo dos anos e os estudos desta área se concentraram em encontrar precursores menos agressivos ao ser humano e ao meio ambiente (1).

Os estudos na área estão focados na preparação de suspensões de baixa viscosidade, na seleção e utilização de monômeros atóxicos e na avaliação do comportamento de efeitos de dispersante e pH na mistura. Para esta técnica há rígido controle dos parâmetros, tais como concentração de monômeros e percentual de sólidos, uso de catalisadores e tempo de cura. Tudo isso irá definir o custo do processo. A técnica deve se mostrar vantajosa frente às já consolidadas para a fabricação de materiais cerâmicos - como colagem de barbotina e injeção. De fato, ela apresenta características diferenciadas, como a facilidade na usinagem dos corpos à verde e a possibilidade de se utilizar uma fração mais baixa de componentes orgânicos, o que torna a etapa de remoção muito menos crítica quando comparada aos métodos já tradicionais (2).

Dentro deste contexto, o propósito deste trabalho é investigar a viabilidade do uso de resinas epóxi à base de polipropileno glicol e bisfenol A utilizando dietilenotriamina como endurecedor na produção de peças de cerâmica pelo método de gel casting, visando a um menor risco ao meio-ambiente e ao ser humano. Utilizou-se alumina como pó cerâmico, pois ela é amplamente utilizada na indústria e suas propriedades já são bem conhecidas. Além disso, verificou-se a importância de cada componente da pré-mistura, desde a influência de cada resina utilizada, até a adição de água.

## **2. OBJETIVOS**

Verificar a viabilidade do uso das resinas epóxi de baixa toxicidade, em substituição às resinas acrílicas normalmente utilizadas, para produção de peças cerâmicas de alumina através do processo de gel casting. As resinas à base de polipropileno glicol e bisfenol A com dietilenotriamina como endurecedor, por se encaixarem neste requisito e apresentarem viscosidade adequada, foram escolhidas para serem utilizadas neste estudo.

Para cumprimento desse objetivo geral, foi necessário dominar o processo de conformação de peças pelo método de gel casting, estudar a distribuição granulométrica do pó de partida, elaborar a rampa de pré-sinterização para a etapa de remoção dos ligantes, avaliar porosidade aparente, absorção de água e a densidade após a queima final dos corpos produzidos, visando à produção de peças cerâmicas com a maior densificação possível para uma possível aplicação tecnológica do material.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. O processo de gel casting

A técnica de conformação de peças cerâmicas através de colagem por gel - em inglês chamada de gel casting - foi desenvolvida pela primeira vez no Oak Ridge National Laboratory (ORNL), Oak Ridge – Tennessee, EUA, por Janney e colaboradores (1,2,3). Ela se baseia na formação de um gel após conformação da suspensão cerâmica, convertendo-a de um líquido viscoso em um sólido elástico. Esse processo é chamado de gelificação e mantém as partículas cerâmicas coesas, o que ocorre em um molde apropriado. A gelificação é obtida através da polimerização “*in situ*” dos monômeros presentes no sistema (4,5,6).

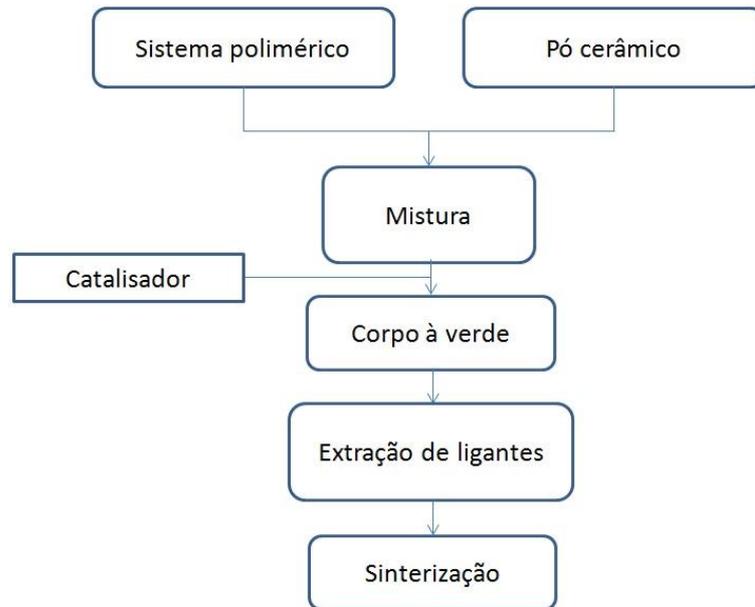
O resultado deste processo é um corpo homogêneo com alta densidade e que contém um alto teor de sólidos (7). A secagem, remoção de ligantes e a sinterização ocorrem como em outros processos cerâmicos, porém as propriedades do material, após a sinterização, são constantes ao longo do corpo (2). Este processo é muito útil para a produção de peças cerâmicas com formas complexas e é reconhecido por produzir corpos à verde densos e com elevada resistência mecânica (8,9).

O grande potencial de utilização tecnológica deste processo é consequência das seguintes características: moldagem controlável, rápido ciclo de formação, mínimos defeitos de moldagem, peças à verde com alta resistência mecânica e rigidez, capacidade de processar peças em formato complexo e produção de peças cerâmicas próximas do formato final (2,10). Uma característica interessante e muitas vezes buscada é que a peça à verde resultante possua uma excepcional resistência mecânica, que permita não só o seu manuseio, mas também uma possível etapa de usinagem. Essa característica está diretamente relacionada ao teor e ao tipo de sistema ligante utilizado (11).

A técnica inclui três etapas de processamento básicas. Primeiro, a mistura cerâmica com elevada carga de sólidos e baixa viscosidade é preparada utilizando um sistema polimérico adequado. Este sistema é composto de um monômero e eventualmente há a adição de água como solvente. Em segundo lugar, é adicionado catalisador à mistura e ela é vertida em um molde apropriado, nele ocorre o processo de gelificação em temperatura elevada e o corpo à verde é removido do molde após ser solidificado por tempo suficiente. O corpo à verde apresenta, nesta

etapa, boa resistência mecânica para o manuseio e possibilita até mesmo uma etapa de usinagem com maior facilidade. Ao fim, o corpo à verde é levado para a extração de ligantes e densificação final para a obtenção final da peça (12).

A figura 1 ilustra o processo de gel casting comumente utilizado:



**Figura 1:** Fluxograma do processo de gel casting convencional – adaptado de (13).

Não há limitação para a escolha do pó cerâmico utilizado no processo, visto que os aditivos utilizados no processamento são todos orgânicos, e são eliminados na primeira queima não deixando impurezas. Vantagens distintas da técnica de gel casting sobre outros processos de conformação tradicionais de materiais cerâmicos - tais como injeção e colagem de barbotina – são avaliadas e é visto que a colagem por gel produz corpos de alta densidade à verde, baixos níveis de aditivos orgânicos e usinabilidade no corpo à verde devido a um estado de alta resistência (14).

Para produzir peças de cerâmica técnica com baixa porosidade, além de se viabilizar a obtenção de um corpo à verde com alto teor de partículas cerâmicas, são necessários tratamentos térmicos que eliminam a matéria orgânica e transformam o agregado de partículas em um monolito de elevada densidade. Para tanto, o requisito para o processo é encontrar uma resina solúvel em água e um endurecedor capaz de obter uma suspensão cerâmica de viscosidade adequada para a conformação da peça, pois uma suspensão com alta carga de sólidos geralmente

leva a uma maior viscosidade o que causa dificuldade para verter no molde (15). O tamanho e a distribuição do tamanho de partículas, o percentual de sólidos na suspensão e o estado de defloculação do sistema influenciam na viscosidade da suspensão e diretamente na conformação da peça no processo de colagem por gel (14).

Nos processos convencionais - em que o objetivo é ter um produto final denso - a peça pode ser obtida a partir de uma estrutura de partículas grandes cujos interstícios são preenchidos por partículas menores onde se criam novos interstícios que são preenchidos por partículas ainda menores e assim, sucessivamente. Além disso, devem-se ter partículas finas, verificadas através da análise de sua distribuição granulométrica, em quantidade suficiente para que o compacto sinterize adequadamente (16).

Com a redução do tamanho de partículas, o tamanho dos poros também vai diminuir. Sendo assim, para uma densificação controlada uma seleção adequada de tamanhos de partículas é necessária, visto que o cuidado na escolha da proporção entre as quantidades desses tamanhos possibilita obter compactos com densidade controlada (17).

### **3.2. Comparações entre gel casting e outros processos cerâmicos**

A principal diferença do processo de gel casting para um processo cerâmico tradicional é o fato de o primeiro usar monômeros orgânicos que podem ser polimerizados para formar um tipo de gel de polímero-solvente reticulado. Esse polímero-solvente que forma o gel pode preencher o espaço entre as partículas do material e ser removido antes da sinterização final, o que diminui o encolhimento do gel durante a secagem reduzindo assim os riscos na moldagem do processo (9).

Comparada com o processo de colagem de barbotina (em inglês chamada de slip casting), a colagem por gel resulta em um corpo à verde mais homogêneo e sem grandes diferenças de densidade no material (2). Em comparação a outra técnica utilizada para produção de peças complexas chamada de moldagem de peças cerâmicas por injeção (em inglês chamada de Ceramic Injection Moulding), a colagem por gel pode se tornar uma alternativa mais atrativa devido ao fato de apresentar baixo custo de ferramental e diminuição no tempo de remoção dos ligantes que na injeção é uma etapa crítica do processo, já que a extração dos ligantes por esse processo pode levar até uma semana. Todos estes fatores podem determinar a viabilidade ou não de uma dada técnica para produção de pequenos lotes de peças (2).

A grande diferença entre o processo de gel casting e os outros processos é que a carga de sólidos é maior. De um modo geral, o carregamento de sólidos alcançado é superior a 50% em volume, enquanto que na colagem de barbotina, a carga sólida é de cerca de 25 até 50% em volume (9). A técnica de gel casting fornece um método eficiente para a fabricação de componentes de forma complexa tais como rotores de turbina que necessitam de propriedades uniformes. Além disso, a técnica pode ser utilizada na fabricação de componentes grandes com forma simples, tais quais cerâmicas em formato de anel. Também, pode ser utilizado gel casting utilizando pó metálico formando aço ferramenta, como por exemplo, uma superliga à base de níquel (9).

Como mostrado na tabela 1, a colagem por gel resulta em um ciclo de formação rápida e a resistência do material cerâmico é mais elevada do que os materiais moldados a partir de outros processos. Além disso, a limitação de materiais de molde é menor, pois podem ser utilizados moldes de metal, vidro e

polímero. O tempo de remoção do ligante é curto porque a quantidade de ligante é mais baixa. Menores defeitos de moldagem fornecem alta qualidade para os produtos cerâmicos finais, mesmo os de maiores dimensões, incluindo as seções de espessura, levando a uma aplicação mais ampla da técnica (18).

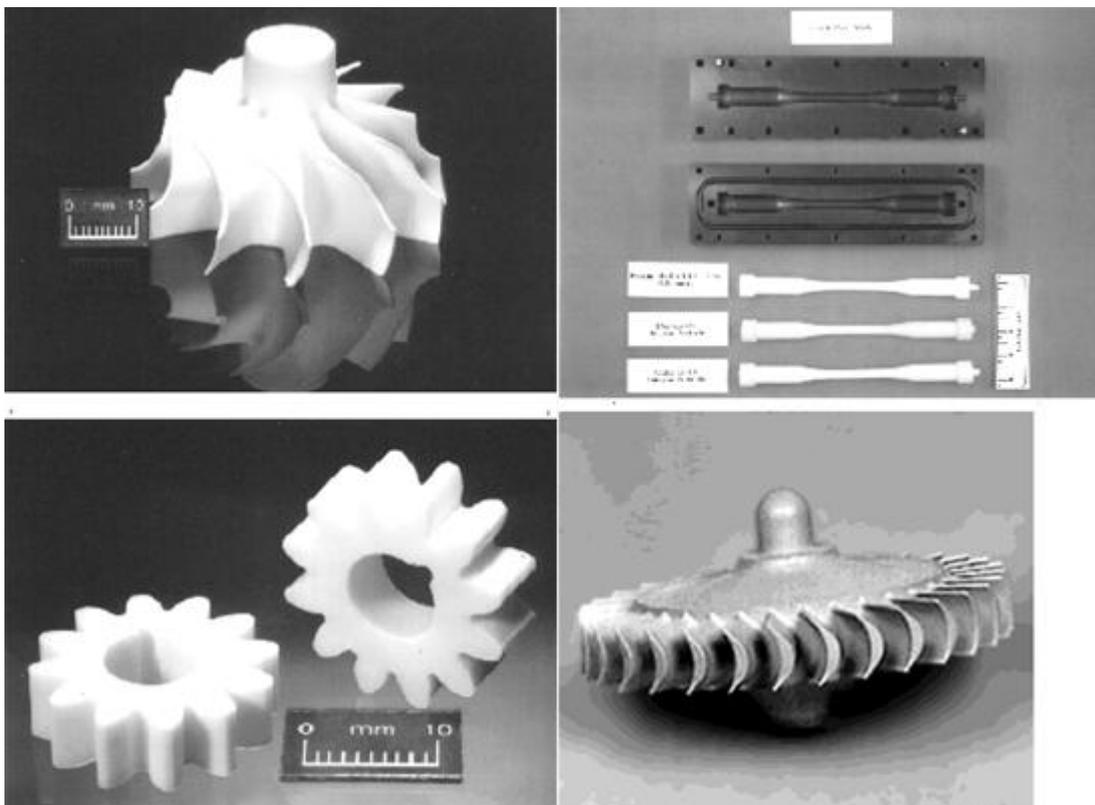
**Tabela 1:** Comparações entre gel casting, slip casting e moldagem por injeção com referência aos parâmetros processuais – adaptado de (18).

<b>Propriedade</b>	<b>Gel Casting</b>	<b>Slip Casting</b>	<b>Injeção</b>
Tempo de Preenchimento	5-60 minutos	1-10 horas	10-60 segundos
Resistência	Alta	Baixa	N/A
Tipos de Moldes	Metal, vidro, polímero	Gesso	Metal
Tempo de Queima	2-3 horas	2-3 horas	1 a 7 dias
Defeitos de Preenchimento	Mínimos	Mínimos	Significantes
Dimensões Máximas	>1 metro	>1 metro	Aproximadamente 30cm
Seções de Espessura	Baixo tempo de colagem	Longos tempos de colagem	Problemas para remoção do ligante

Tendo em vista que a técnica por gel casting é um processo de formação de um material cerâmico que está próximo do processo de colagem tradicional, não há mudança significativa nos equipamentos que são necessários. Assim, pode-se dizer que muitos componentes cerâmicos, conformados a partir de outros processos, podem ser produzidos com a utilização de gel casting (18).

Durante a última década, as pesquisas na área se concentraram na utilização da técnica para aplicações industriais, como ilustrado na figura 2 (imagem inferior à direita), onde é mostrada uma turbina de nitreto de silício para aeronaves comerciais e uso em motores nas forças armadas. Esta turbina originalmente foi fabricada por moldagem por injeção e colagem de barbotina. Em comparação com esses dois processos de conformação, a utilização de gel casting proporcionou uma redução no número de peças com defeito (1).

Outras peças complexas fabricadas por gel casting estão mostradas na figura 2. A técnica permite a fabricação de turbocompressores de alumina (imagem superior à esquerda), engrenagens de alumina (imagem inferior à esquerda) e barras de nitreto de silício para ensaios de tração. As conformações desses tipos de peças produziram peças uniformes, quando usada a técnica de colagem por gel, enquanto por colagem de barbotina elas se apresentaram de forma variada. Isso se deve à complexidade de formato da peça moldada (1).



**Figura 2:** Produtos de cerâmica fabricados pela técnica de gel casting (1).

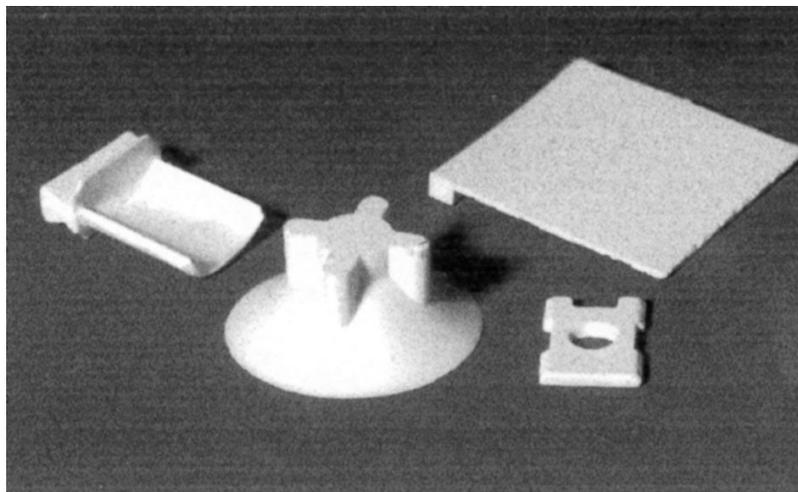
Os ceramistas do *Oak Ridge National Laboratory* demonstraram que a técnica de gel casting pode ser usada para se produzir peças a partir de uma variedade de materiais, incluindo cerâmicas, metais, superligas, e reforços com fibra de compósitos cerâmicos. Eles produziram cerâmicas que incluíam o carboneto de silício, silício, nitreto de silício, titanato de alumínio, e fosfato de zircônio de sódio. Além disso, também foram produzidas peças utilizando óxido de estanho e óxido de ferro (1). A figura 3 mostra peças de  $ZrB_2$ -SiC produzidas pelo método de gel casting. As partículas de SiC foram dispersadas na matriz e não foi detectado

nenhum tipo de aglomeração. Na análise microestrutural não houve diferença entre as diversas peças e a microestrutura produzida foi homogênea (19).



**Figura 3:** Componentes cerâmicos de  $ZrB_2$ -SiC produzidos por gel casting.

Além das diversas aplicações a que a técnica se destina, tem-se investigado o uso de vários materiais de molde para a fabricação dessas peças por gel casting. Para isto, a compatibilidade com a reação de gelificação e a facilidade de desmoldagem são avaliadas. A figura 4 mostra peças obtidas pela técnica de gel casting utilizando uma suspensão de alumina com diferentes materiais de molde, tais como metal, acrílico e resinas de fundição. Este último é interessante, pois é barato e pode ser utilizado para fabricar moldes de partida de forma complexa (2).



**Figura 4:** Peças de alumina produzidas a partir de diferentes tipos de molde (2).

### 3.3. Sistemas poliméricos usuais

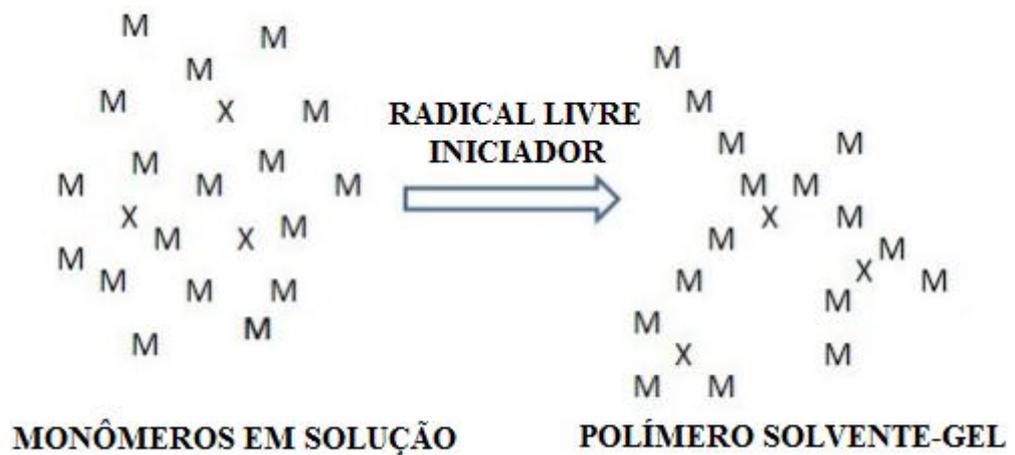
A colagem por gel está baseada numa combinação de química de polímeros com as técnicas tradicionalmente aplicadas no processamento de materiais cerâmicos. O sistema deve consistir de monômeros que são responsáveis pela formação de cadeia e a estrutura de ligação cruzada, respectivamente. Uma única ligação dupla entre monômeros é necessária para formar cadeias poliméricas lineares, enquanto que pelo menos duas ligações duplas são necessárias para formar moléculas de polímero de ligação cruzada. Com base nisso, a seleção dos precursores poliméricos desempenha papel importante no processo (18).

Alguns sistemas podem utilizar água como solvente - o que facilita a etapa de remoção dos ligantes - que normalmente é crítica no processo (2). Durante a procura de monômeros solúveis em água, foram encontrados resultados satisfatórios com acrilamida e ácido acrílico onde se consegue géis fortes e rígidos com uma suspensão de sólidos de até 60% utilizando alumina como pó cerâmico. No entanto, pesquisas de toxicidade mostram que a acrilamida pode ser cancerígena para seres humanos e apresentam uma grande desvantagem para aplicações industriais (16,20) Houve também tentativas de uso de outros agentes de gelificação como os polímeros orgânicos baseados em polissacarídeos e alginatos (21), porém a fluidez inadequada das suspensões inviabilizou a reprodutibilidade dos corpos à verde (9).

Estudos foram realizados para encontrar monômeros atóxicos, e assim em vez de acrilamida, metacrilamida (MAM) e bisacrilamida de metileno (MBAM) foram usados como um novo sistema por causa da sua relativa baixa toxicidade. Além disso, outros monômeros, tais como hidroximetacrilato (HMAM), N-vinilpirrolidona (NVP) e metoxi poli (etilenoglicol) monometacrilato (MPEGMA) são usados como cadeia formando monômeros de poli (etilenoglicol) e dimetacrilato (PEGDMA) usado como endurecedor do sistema. Na prática, os dois sistemas de monômeros mais utilizados são MAM-MBAM e MAM-PEGDMA. Além da toxicidade, a seleção do sistema de monômero leva em consideração força, rigidez, dureza do gel, resistência do material a seco, usinabilidade a verde, reatividade e preço (18).

O sistema iniciador de radicais livres também desempenha um papel importante na técnica de gel casting. O iniciador de monômeros pode reagir entre si para formar moléculas de polímero (1).

Como mostrado na figura 5, o monômero formador de cadeia é descrito como "M" e o agente de reticulação é descrito como "X". Sob ativação do iniciador de radicais livres, os monômeros da cadeia formam uma cadeia de polímero com um maior tempo de reação e o endurecedor reage com a cadeia de moléculas. Este tipo de gelificação normalmente acontece à temperatura mais elevada que a temperatura ambiente variando de 40 a 80°C (18).



**Figura 5:** Processo onde monômeros em solução formam um gel de polímero-solvente – adaptado de (18).

### 3.4. Sistemas poliméricos de interesse: polipropileno glicol e bisfenol A

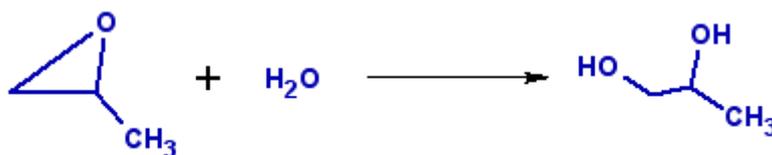
#### 3.4.1 Polipropileno glicol

O propano-1,2-diol (Propileno Glicol) é um composto orgânico (um alcooldiol), de sabor amargo, inodoro e incolor. Ele é totalmente miscível em água, metanol, etanol, acetona, éter dietílico e clorofórmio (22). O polipropileno glicol aumenta a flexibilidade e a resistência ao impacto dos sistemas epóxi aos quais é adicionado. É utilizado principalmente para formular revestimentos, bases de pisos, cargas e compostos de vedação de cura em baixa temperatura.

É um composto consideravelmente menos tóxico do que o etileno-glicol. A baixa toxicidade do propileno glicol é única entre os glicóis o que também permite que ele seja utilizado como aditivo direto em alimentos e produtos farmacêuticos (22).

Quando adicionado a um sistema, ele irá promover um aumento significativo da flexibilidade, reduzir a viscosidade e, também, pode reduzir a resistência química e a reatividade. Ele é geralmente adicionado em quantidades variando de 5% a 30% em relação ao aglutinante (resina epóxi + endurecedor).

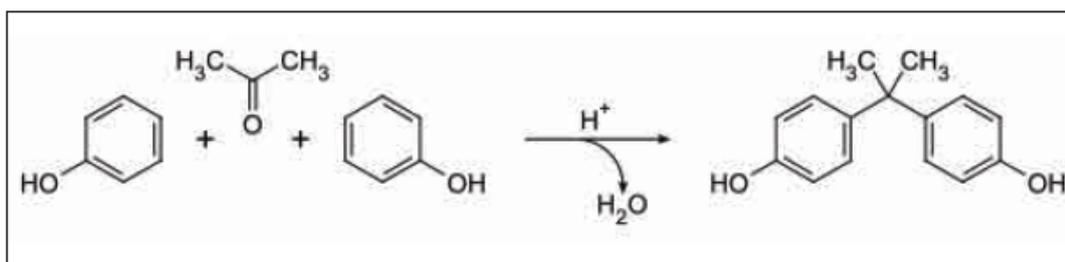
As aplicações ainda incluem a utilização como hidratante para manter a umidade em medicamentos, alimentos e produtos de tabaco, além de ser também o ingrediente principal em muitos produtos na área de cosméticos, incluindo lenços umedecidos, banhos de espuma e shampoos (22). Sua obtenção vem da hidratação do óxido de propileno, como ilustra o esquema da figura 6:



**Figura 6:** Hidratação do óxido de propileno para formação do propileno glicol – adaptado de (22).

### 3.4.2 Bisfenol A

Através da preparação pela condensação da acetona com dois equivalentes de fenol é possível a obtenção do bisfenol A (BPA) como ilustra a figura 7. A reação é catalisada por um ácido, que pode ser o ácido clorídrico (HCl) ou utilizando uma resina poliestireno sulfonada. Usualmente, um grande excesso de fenol costuma ser usado para garantir a condensação completa do composto. Ele é muito utilizado na produção de resinas epóxi e na produção dos policarbonatos mais comuns. (23).



**Figura 7:** Reação da acetona com dois equivalentes fenólicos para obtenção do bisfenol A (23).

A resina epóxi formulada à base de Bisfenol A, em conjunto com poliaminas, poliaminoamidas ou adutos, serve para a produção de massas de revestimentos, cobertura de pisos, etc. Também fornece excelentes propriedades mecânicas e boa resistência química, que podem ser modificadas dentro de amplos limites com a seleção adequada de endurecedores e materiais auxiliares.

O tema da toxicidade do bisfenol A apresenta polêmica em torno dos efeitos dessa substância para a saúde dos seres humanos. Esse assunto tem sido alvo de debates por parte da comunidade científica, que pedem desde o banimento do seu uso como aditivo até o estabelecimento de um limite máximo admissível e que não represente risco à saúde humana (24). Como o BPA é um composto químico utilizado na fabricação de materiais em contato com alimentos - tais como talheres de plástico e embalagens de alimentos - seus resíduos podem migrar para os alimentos e bebidas e serem ingeridos pelo consumidor. O bisfenol A também está presente em outras fontes incluindo papel térmico, cosméticos e poeira que pode ser absorvida através da pele ou por inalação (25).

#### 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

No desenvolvimento experimental do trabalho foi utilizado pó comercial de alumina (especificações técnicas do fabricante são apresentadas na tabela 2) - matéria-prima largamente utilizada na produção de peças para cerâmicas técnicas com aplicação industrial - com tamanho de partícula de  $0,31\mu\text{m}$  (D50) (distribuição granulométrica obtida por difração a laser em equipamento CILAS, modelo 1180, disponível no LACER – UFRGS).

**Tabela 2:** Ficha técnica fornecida pelo fabricante do pó de alumina.

<b>Componentes</b>	<b>Unidade</b>	<b>Valor</b>
Na <sub>2</sub> O	%	0,08
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,0142
SiO <sub>2</sub>	%	0,0162
MgO	%	0,0598
CaO	%	0,0190
<b>Propriedades</b>		
Área específica	m <sup>2</sup> /g	7,82
D50	$\mu\text{m}$	0,5
D90	$\mu\text{m}$	2,0
Densidade à verde	g/cm <sup>3</sup>	2,20

A suspensão foi preparada através de uma pré-mistura a partir dos seguintes componentes:

1. Resina Epóxi de baixa viscosidade, formulada à base de polipropileno glicol (chamada de resina 1).

Na tabela 3 encontram-se os dados fornecidos pelo fabricante referentes a esta resina.

2. Resina Epóxi líquida de baixa à média viscosidade, formulada à base de Bisfenol A (chamada de resina 2).

Na tabela 4 encontram-se os dados fornecidos pelo fabricante referentes a esta resina.

Devido à sua baixa viscosidade, que tende a diminuir com o aumento da temperatura, como mostra a figura 8, ela permite melhor aplicação e manuseio. O BPA possui também baixa tendência à cristalização.

3. Endurecedor – Dietilenotriamina;

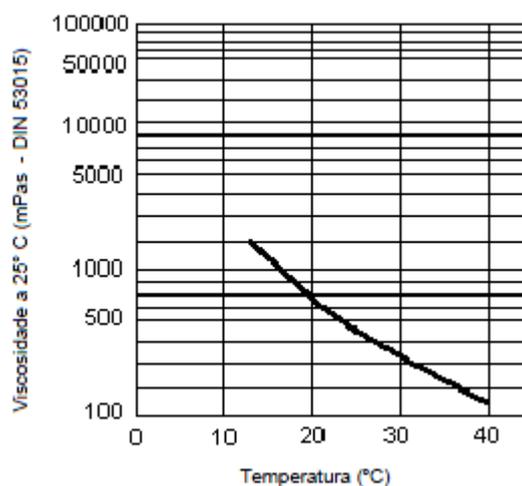
4. Água (utilizada como solvente do sistema).

**Tabela 2:** Dados do fabricante da resina epóxi formulada à base de Polipropileno Glicol (Araldite DY 3601).

Estado Físico	-	Líquido
Cor (Gardner, ISO 4620)	-	≤ 3
Teor Epoxi (ISO 3001)	Eq/kg	2,47 - 2,60
Equivalente Epoxi	g/Eq	385 - 405
Teor de Cloro, hidrolizável (ISO 4583)	ppm	0 - 900
Viscosidade a 25°C (DIN 53015)	mPa s	42 - 52
Peso Específico a 25°C (ISO 1675)	g/cm <sup>3</sup>	1,03
Ponto de Fulgor (ISO 2719)	°C	≥ 180
Teor de Cloro, total (ISO 4615)	%	≤ 0,2
Teor de Água (ISO 2753)	%	~ 0,1
Forma de Fornecimento	Líquido	
Odor	Leve	
Estabilidade ao armazenamento a 18-25°C (veja data de validade na embalagem original)	Diversos anos	
Produtos de decomposição perigosos (quando queimado)	Monóxido de carbono, dióxido de carbono e outros gases e vapores tóxicos	
Disposição dos resíduos	Procedimentos normais aprovados pelas autoridades locais	

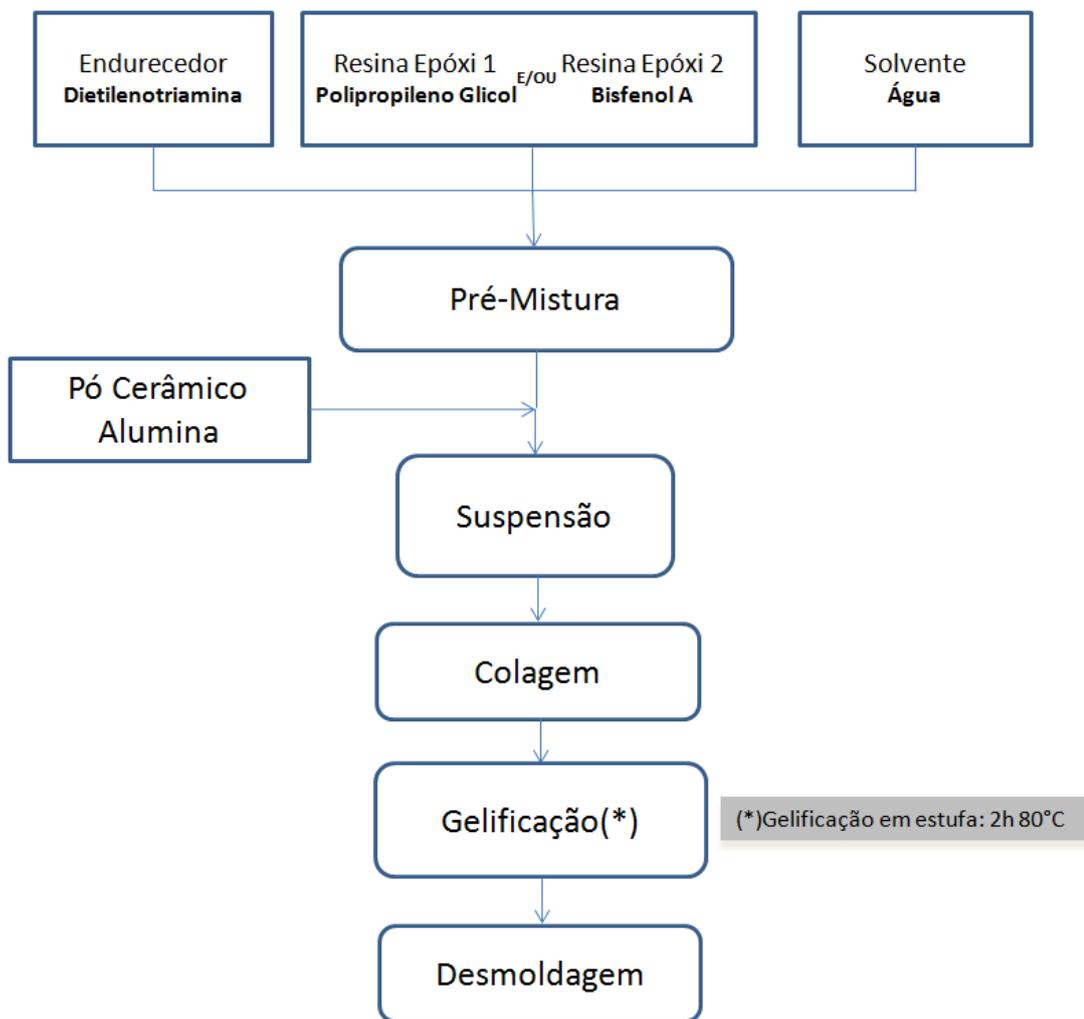
**Tabela 3:** Dados do fabricante da resina epóxi formulada à base de Bisfenol A (Araldite GY 279 BR).

Estado Físico		Líquido
Viscosidade a 25° C	mPas	500 - 700
Equivalente Epoxi	g/Eq	192 - 213
Teor Epoxi	Eq/kg	4,70 - 5,20
Cor (Gardner)	-	≤ 3
Peso Específico a 20°C.	g/cm <sup>3</sup>	1,10



**Figura 8:** Viscosidade da resina epóxi à base de Bisfenol A em função da temperatura (dados do fabricante – ARALSUL)

Foram preparadas formulações à base de polipropileno glicol (resina 1); formulações com mistura de polipropileno glicol e bisfenol A (resinas 1 e 2) e formulações com a mistura das duas resinas e a adição de solvente, como indicado na figura 9. A mistura das duas resinas epóxis e do endurecedor será chamada, a partir daqui, de sistema ligante.



**Figura 9:** Etapas do processo utilizado.

A colagem por gel foi feita em moldes de silicone como mostra a figura 10. Eles foram levados para etapa de gelificação em estufa por 2 horas na temperatura de 80°C e em seguida foi feita a desmoldagem manual das peças com secagem ao ar por 2h.



**Figura 10:** Molde de silicone utilizado para confecção dos corpos de prova estudados.

Após esse período, as amostras foram pré-sinterizadas, para promover a retirada dos ligantes e, em uma etapa final, sinterizadas. Para determinar a rota de pré-sinterização foi utilizada a técnica de TGA (Análise Termogravimétrica) utilizando o equipamento Shimadzu TGA50H, em fluxo de ar, com taxa de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$  até  $900^{\circ}\text{C}$  (disponível no LAPMA – UFRGS), com uma amostra de peso 4.797mg. Esta rota de pré-sinterização será discutida na seção 5.2.

Os estudos se deram de forma sucessiva sendo que os resultados observados nos corpos à verde e na pré-sinterização em cada etapa serviram como referência para a continuidade e posterior refino do estudo. Os parâmetros estudados foram os teores de alumina, os tipos de resinas e a fração de solvente. A fração de endurecedor foi mantida fixa para o sistema ligante.

As formulações utilizando apenas a resina 1, resinas 1 e 2 e resinas 1 e 2 com a adição do solvente (água), nesta ordem, foram estudadas e seu comportamento na pré-sinterização foi acompanhado a fim de viabilizar o processo de gelificação. O objetivo foi chegar a uma amostra coesa para posterior estudo das propriedades de interesse.

Na etapa inicial do estudo foram investigadas quatro formulações diferentes, sem o uso de solvente, que estão listadas na tabela 5.

**Tabela 5:** Proporções das suspensões cerâmicas sem solvente inicialmente avaliadas.

<b>CÓD.</b>	<b>ALUMINA (g)</b>	<b>RESINA 1 (g)</b>	<b>RESINA 2 (g)</b>	<b>ENDURECEDOR (g)</b>	<b>SÓLIDOS (%)</b>
SS1	50	20	-	4	67,57
SS2	36	30	-	2	52,94
SS3	30	20	-	6	53,57
SS4	24	10	18	6	41,38

O prefixo “SS” significa, a partir daqui, “sem solvente”. As 3 primeiras amostras (SS1, SS2 e SS3) foram formuladas apenas com a resina 1 (Polipropileno Glicol) a amostra 4 foi formulado com a resina 1 e 2.

Dando continuidade ao estudo, e tendo em vista os resultados obtidos (discutidos na seção 5.3) foram utilizadas as duas resinas (1 e 2), porém com a adição de água como solvente e que, como será visto, apresentaram os resultados mais satisfatórios deste estudo. As formulações estão listadas na tabela 6.

**Tabela 6:** Amostras com proporções utilizando as duas resinas e o solvente.

<b>CÓD.</b>	<b>ALUMINA (g)</b>	<b>RESINA 1 (g)</b>	<b>RESINA 2 (g)</b>	<b>ENDURECEDOR (g)</b>	<b>H<sub>2</sub>O (g)</b>	<b>SÓLIDOS (%)</b>
SOL5	56	4	6	2	32	56,00
SOL6	44	6	10	2	26	50,00
SOL7	30	2	4	1	16	56,60
SOL8	16	2	4	1	6	55,17

O prefixo “SOL” significa, a partir daqui, que foi adicionado o solvente nas formulações de cada amostra. A adição do solvente permitiu a obtenção de corpos à

verde com melhores resistências à verde e proporcionaram um melhor manuseio da peça, sendo então levadas para a etapa de extração de ligantes.

A partir daí, foi realizado estudo da densificação utilizando o método de Arquimedes (este estudo é discutido na seção 5.4). Para um refino melhor do estudo, foram feitas novas formulações com base nas duas amostras com maior percentual de densificação obtida, elas estão listadas na tabela 7. O prefixo “REF” significa “refino” da amostra SOL6 (REF6.1 e REF6.2) e da amostra SOL8 (REF8.1 e REF8.2).

Para a composição das amostras refinadas foi mantida a quantidade de alumina, variando apenas o sistema ligante e água. Para o REF6.1 e REF8.1 a proporção foi de 23% de sistema ligante para 77% de água, e para a REF6.2 e REF8.2 23% de água para 77% de sistema ligante. Isso se fez necessário para identificar qual é o papel da resina e do solvente na composição, ou seja, como a quantidade de sistema ligante e a quantidade água estão influenciando na formação do gel.

**Tabela 7:** Amostras com as proporções refinadas.

<b>CÓD.</b>	<b>ALUMINA (g)</b>	<b>RESINA 1 (g)</b>	<b>RESINA 2 (g)</b>	<b>ENDURECEDOR (g)</b>	<b>H<sub>2</sub>O (g)</b>	<b>SÓLIDOS (%)</b>
REF6.1	44	2,5	6	1,5	34	50,00
REF6.2	44	10	20	4	10	50,00
REF8.1	16	0,9	1,8	0,3	10	55,17
REF8.2	16	2,5	6	1,5	3	55,17

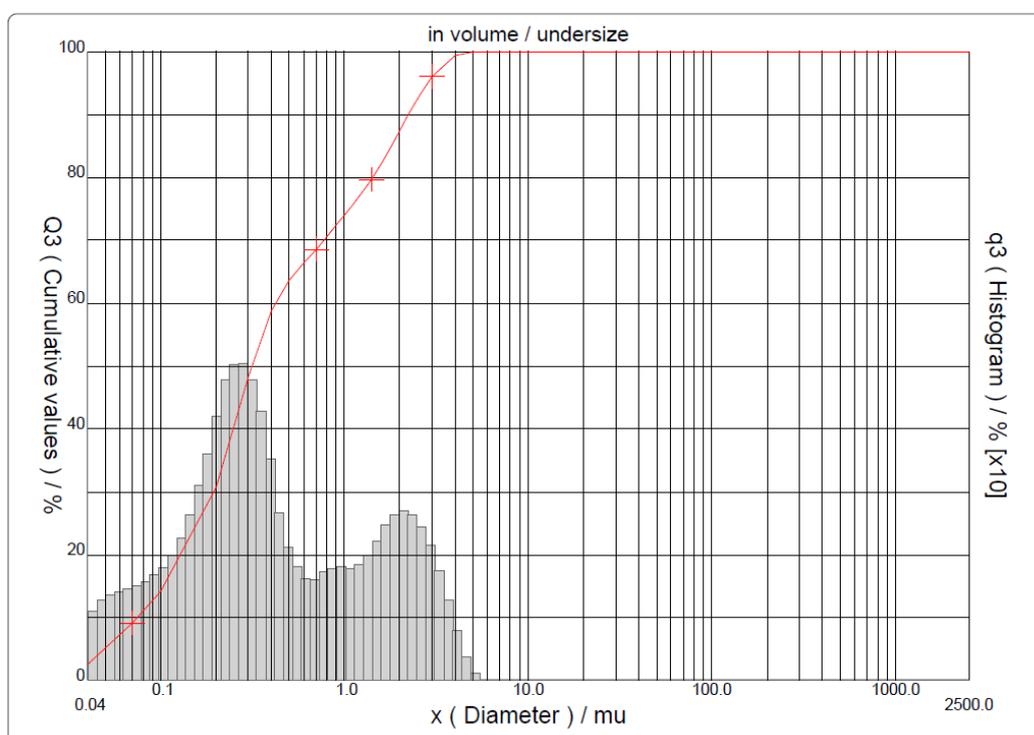
## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. Distribuição de tamanho de partícula do pó de alumina

Como já salientado, para obter contatos de alta densificação utilizando a técnica de gel casting, é fundamental uma seleção adequada de tamanho de partícula. Por isso foi analisada a distribuição de tamanho de partícula do pó de alumina utilizado.

A figura 11 mostra o resultado da análise por difratometria a laser feita para o pó de alumina utilizado na produção das peças cerâmicas deste trabalho. O pó apresentou distribuição granulométrica bi-modal com D50 de  $0.31\mu\text{m}$  e D90 de  $2.23\mu\text{m}$ . Conforme dados fornecidos pelo fabricante (listado na tabela 2) o D50 típico desta matéria prima é de  $0,5\mu\text{m}$  e o D90  $2.0\mu\text{m}$ . Essa variação é aceitável, visto que o fabricante fornece um valor médio para a distribuição granulométrica dos pós que fornece (não é fornecida uma análise para cada batelada).

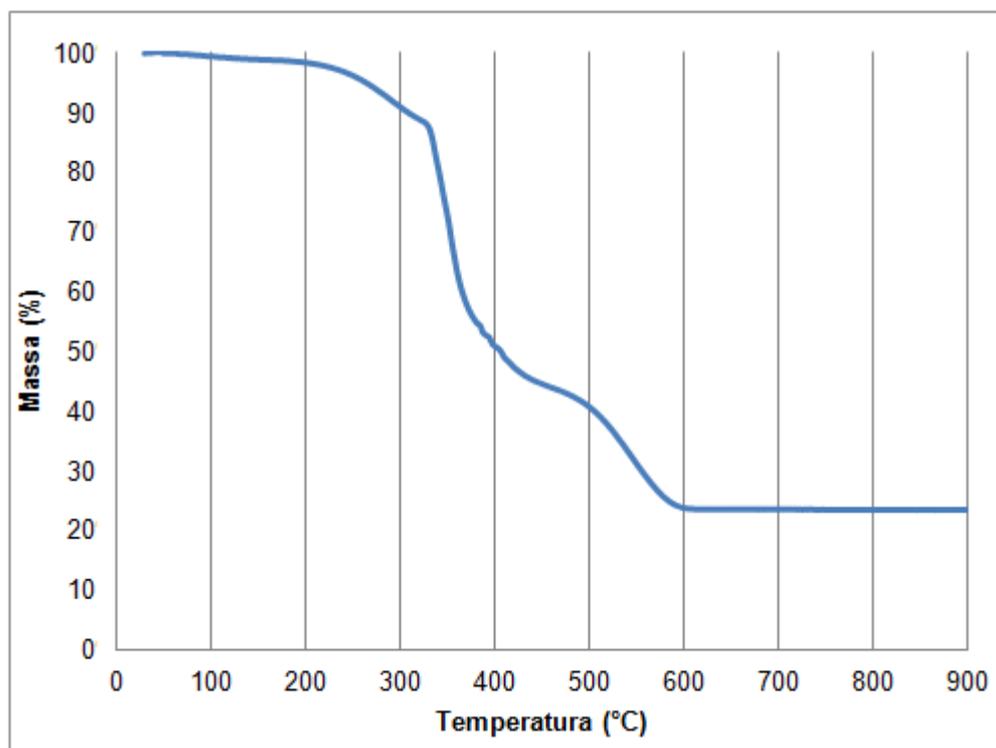
Partindo da análise do pó de partida, é esperada uma maior densificação devido ao menor tamanho de partícula encontrada no pó analisado e uma diminuição no tamanho de poros, partindo de uma suspensão defloculada.



**Figura 11:** Análise do pó de alumina utilizado na confecção das amostras.

## 5.2. Etapa de remoção dos ligantes

Para definição da rampa de tratamento térmico da etapa de pré-sinterização, fez-se necessário saber a temperatura de degradação dos polímeros utilizados como ligantes. A figura 12 mostra a análise termogravimétrica (TGA) até 900°C que foi realizada no corpo à verde (código SOL6) para a determinação das temperaturas críticas no processo de remoção térmica da matéria orgânica. Esta análise é importante, pois permite saber quais são as temperaturas ou faixas de temperaturas nas quais ocorrem as perdas de massa mais significativas para cada tipo de ligante. Nota-se que as temperaturas críticas se situam na faixa de 200 a 600°C.



**Figura 12:** Análise termogravimétrica realizada na amostra SOL6 para estudo da extração de ligantes.

É esperado que na primeira queda, entre 200 e 400°C a maior perda de massa seja do polipropileno glicol que é o composto de menor peso molecular. Já para a segunda queda, se espera que seja a remoção do bisfenol A, de maior peso molecular, situada entre 400 e 600°C. Infelizmente, não foram encontrados na literatura valores mais precisos para confirmar a extração dessas resinas.

A partir deste resultado, a programação da rampa de pré-sinterização foi então estipulada como mostrado na figura 13.

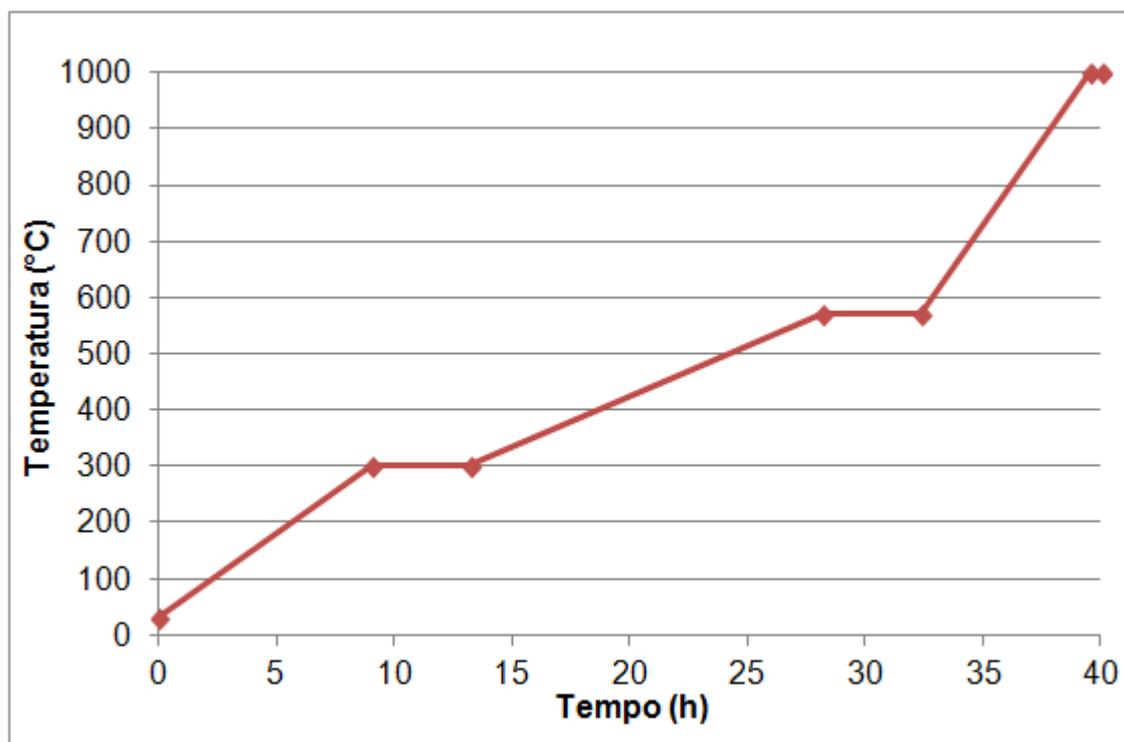


Figura 13: Rota de pré-sinterização para remoção dos ligantes.

A razão de aquecimento foi de  $0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $300^{\circ}\text{C}$  com tempo de patamar igual a 250 minutos nessa temperatura,  $0,3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  entre  $300^{\circ}\text{C}$  e  $570^{\circ}\text{C}$ , com tempo de patamar também de 250 minutos para a temperatura de  $570^{\circ}\text{C}$ , e  $1,0^{\circ}\text{C}/\text{min}$  entre  $570^{\circ}\text{C}$  e  $1000^{\circ}\text{C}$ , com tempo de patamar de 30min em  $1000^{\circ}\text{C}$ . A taxa de resfriamento foi de  $0,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $300^{\circ}\text{C}$  e  $0,3^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $30^{\circ}\text{C}$ . Estes patamares são necessários para uma remoção mais lenta do ligante, visto que uma rápida remoção poderia ocasionar defeitos na peça pré-sinterizada.

As amostras permaneceram coesas após a queima e puderam ser submetidas ao processo de sinterização. Na etapa de sinterização foi utilizada a rota comumente utilizada para peças cerâmicas de alumina, onde a temperatura de sinterização foi de  $1550^{\circ}\text{C}$  e o tempo de patamar nessa temperatura foi de 2 horas.

O corpo à verde deve resistir a esta etapa sem a formação de trincas quando a escolha da rota é apropriada para o material. Com base nisso, as peças foram levadas para estudo de absorção de água, porosidade aparente e densidade.

### 5.3. Avaliação visual das peças produzidas

Nas amostras - códigos SS1 a SS3, listadas na tabela 5 - nas quais foram utilizadas apenas a resina 1 (polipropileno glicol) e o endurecedor, sem a adição de água como solvente, observou-se que apesar da redução de viscosidade, o que é um efeito desejado para a conformação da peça, houve também um aumento exagerado da flexibilidade e elasticidade da peça devido ao comportamento intrínseco da resina utilizada. Isso não é de interesse para o estudo, pois reduz a usinabilidade do corpo à verde, além de aumentar a probabilidade de distorções na geometria da peça. Na figura 14 é mostrado o corpo à verde (código SS2) utilizando apenas a resina 1 e o endurecedor.



**Figura 14:** Corpo à verde (código SS2) utilizando somente a resina 1 e o endurecedor.

Notam-se algumas distorções devido ao molde que foi reutilizado algumas vezes, e poros superficiais estão em destaque. Mecanicamente a amostra foi flexível e elástica, comportando-se como um polímero com carga. Além disso, a cura da peça se tornou mais lenta na estufa e a amostra colapsou na pré-sinterização, como é mostrado na figura 15.



**Figura 15:** Corpo pré-sinterizado (código SS2) – amostra colapsada.

Já na amostra SS4 (listada na tabela 5), quando foram utilizadas as duas resinas (1 e 2), sem a adição de água, observou-se que a viscosidade da suspensão continuou baixa e adequada para o processo, mas o corpo à verde apresentou maior resistência mecânica, com menor flexibilidade. A figura 16 ilustra a amostra obtida.



**Figura 16:** Corpo à verde (código SS4) utilizando as duas resinas epóxi e o endurecedor.

Apesar das características à verde melhorarem, a peça apresentou algumas distorções devido à falta de homogeneidade da suspensão cerâmica e às características do formato do molde de silicone. A amostra foi levada para a etapa de extração de ligantes e trincou na pré-sinterização. A figura 17 ilustra este fato.



**Figura 17:** Amostra pré-sinterizada (código SS4) – trincada.

Os testes continuaram na busca de se contornar o problema da baixa densificação dos corpos cerâmicos observados até então. Assim chegou-se à mistura das duas resinas - com variação na quantidade de água – amostras SOL5 a SOL8, identificadas na tabela 6. O propósito destas novas formulações foi investigar o quanto cada parâmetro no sistema contribuía para a densificação da peça à verde.

Desta vez para todos os testes foi utilizado o solvente, pois foi verificado que a água evita que as partículas cerâmicas fiquem mal distribuídas na matriz, o que estava ocasionando o colapso das peças durante a remoção dos ligantes. O percentual de sólidos, importante nesta etapa, ficou estabelecido entre 50 e 60% de sólidos, o que garantiu uma alta carga cerâmica e viscosidade adequada na pré-mistura.

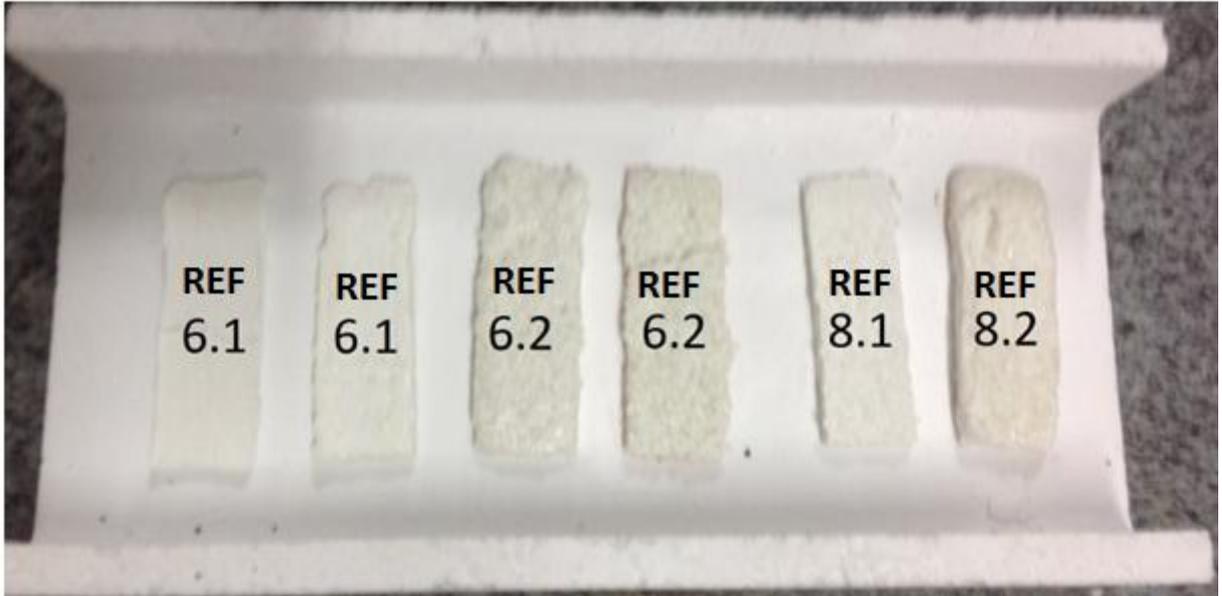
Essas misturas permitiram a obtenção de corpos à verde com maior resistência mecânica, o que facilita o manuseio das peças. As amostras são mostradas na figura 18 e, como era esperado, apresentaram um maior grau de densificação após a pré-sinterização.



**Figura 18:** Corpos à verde de códigos SOL5 a SOL8 utilizando as duas resinas e o solvente.

As amostras SOL6 e SOL8 apresentaram uma densidade relativa maior que as outras (resultados apresentados na seção 5.4). Sabendo disso, e com o intuito de refinar ainda mais o processo foram produzidas as amostras REF6.1, REF6.2, REF8.1 e REF8.2, listadas na tabela 7. Nelas, foi mantida a quantidade de alumina (das amostras SOL6 e SOL8), variando apenas o sistema ligante e a quantidade de água. Isso se fez necessário para verificar qual é o papel da resina e do solvente na formação do gel.

A figura 19 mostra os corpos à verde obtidos. Foram verificados problemas na peça à verde obtida das amostras REF6.2 e REF 8.2, devido ao maior percentual de sistema ligante e menor de solvente. O sistema ligante não se distribuiu homogeneamente na peça, tendo se depositado preferencialmente na superfície. É esperado que uma composição com essas proporções reduza a resistência à verde e capacidade de usinabilidade da peça. Esses problemas se concretizaram na etapa de pré-sinterização, onde não foi possível manter a peça coesa e elas acabaram por colapsar.



**Figura 19:** Corpos à verde confeccionados pelo processo refinado.

As peças com uma maior proporção de sistema ligante em relação à quantidade de água (REF6.2 e REF8.2) colapsaram na pré-sinterização (figura 20). Todas as peças que densificaram nesta etapa e na anterior (amostras SOL, figura 18) foram levadas para avaliação através do método de Arquimedes, cujos resultados, são apresentados na seção 5.4.



**Figura 20:** Peças pré-sinterizadas obtidas com corpos à verde produzidos usando o processo refinado.

#### 5.4. Estudo da densificação

Os corpos cerâmicos, que resistiram à etapa de extração de ligantes, foram sinterizados e levados para o estudo de absorção de água, porosidade aparente e densidade relativa através do método de Arquimedes, cujos resultados são apresentados na figura 21. Os valores de densidade relativa (tabela 9) foram calculados tomando como referência de 100% um valor de 3,95 g/cm<sup>3</sup> para a massa específica da alumina. Esse valor é obtido partindo de todos os defeitos que um sólido real pode apresentar menos porosidades de qualquer espécie.



**Figura 21:** Densidade relativa, porosidade aparente, absorção de água e entre parênteses a massa específica aparente dos corpos de prova sinterizados.

A absorção de água e a porosidade aparente são diretamente proporcionais. Com o aumento da porosidade aumenta-se o índice de vazios e conseqüentemente diminui a resistência da amostra. Sendo assim, como mostra a figura 21 é esperado que a amostra SOL6 e SOL8, com os maiores valores de massa específica, tenham uma resistência maior, o que está ligado à densificação da peça, já que estas amostras apresentam o menor valor de porosidade aparente entre as peças estudadas. Por apresentar a menor massa específica, e a maior porosidade, se espera que a amostra REF6.1 tenha a menor resistência entre todas.

**Tabela 9: Dados relativos - em ordem decrescente de densidade relativa - ao percentual de sistema ligante, percentual de água, percentual de sólido e percentual de densidade relativa das amostras densificadas, refinadas densificadas e colapsadas no refino.**

<b>CÓDIGO</b>	<b>SISTEMA LIGANTE (%)</b>	<b>H<sub>2</sub>O (%)</b>	<b>SÓLIDOS (%)</b>	<b>DR (%)</b>
SOL6	20,45	29,55	50,00	73,50
SOL8	24,14	20,69	55,17	72,63
SOL7	13,21	30,19	56,60	66,55
SOL5	12,00	32,00	56,00	66,18
REF8.1	10,35	34,48	55,17	59,84
REF6.1	11,36	38,64	50,00	55,23
REF6.2	38,64	11,36	50,00	-
REF8.2	34,48	10,35	55,17	-

A tabela 9 fornece dados ilustrando o percentual de sistema ligante e percentual de solvente utilizado nas formulações com os resultados obtidos pelo método de Arquimedes. Assim temos uma visão geral do estudo e a fração otimizada de sistema ligante e de solvente para obter a máxima densificação para o sistema estudado. Nesta tabela, para efeitos de comparação, também foram incluídas as amostras de refino colapsadas na pré-sinterização.

Analisando a tabela 9, percebe-se que as amostras de códigos SOL6 e SOL8 apresentaram uma densidade relativa maior que as outras, o que está de acordo com o observado visualmente, para estas peças, que mostraram um menor tamanho dos seus poros. A menor absorção de água para as peças com melhores densificações, indica uma forte eliminação de porosidade aberta.

O percentual de sólidos, neste caso, não influenciou nesse resultado, o que indica que os teores escolhidos (entre 50% e 57%) estão dentro da faixa aceitável para estas formulações. De fato, um teor de sólidos acima desta faixa reduz a fluidez da mistura, dificultando a moldagem das peças o que está de acordo com os estudos referentes à viabilidade de novas resinas para a técnica.

Como mostrado na tabela 9, quando comparamos a amostra SOL6 e SOL8 com a REF6.1 e REF8.1 respectivamente, notamos que apesar da diminuição da

quantidade de ligante e o aumento de solvente diminuam a viscosidade, facilitando o processo, não houve aumento na densidade relativa, pelo contrário, houve uma brusca diminuição da densidade. Para essas composições houve maior formação de bolhas na mistura o que acarretou em uma porosidade aparente maior nas peças refinadas - conforme mostrou a figura 21. Há extrapolação na quantidade de água, onde a partir de aproximadamente 35% não conseguimos uma boa densificação. Ela acaba ficando abaixo dos 60% de densidade relativa, muito baixa para se ter alguma aplicação tecnológica do material.

As amostras REF8.2 e REF6.2, colapsadas na pré-sinterização, nos mostram o limite da quantidade de sistema ligante para o trabalho. Quando se passa dos 30%, não conseguimos manter a peça coesa após a retirada do ligante na pré-sinterização. Sendo assim, é necessário diminuir a quantidade de ligante para que se consiga ter uma peça que seja transformada em um monolito. O ideal para o processo com esse tipo de sistema ligante é uma quantidade abaixo dos 25%.

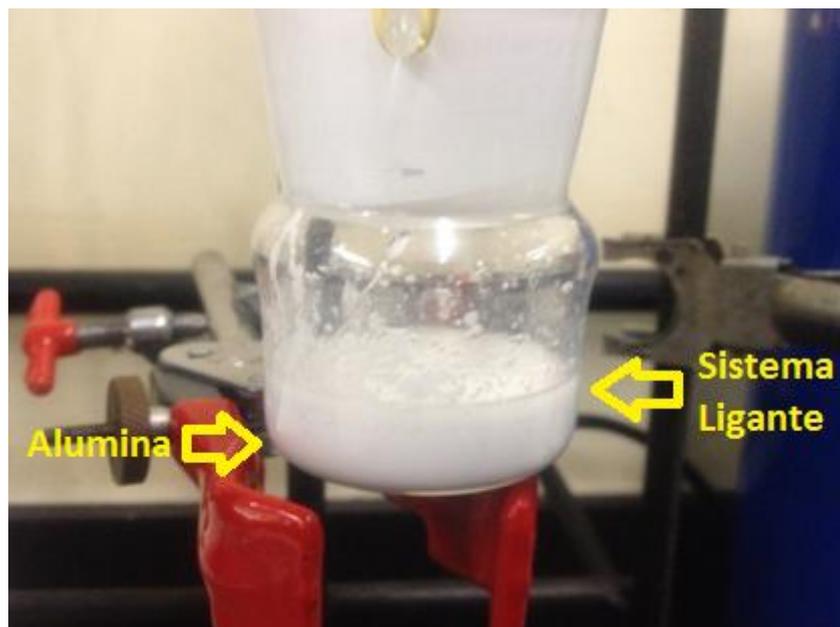
## 5.5. Avaliação da viabilidade de produção por vácuo

Na tentativa de se obter peças com maior grau de densificação foi tentado, para algumas misturas, o método de preparação da mistura com a utilização de vácuo pelo tempo de 1 hora e com o auxílio de um ultrassom, como ilustrado na figura 22. Foram utilizadas as composições de maior grau de densificação (SOL6 e SOL8) obtidas pelo processo inicial do estudo sem a utilização de vácuo.

Infelizmente, os resultados não se alteraram, mostrando que esta não é uma abordagem que tem a perspectiva de resolver o problema identificado, que é principalmente devido à formação de bolhas já na mistura. A solução, após agitação durante 1 hora em vácuo, separou-se em duas fases – como mostra a figura 23. Logo, essa abordagem não contribuiu para a correta moldagem pelo processo de colagem por gel.



**Figura 22:** Montagem do sistema a vácuo com auxílio de um ultrassom.



**Figura 23:** Formação de duas fases no sistema a vácuo.

## 6. CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi investigada a viabilidade de um novo sistema de resinas epóxi, de baixa toxicidade, para a fabricação de peças de alumina pelo método de gel casting. Para tanto, o sistema precisa ter as características que as resinas baseadas em acrilatos, normalmente utilizadas, possuem, como a baixa viscosidade e forte gelificação do pó de partida, de forma a se obter uma peça com uma boa resistência à verde para o manuseio e coesa após a etapa de queima.

As resinas epóxi escolhidas se mostraram viáveis para o processo, sendo que a resina baseada em polipropileno glicol apresenta baixa toxicidade, enquanto a baseada em bisfenol A ainda apresenta muitas dúvidas quanto a seus efeitos toxicológicos. Em se tratando da viabilidade para o uso as resinas se mostraram satisfatórias, porém são necessários ajustes, visto que elas apresentaram problemas visíveis já na mistura devidos à formação de bolhas.

O uso de um percentual de ligante acima de 30% produziu corpos pouco homogêneos, os quais colapsaram e trincaram durante o tratamento térmico. Sendo assim, foi verificado que a presença de água na mistura inicial era essencial para a produção de corpos cerâmicos coesos na etapa de queima. A adição de solvente foi fundamental para o processo, pois ele mantém as partículas unidas na matriz cerâmica. Além disso, ele permite a fluidez imprescindível para que a técnica seja viável, já que a mistura é posteriormente vertida no molde.

A produção de cerâmicas com o uso desse sistema de resinas epóxi dependeu essencialmente de um ajuste no percentual de ligante e de solvente, mantendo-se a fração de sólidos entre 50 e 60%. Um percentual maior que 60% inviabilizaria o processo, pois a mistura não teria viscosidade suficiente para ser vertida ao molde, e um percentual abaixo de 50% também inviabilizaria, pois haveria baixa fração de carga sólida contida no sistema.

A diminuição do percentual de sistema ligante não garantiu um aumento na densidade relativa. Os poros aprisionados e a heterogeneidade da peça levaram a uma baixa densidade e produção de defeitos nos produtos sinterizados. As composições com os resultados mais satisfatórios foram aquelas produzidas com concentrações intermediárias de sistema ligante (em torno de 20 e 25%) e de

sólidos (entre 50 e 60%). Essas amostras obtiveram o maior valor de densificação, estrutura mais homogênea e porosidade reduzida frente às demais amostras.

Para as aplicações a que a técnica se propõe, tais como engrenagens e turbinas para aeronaves, percebemos que os materiais produzidos por esse sistema ainda são bastante insatisfatórios nas propriedades avaliadas. A elevada porosidade, aliada a uma baixa densificação inviabiliza seu uso como um material aplicável tecnologicamente. Ajustes são necessários no sistema de moldagem das peças a fim de se obter corpos de prova que permitam o estudo quantitativo de suas propriedades mecânicas.

## **7. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS**

Pode-se avaliar que o trabalho apresentou progressos significativos no desenvolvimento de um novo sistema de resinas epóxis para gel casting. O objetivo principal para uma próxima etapa do estudo é obter amostras com maior densidade relativa através da otimização do processo e estudar as propriedades mecânicas dos corpos cerâmicos produzidos.

São necessários, essencialmente, métodos para a minimização de bolhas que são visíveis já na etapa de mistura, pois a remoção das bolhas se mostrou como a principal dificuldade do processo estudado. Um caminho sugerido poderia ser a adição do catalisador com auxílio de vácuo.

Além disso, também podem ser estudadas alterações das rotas de extração de ligantes em outra atmosfera, e com estudo dos tempos de patamares do forno e velocidade de queima.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Krause C., ORNL'S Gel casting, <http://web.ornl.gov/info/ornlreview/rev28-4/text/gelcast.htm>, acessado em 13 de outubro de 2015.
2. Gilissen, R.; et al., Gelcasting, near net shape technique, *Materials and Design*, 2000.
3. Janney, M. A.; Knoxville, T.; Omatete, O. O., Patente 5.028.362, 1991.
4. Xie, R.; et al., Effects of Epoxy Resin on Gelcasting Process and Mechanical Properties of Alumina Ceramics, *The American Ceramic Society*, 2013.
5. Bednarek, P.; et al., Gelcasting of alumina with a new monomer synthesized from glucose, *European Ceramic Society*, 2010.
6. Ortega, F. S.; et al., The rheological behavior and surface charging of gelcasting alumina suspensions, *Ceramics International*, 2008.
7. Bengisu, M.; Yilmaz, E., Gelcasting of alumina and zirconia using chitosan gels, *International Ceramics*, 2002.
8. Mao, X.; et al., Gelcasting and Pressureless Sintering of Translucent Alumina Ceramics, *The American Ceramic Society*, 2008.
9. Yang, J.; et al., Recent developments in gelcasting of ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 2011.
10. Liu, X.; et al., Effect of rheological properties of the suspension on the mechanical strength of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  composites prepared by gelcasting, *Ceramics International*, 2002.
11. Tong, J.; Chen, D., Preparation of alumina by aqueous gelcasting, *Ceramics International*, 2004.
12. Liya, S.; et al., Investigation of the influencing factors on surface exfoliation on  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  green bodies prepared by gelcasting, *Materials Science and Engineering A*, 2007.
13. Trindade, R. S., Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2013.
14. Ha, C-G; et al., Effect of particle size on gelcasting process and green properties in alumina, *Materials Science and Engineering*, 2002.
15. Mao, X.; et al., Gelcasting of Alumina Using Epoxy Resin as a Gelling Agent, *The American Ceramic Society*, 2007.
16. Tari, G et al., "Influence of Particle Size Distribution on Colloidal Processing of Alumina", *Journal of the European Ceramic Society*, v. 18, pp. 249- 253, 1998.
17. Ortega, F. S., Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de São Carlos, 1997.

18. Xu Guo, Gel casting of high strength ceramics, Diploma work in the Master programme Advanced Engineering Materials., Chalmers University of Technology, 2011.
19. He, R.; et al., Gelcasting of complex-shaped ZrB<sub>2</sub>-SiC ultra high temperature ceramic components, Materials Science and Engineering A, 2012.
20. Tallón, C.; et al., Gelcasting Performance of Alumina Aqueous Suspensions with Glycerol Monoacrylate: A New Low-Toxicity Acrylic Monomer”, The American Ceramic Society, 2007.
21. Xie, Z-P.; et al., A new gel casting of ceramics by reaction of sodium alginate and calcium iodate at increased temperatures, Journal of Materials Science Letters, 2001.
22. <http://chemindustry.ru/1,2-Propanediol.php>, acessado em 20 de novembro de 2015.
23. Beserra, M. R.; et al., O Bisfenol A: Sua Utilização e a Atual Polêmica em Relação aos Possíveis Danos à Saúde Humana, Revista Eletrônica TECCEN, 2012.
24. Gatti, J. B., A presença de Bisfenol A proveniente de vernizes em alimentos e sua implicação na saúde, Informativo CETEA/ITAL, 2009.
25. <http://www.efsa.europa.eu/en/press/news/150121>, acessado em 20 de novembro de 2015.