



V Seminário de Iniciação Científica

Talentos da Ciência e Tecnologia em ação

📅 Dias 26 e 27 de setembro de 2019

📍 Auditório e Pátio - Unidade II



ESTUDO DA COMPACTAÇÃO E SINTERIZAÇÃO DE PÓS CERÂMICOS DE ZnO (ÓXIDO DE ZINCO) OBTIDOS POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO PARA APLICAÇÃO PIEZOELÉTRICA

Sara Paulina Noronha Lima¹ – Unifesspa

paulinanoronha@gmail.com

Debora Albuquerque Vieira² - Unifesspa

deboravieira@unifesspa.edu.br

Agência Financiadora: FAPESPA

Eixo Temático/Área de Conhecimento: Engenharia

1. INTRODUÇÃO

Os ramos da nanociência e da nanotecnologia têm sido bastante explorados nas últimas décadas, recebendo diversas contribuições em relação à pesquisa e desenvolvimento dos temas. Nesse vasto campo do conhecimento, os materiais nanocristalinos podem ser destacados por suas atraentes propriedades térmicas, elétricas, mecânicas e ópticas.

Nesse contexto, o óxido de zinco (ZnO) tem recebido atenção especial em muitas pesquisas nas áreas de varistores, células solares, eletrodos transparentes, sensores de gás e dispositivos piezoelétricos, isso se deve, conforme Lee et al. (2018), ao fato de o ZnO apresentar alta transmitância na região visível e também possuir vantagens do ponto de vista econômico e ambiental por causa de seu baixo custo e propriedades não tóxicas. Além das propriedades eletrônicas e estruturais, as propriedades mecânicas do ZnO também possuem grande importância e envolvem vários conceitos como, por exemplo, rigidez, dureza, piezoelectricidade e rendimento de força (DIAMANTINO, 2016, p.17), sendo assim uma espécie química de alto interesse e importância.

Contudo, como o ZnO encontra-se relativamente livre de barreiras elétricas e magnéticas em sua forma nanocristalina, como revela Lee et al. (2018), os estudos se direcionam para esse nicho, incluindo formas de sintetizar e preparar esse material para atender uma determinada finalidade.

Uma das maneiras de obtenção de ZnO em escala nanométrica é através da síntese por reação de combustão, consistindo em um processo relativamente simples e de baixo custo, o qual é exotérmico e necessita de uma fonte externa de energia para que a transformação química ocorra. Através desse processo é produzido um pó que é submetido à etapa posterior de compactação e sinterização para obtenção de corpos rígidos com boas propriedades mecânicas.

Consonante com Mendonça (2019), no processo de compactação, em geral, o pó é colocado na cavidade de uma matriz montada em prensas de compressão, onde ocorre o deslocamento simultâneo dos punções superior e inferior, à temperatura ambiente, sendo as pressões definidas de acordo com as características do tipo de pó, da qualidade e quantidade do lubrificante adicionado à mistura. A prensa de compressão utilizada neste projeto é hidráulica e como o compactado de interesse possui espessura constante e seção transversal fina, para RICHESON (2006), a peça pode ser pressionada com ação simples em que apenas o punção superior se movimenta.

A última etapa e uma das mais importantes na metalurgia do pó é a sinterização, em que consonante com Diamantino (2016) o compactado verde é aquecido a altas temperaturas, mas que permanecem abaixo da temperatura de fusão do metal base. É válido destacar que são controlados além da temperatura, a velocidade de aquecimento e resfriamento, o tempo de permanência, assim como a atmosfera em contato com a peça. Para Cramer (2017) as propriedades intensivas de um material não mudam com os métodos de processamento, no entanto algumas das propriedades extensivas podem ser manipuladas em sua

¹Graduanda em Engenharia Química - Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará

²Doutora em Ciências e Engenharia de Materiais - Professora Adjunta da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (FEMMA/IGE/Unifesspa). Coordenadora do Projeto de Pesquisa.



V Seminário de Iniciação Científica

Talentos da Ciência e Tecnologia em ação

📅 Dias 26 e 27 de setembro de 2019

📍 Auditório e Pátio - Unidade II



microestrutura. Dessa forma, a sinterização é um ótimo método para controlar a microestrutura e, portanto, as propriedades do nanocristal de ZnO.

Nesse âmbito, este projeto realiza o estudo do processamento de pós-cerâmicos de ZnO, por meio de reação de combustão, com compactação por prensagem uniaxial em prensa hidráulica, e posterior sinterização dos corpos de prova compactados, sendo variáveis o tempo e a temperatura de sinterização. Através de caracterizações estruturais e morfológicas do material final obtido, analisa-se sua capacidade de aplicações em transdutores piezoelétricos.

2. MATERIAS E MÉTODOS

A forma de obtenção do composto na forma de corpo cerâmico pode ser descrita em quatro etapas principais e consecutivas: síntese, compactação, sinterização e caracterização.

Na síntese da amostra foram utilizados os reagentes químicos: nitrato de zinco hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), como fonte de cátions e agente oxidante, e a ureia ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$), como agente redutor sendo também combustível, sendo que as composições, isto é, as proporções de combustíveis-oxidantes foram definidas de acordo com a estequiometria estabelecida com base na teoria dos propelentes e explosivos, de modo a formar uma solução redox (JAIN; ADIGA, 1981), essa mistura redox foi colocada em um cadinho de sílica vítrea e submetida ao aquecimento em uma resistência elétrica até ignição (combustão), produzindo assim um pó de ZnO.

Na etapa de compactação, primeiramente, em um almofariz, foi realizada a cominuição do material sintetizado a fim de homogeneizar e padronizar o tamanho das partículas. Logo em seguida, esse material foi peneirado em uma peneira de 200 MESH, obtendo-se assim um pó nanométrico para enfim realizar a compactação das pastilhas. Pesou-se 500 mg desse pó peneirado e transferiu-se para um molde de aço inoxidável de cavidade circular com diâmetro de 10 mm e conformou-se a pastilha em uma prensa uniaxial, mantendo-se por 1 minuto a 130Mpa, nesta etapa, fez-se uso do lubrificante ácido oleico.

Após a etapa de compactação dos pós, a pastilha foi submetida a um tratamento térmico de sinterização. Assim, a amostra prensada foi inserida em um forno cuja temperatura foi gradualmente elevada a uma taxa de aproximadamente $10^\circ\text{C}/\text{min}$ até alcançar a temperatura de 400°C , onde permaneceu por um período de 1 hora. Após esse período, continuou-se aquecendo o forno, até atingir a temperatura de sinterização de 1000°C , onde permaneceu por um período de 1 hora, sendo em seguida resfriado lentamente dentro do forno.

A pastilha sinterizada foi caracterizada, para determinação de medidas físicas do corpo cerâmico obtido, quanto a sua massa seca (M_s), diâmetro e espessura. O diâmetro foi utilizado para o cálculo de retração linear ($R_L\%$), a partir dos diâmetros iniciais (D_I) e finais (D_F), segundo a equação (1).

$$R_L\% = \left(\frac{D_I - D_F}{D_I} \right) \cdot 100 \quad (1)$$

O método de cálculo das densidades e densidade baseou-se na técnica ASTM C373-88. As pastilhas com 10 mm de diâmetro foram imersas em água destilada por um período de 24 horas. As massas imersas (M_i) e umidas (M_u), foram tomadas e assim calculadas a densidade aparente e a densidade relativa de acordo com as equações 2 e 3, utilizando-se para tal a densidade do meio líquido ($\rho_L = 0,99771 \text{ g/cm}^3$) e densidade teórica do material (ρ_{th}), ambos em g/cm^3 . A densidade teórica para a composição utilizada nesse trabalho foi de $5,606 \text{ g/cm}^3$ (fonte: de onde foi tirado este valor).

$$DA = \left(\frac{M_s}{M_u - M_i} \right) \cdot \rho_L \quad (2)$$

$$\rho_{rel} = \left(\frac{DA}{\rho_{th}} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

Logo após a sinterização, o corpo cerâmico foi caracterizado por MEV e DRX. Em que a microestrutura das cerâmicas foi observada por fratura por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) através do equipamento modelo Zeiss EVO MA10.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Realizando-se o método de Arquimedes e dispondo-se das Equações 1, 2 e 3, foi possível determinar a absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente da pastilha prensada à 130Mpa. Tais resultados estão descritos na Tabela 1.

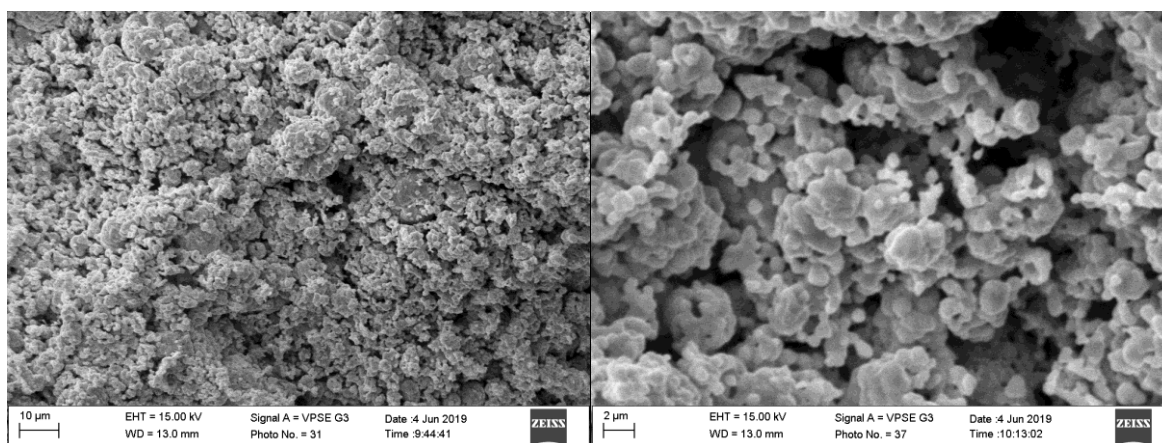
Tabela 1 - Análise física: Retração linear, densidade aparente, densidade relativa.

Amostra	RL(%)	DA (g/cm ³)	DR%
P1	2,3	3,79	67,6

Como pode ser observado através dos resultados obtidos na Tabela 1, o corpo cerâmico após compactação em pressão de 130MPa e sinterização apresenta retração linear de 2,3% e densidade aparente de 67,6% . Uma vez que a densidade aparente considera o volume total da amostra, inclusive os espaços vazios entre os grãos que a compõe, indicando assim uma maior densificação do corpo de prova

Na Figura 1 encontra-se a morfologia da amostra de ZnO obtida por reação de combustão, antes e após compactação e sinterização.

Figura 1 – Micrografia de MEV da pastilha de ZnO compactada com 1tonelada-força de pressão e sinterizada à 1000°C em um ciclo de queima convencional.



A amostra apresenta morfologia com tamanho de partícula micrométrica, com a presença de aglomerados pequenos de formato esférico e a formação de aglomerados na forma de flocos porosos constituídos de partículas pequenas e com presença de porosidade interpartícula. Porém a amostra de ZnO revelou porosidade entre as partículas, o que indica que os parâmetros da sinterização convencional podem ser alterada de modo a obter compactados mais densos e rígidos , indicados para aplicação piezoelétricas.

Na Figura 2 está o difratograma de raios X da amostra de ZnO após compactação e sinterização.



V Seminário de Iniciação Científica

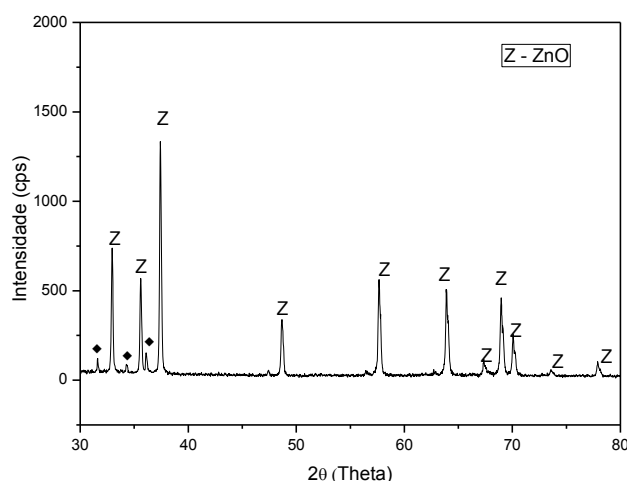
Talentos da Ciência e Tecnologia em ação

📅 Dias 26 e 27 de setembro de 2019

📍 Auditório e Pátio - Unidade II



Figura 2. Difratoograma de raios X do óxido de zinco (ZnO) após compactação e sinterização.



É possível observar que as características da cerâmica (óxido de zinco), após a sinterização são mantidas, pois os picos característicos do óxido de zinco mantem uma elevada intensidade, porém observa-se a presença de fase não identificada entre 2θ em aproximadamente 30 e 40°, indicado pela simbologia (♦).

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com o desenvolvimento desse trabalho, observou-se que a prensagem uniaxial foi eficaz para a produção de peças cerâmicas à base de óxido de zinco com geometria esférica. Observou-se que o processo de sinterização proporcionou, na pressão de compactação de 130 Mpa, um corpo cerâmico denso de baixa porosidade e micrométrico. Em termos de controle dimensional, as matérias-primas utilizadas, a distribuição de pressão de compactação e a qualidade do molde foram decisivas para a geometria proposta e a sinterização, embora não tenha sido do tipo mais apropriado para este caso, auxiliou na correção de possíveis desvios. Dessa forma, tal estudo se apresentou promissor, pois demonstrou-se que o estudo da compactação é viável, haja visto que se deseja obter componentes que apresente maior resistência mecânica para este tipo de aplicação.

REFERÊNCIAS

CRAMER, Corson Lester. **APPLICATIONS AND ADVANCED SINTERING TECHNIQUES OF FUNCTIONALLY GRADED ZNO-BASED THERMOELECTRIC MATERIAL**. Colorado: Colorado State University, 2017. Disponível em:

DIAMANTINO, Fernanda Rosa. **Caracterização Estrutural e Térmica do Óxido de Zinco Produzido por Mecanoquímica**. Amazonas: UFAM, 2016. p. 14. LEE, Ji-Woon; JIN, Changhyun; HONG, Soon-Jig; HYUN, Soong-Keun. **Microstructure and Density of Sintered ZnO Ceramics Prepared by Magnetic Pulsed Compaction**. Advances in Materials Science and Engineering, v. 2018, p. 1-7, Mar. 2018.

JAIN, R.S.; ADIGA, K.C. **Combustion and Flame** 40, (1981) 71-79

MENDONÇA, Alysson Fernando Andrade. **AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO**. Mossoró: UFERSA, 2019.

RICHERSON, David W. **Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design**. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 2006. 3 ed. p. 412