



15º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP - 2024

Investigation of the Correlation between Ceramic Processing of ZrO2 + Al2O3 Composites and Properties for Application in Radiological Dosimetry

Ian Gabriel Oliveira da Silva Huyra Estevão de Araujo

RESUMO:

A criação de materiais inovadores, especialmente cerâmicos tem se firmado como uma das principais estratégias tecnológicas para diversos setores e suas variadas aplicações. A demanda crescente por cerâmicas avançadas, reconhecidas por terem microestruturas e processos de fabricação bem controlados, se deve à versatilidade associada às suas estruturas cristalinas complexas. No caso das cerâmicas utilizadas em dosimetria radiológica, os desafios estão na compreensão da relação entre o processamento, a microestrutura e as propriedades, visando otimizar as interfaces dos compósitos. Nesse cenário, o presente projeto tem como objetivo correlacionar os parâmetros de processamento de compósitos de Zircônia-Alumina com suas interfaces microestruturais, avaliando diferentes composições e parâmetros de termoluminescência, com foco em aplicações na dosimetria radiológica.

PALAVRAS-CHAVE: Processamento Cerâmico; Parâmetros térmicos; Sinterização; Cristalização; Microestrutura; Termoluminescência;

Investigation of the Correlation between Ceramic Processing of ZrO2 + Al2O3 Composites and Properties for Application in Radiological Dosimetry

ABSTRACT: The creation of innovative materials, especially ceramics, has established itself as one of the main technological strategies for several sectors and their varied applications. The growing demand for advanced ceramics, recognized for having well-controlled microstructures and manufacturing processes, is due to the versatility associated with their complex crystalline structures. In the case of ceramics used in radiological dosimetry, the challenges lie in understanding the relationship between processing, microstructure and properties, aiming to optimize the composite interfaces. In this scenario, this project aims to correlate the processing parameters of Zirconia-Alumina composites with their microstructural interfaces, evaluating different compositions and thermoluminescence parameters, with a focus on applications in radiological dosimetry.

KEYWORDS: Ceramic Processing; Thermal Parameters; Sintering; Crystallization; Microstructure; Thermoluminescence;

INTRODUÇÃO

A Ciência dos Materiais, especialmente no campo dos materiais cerâmicos, é crucial para o desenvolvimento tecnológico, destacando-se pela sua capacidade de adaptar-se a diferentes demandas. Materiais cerâmicos, como Zircônia (ZrO2) e Alumina (Al2O3), são amplamente utilizados devido às suas propriedades avançadas, incluindo alta condutividade elétrica e resistência à radiação ionizante. Na dosimetria radiológica, essas propriedades são essenciais para a detecção eficaz de radiação. Contudo,

há uma lacuna na compreensão do impacto das interfaces e dos parâmetros de processamento sobre essas propriedades. Este relatório tem como objetivo investigar a correlação entre o processamento do compósito ZrO2-Al2O3, a constituição de suas interfaces e suas propriedades para aplicações em dosimetria radiológica. Para alcançar esse objetivo, foram realizados os seguintes passos: (1) preparar pós cerâmicos de Al2O3, (2) sinterizar esses pós utilizando variadas programações de temperatura, taxas de aquecimento e tempos de patamar, (3) realizar a caracterização estrutural e microestrutural das amostras, incluindo medidas de densidade e porosidade, e construção de curvas de densificação, e (4) caracterizar a aplicação dos corpos cerâmicos na dosimetria radiológica, correlacionando os resultados com os parâmetros de processamento para otimizar o desempenho dos materiais.

MATERIAL E MÉTODOS

Atualmente estão alocados no Laboratório de Ciências da Natureza, elementos fundamentais para execução do projeto como prensa hidráulica, moldes para prensa uniaxial, forno mufla, bancada de preparação, balança analítica, sistema para medição de densidades pelo Método de Arquimedes, almofarizes de ágata, moinho giratório de jarros, agitadores magnéticos, lâmpada de infravermelho e vidraria de laboratório. Os pós cerâmicos utilizados são a Alumina êxodo e nano, PVB (polivinil butiral) e esferas de zircônio de alta dureza, álcool isopropílico e peneira. A preparação de pós cerâmicos por reação em estado sólido envolve várias etapas, conforme ilustrado na figura 1. A primeira etapa consiste na mistura dos pós por meio de moagem em moinho giratório com álcool isopropílico por 12 horas, visando à homogeneização dos materiais. Em seguida, realiza-se a secagem dos pós utilizando radiação infravermelha, com o objetivo de remover o álcool isopropílico presente na mistura. Após a secagem, os pós são desaglomerados por meio de peneiramento, etapa importante para garantir a obtenção de partículas cerâmicas com tamanho adequado e livres de aglomerados. No processo de prensagem foi feito a prensagem uniaxial que é uma das técnicas de conformação de peças mais empregadas no processamento de materiais cerâmicos atualmente.



Figura 1. Etapas de Preparação do Pó

Adicionalmente, visto que um dos objetivos é a investigação das etapas de processamento e sua correlação com as propriedades do corpo, as programações de sinterização serão executadas com o objetivo de promover microestruturas com características distintas. A primeira etapa da sinterização em que o corpo é aquecido a 6°/min até 400°C e mantido por 30 minutos para à eliminação do PVB como ligante. A partir desse ponto o corpo será aquecido com taxas de aquecimento de 2 a 8°C/min.



Figura 2. Esquematização das programações de sinterização utilizadas

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela apresentada detalha a sinterização de amostras de cerâmica de alumina nano, inicialmente prensadas uniaxialmente e submetidas a diferentes condições de temperatura e tempo. Esta tabela incluirá também, informações sobre as massas, diâmetros e alturas de cada amostra. Os dados fornecidos servirão como base para calcular a retração de cada amostra.

TABELA 1. Análise do comportamento do material cerâmico antes e depois da sinterização com diferentes tempos e diferentes temperaturas.

Alumina NANO	Prensado Sem Sinterizar	Diâmetro Sem Sinterizar	Altura Sem Sinterizar	Massa Após Sinterização	Diâmetro Após Sinterização	Altura Após Sinterização	Temperatura/ Tempo
Amostra 1	0,185g	10mm	1,60mm	0,154g	9,95mm	1,6mm	900° - 180min
Amostra 2	0,180g	10mm	1,60mm	0,151g	9,9mm	1,55mm	900° 180min
Amostra 3	0,183g	10mm	1,6mm	0,154g	9,8mm	1,5mm	950°

							60min
Amostra 4	0,199g	10mm	1,65mm	0,151g	9,95mm	1,75mm	950° 60min
Amostra 5	0,201g	10mm	1,6mm	0,164g	9,90mm	1,6mm	950° 180min
Amostra 6	0,211g	10mm	1,8mm	0,176g	9,90mm	1,7mm	950° 180min
Amostra 7	0,185g	10mm	1,6mm	0,153g	9,95mm	1,5mm	950° 300min
Amostra 8	0,183g	10mm	1,5mm	0,151g	9,90mm	1,7mm	950° 300min
Amostra 9	0,196g	10mm	1,65mm	0,163g	9,85mm	1,6mm	1000° 60min
Amostra 10	0,219g	10mm	1,95mm	0,177g	9,85mm	1,65mm	1000° 60min
Amostra 11	0,187g	10mm	1,65mm	0,158g	9,80mm	1,50mm	1000° 180min
Amostra 12	0,170g	10mm	1,6mm	0,142g	9,85mm	1,6mm	1000° 180min
Amostra 13	0,173g	10mm	1,5mm	0,147g	9,65mm	1,5mm	1050° 60min
Amostra 14	0,177g	10mm	1,6mm	0,154g	9,70mm	1,6mm	1050° 60min

Amostra 15	0,189g	10mm	1,7mm	0,158g	9,4mm	1,6mm	1100° 60min
Amostra 16	0,185g	10mm	1,6mm	0,,155g	9,3mm	1,5mm	1100° 60min

Amostra	0,194g	10mm	1,55mm	0,194g	9,90mm	1,6mm	900°
17							60min

EQUAÇÃO 1. Usada para calcular a retração das cerâmicas

R(%) = VI- VF / VI× 100 Em que, R=Retração VI= Valor inicial VF= Valor final

 TABELA 2. Resultado do calculo de retração de cada amostra

Retração do Diâmetro (%)	Retração da Altura (%)
--------------------------	------------------------

0.50	0.00
1.00	3.13
2.00	6.25
0.50	-6.06
1.00	0.00
1.00	5.56
0.50	6.25
1.00	-13.33
1.50	3.03
1.50	15.38
2.00	9.09
1.50	0.00
3.50	0.00
3.00	0.00
6.00	5.88
7.00	6.25
1.00	-3.23

Os valores de retração variam conforme a temperatura e o tempo de exposição, demonstrando a influência direta desses fatores no comportamento dimensional do material. A retração do diâmetro variou de 0,5% a 7%, com um aumento proporcional à elevação da temperatura. As maiores retrações no diâmetro foram observadas nas amostras sinterizadas a 1100°C (6% e 7%), evidenciando que o aquecimento mais intenso promove maior compactação do material. Por outro lado, a retração da altura apresentou valores tanto positivos quanto negativos, com variações mais acentuadas em amostras sinterizadas por períodos mais longos ou em temperaturas elevadas. Isso indica que a altura pode apresentar comportamentos distintos, como expansão (amostra 8) ou compactação intensa (amostra 10, com 15,38% de retração). Em termos gerais, a sinterização a temperaturas mais altas (acima de 1000°C) e por períodos mais longos levou a uma maior retração.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, é possível concluir que a retração das amostras de alumina nano ocorre de maneira significativa tanto no diâmetro quanto na altura após o processo de sinterização. A retração do diâmetro aumentou proporcionalmente com a temperatura, atingindo até 7% a 1100°C, enquanto a altura apresentou comportamentos variados, incluindo expansão e compactação. Assim, temperaturas mais altas e tempos mais longos de sinterização resultaram em maior retração, destacando a importância desses parâmetros no controle dimensional do material.

AGRADECIMENTOS

15° CONICT 2024

Gostaria de expressar minha sincera gratidão ao Dr. Prof. Huyra Estevão, meu orientador, pelo seu valioso suporte, orientação e incentivo ao longo deste trabalho. Agradeço também ao Instituto Federal de São Paulo (IFSP) pelo apoio institucional e à CNPq pelo financiamento através da bolsa de pesquisa, que foram fundamentais para a realização deste estudo.

REFERÊNCIAS

[1] D. Whyte, Small, modular and economically attractive fusion enabled by high temperature superconductors, Philos. Trans. A Math. Phys. Eng. Sci. 377 (2141) (2019) 20180354.

[2] S.A. Humphry-Baker, G.D.W. Smith, Shielding materials in the compact spherical tokamak, Philos. Trans. A Math. Phys. Eng. Sci. 377 (2141) (2019) 20170443.

[3] Cuq, B., Rondet, E., & Ayral, A. (2011). Preface to powder science and technology and sintered materials STPMF 2009. Powder Technology, 208(2), 243.

[4] J. Qiao, L. Wang, Q. Zhang, W. Yang, F. Meng, G. Wu, Microstructure and mechanical properties of Bp/Al neutron shielding composites, Nucl. Mater. Energy 35 (2023).

[5] A.E. Costley, Towards a compact spherical tokamak fusion pilot plant, Philos. Trans. A Math. Phys. Eng. Sci. 377 (2141) (2019) 20170439.