

PROPIEDADES REOLÓGICAS DE SUSPENSIONES ACUOSAS CERÁMICAS CON ALBÚMINA

M. L. Sandoval, A. G. Tomba M., M. A. Camerucci

*Laboratorio de Materiales Estructurales – División Cerámicos – INTEMA-CONICET –
Fac. de Ingeniería/UNMDP, Av. Juan B. Justo 4302 (7600) Mar del Plata, Argentina
E-mail (autor de contacto): laura.sandoval@fi.mdp.edu.ar*

Sección: Química Industrial, Química Tecnológica y Ciencia de los Materiales

Introducción

La consolidación directa de suspensiones cerámicas espumadas con proteínas globulares constituye un novedoso método de procesamiento coloidal no contaminante de cerámicos porosos basado en la capacidad de estas proteínas de: a) generar una espuma húmeda estable; b) consolidar y ligar a las partículas cerámicas por gelación térmica y c) formar, luego del sinterizado, una estructura celular con tamaños y cantidad de celdas que dependen de las propiedades de la espuma. En este contexto, la calidad de las espumas húmedas producidas está determinada tanto por la capacidad de espumado de la proteína como por su estabilidad y propiedades viscoelásticas, las cuales son influenciadas por los tamaños y morfología de las burbujas generadas que son determinados por la concentración de proteína, el tiempo de reposo y la presencia de partículas cerámicas. Además, la evaluación del comportamiento al flujo y de las propiedades viscoelásticas en función de la temperatura y el tiempo brinda información relevante para establecer las condiciones experimentales de consolidación de los cuerpos cerámicos que conduzcan al desarrollo de microestructuras macro-celulares controladas y homogéneas.

Se presentan los principales resultados obtenidos a partir de la evaluación de las propiedades de flujo y viscoelásticas (G' , G'') de suspensiones acuosas de mullita con albúmina, espumadas y sin espumar, en función de la temperatura (medida de la temperatura de 'onset' de gelación, T_g^0 ; análisis del mecanismo de gelación), el tiempo (medida del tiempo de gelación, t_g para $G'=2\text{Pa}$) y la deformación (0,05-500%; $\% \epsilon_c$, medida de la fluencia de la espuma).

Resultados

Se trabajó con un polvo de mullita comercial (Baikowski) y albúmina de suero bovino, BSA (Sigma-Aldrich) como agente espumante y consolidante/ligante. Las suspensiones de mullita (40%vol.; 0,45% de Dolapix CE-64)-BSA (5, 10 y 15 %vol.) se prepararon por mezclado intensivo y homogenización en molino de bolas, 4h. El espumado se realizó por agitación mecánica turbulenta (2300 rpm, 10 min).

Para caracterizar físicamente los sistemas proteicos y de mullita-BSA espumados se determinaron: a) la capacidad de espumado (%Overrun) y estabilidad; b) la fracción de líquido en la espuma y la evolución con el tiempo de reposo (t_R) por medidas volumétricas y de conductividad eléctrica, a fin de evaluar el drenaje; c) la distribución de tamaños de burbujas por análisis de imágenes adquiridas por microscopía confocal y d) la variación de los parámetros viscoelásticos con la deformación. Las espumas de BSA presentaron buena estabilidad, la cual no se modificó significativamente en presencia de mullita. El incremento de la viscosidad de la 'fase líquida' generado por la adición de la mullita y por el aumento de BSA, produjo el desarrollo de espumas más húmedas constituidas por burbujas de menor tamaño medio (Figura 1).



Figura 1. Imágenes de microscopía confocal de espumas húmedas de: BSA 10%vol. (a) y mullita-BSA 10%vol. (b). Barra: 200 μ m

Las curvas de flujo (Figura 2) de los sistemas sin espumar se obtuvieron por reología en estado estacionario (MCR 301 Anton-Paar Physica; cilindros concéntricos). La suspensión de mullita presentó un comportamiento de fluido complejo, exhibiendo una transición pseudoplástica-dilatante a 300 s^{-1} con leve tixotropía. Al incrementar la cantidad de BSA, se registró un notable incremento de la viscosidad aparente ($\eta_{1000} \sim 1$ Pa.s) y de la tixotropía, y un cambio en el comportamiento reológico global. La suspensión con 15%vol. BSA presentó un comportamiento pseudoplástico puro que se asoció al acomodamiento de las partículas en la dirección del flujo y a la extensión de las cadenas proteicas.

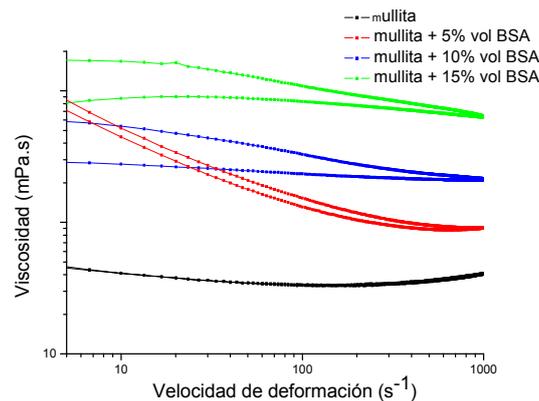


Figura 2. Curvas de flujo para las suspensiones de mullita y mullita-BSA.

Para los ensayos dinámicos se usaron platos paralelos. Las espumas de mullita-BSA presentaron G' y $\% \varepsilon_c$ ($G' = G''$) mayores que las de BSA. Las partículas cerámicas disminuyeron la velocidad de drenaje por aumento de la viscosidad de la fase líquida generando una estructura que soportó mayores deformaciones.

En todos los sistemas (Figura 3) se registró un aumento abrupto de G' a T_g^0 , debido al proceso de gelación de la proteína que implica su desnaturalización, formación de agregados y entrecruzamiento de éstos para formar una red polimérica. El aumento de BSA disminuyó la T_g^0 , siendo este cambio más significativo de 5 a 10%vol. La mullita no modificó significativamente la T_g^0 de la proteína, salvo para la suspensión con 5%vol. BSA, donde la disminución de esta temperatura se atribuyó a la evaporación del agua. Se determinó que las partículas se incluyeron en la estructura del gel indicando que intervienen en las interacciones entre las cadenas de BSA antes de la formación del gel y durante la gelación.

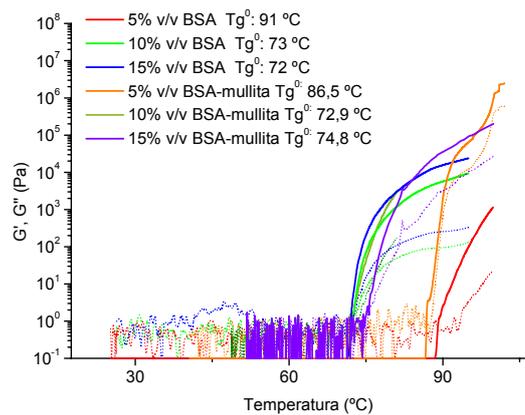


Figura 3. G' y G'' vs. temperatura

En los sistemas espumados, se esperaba que la Tg^0 fuese similar al del sistema sin espumar, con una cinética de formación de gel más lenta y G' menor. Sin embargo, el aumento de G' con la temperatura sólo se debió a la evaporación del agua que impidió la gelación.

En todos los sistemas, t_g disminuyó con el aumento de la temperatura. Dicho cambio fue menor para las temperaturas más bajas debido a que la gelación es un proceso cinético. Si bien no se registraron diferencias significativas en los t_g para 10 y 15% vol., se observó una mayor velocidad de cambio de G' en el sistema más concentrado. El agregado de mullita a la solución de BSA 15% vol. aumentó el t_g de la solución cuando la temperatura fue de 68°C mientras que no lo modificó cuando la temperatura fue más cercana a la Tg^0 .

Referencias

- [1] A.R. Studart, U.T. Gonzenbach, E. Tervoort, L.J. Gauckler. "Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review". *J.Am.Ceram.Soc.*, 89 (6) 771-89 (2006).
- [2] S. Dhara, P. Bhargava. "A simple direct casting route to ceramic foams". *J.Am.Ceram.Soc.*, 89 (10) 1645-50 (2003).
- [3] J. Luyten, S. Mullens, J. Coymans, A. M. de Wilde, I. Thijs, R. Kemps. "Differents methods to synthesize ceramics foams". *J.Eur.Ceram.Soc.*, 29 829-32 (2009).
- [4] O. Lyckfeldt, J. Brandt, S. Lesca. "Protein forming - a novel shaping technique for ceramics"; *J.Eur.Ceram.Soc.*, 20 2551-59 (2000).
- [5] I. Garm, C. Reetz, N. Brandes, L.W. Kroh, H. Schubert. "Clot-forming: the use of proteins as binders for producing ceramic foams". *J.Eur.Ceram.Soc.*, 24 (579-87 2004).