

OBTENÇÃO DE MULITA A PARTIR DE DIFERENTES MATÉRIAS PRIMAS

Ana Elisa Antunes dos Santos¹, ana_elisads@hotmail.com¹
Emily Massahud Carvalho Ribeiro, emilymassahud_cr@yahoo.com.br¹
Heloísa Oliveira Resende Diniz, heloisa27@hotmail.com¹
Luciana Boaventura Palhares, lbpalhares@hotmail.com¹
Guilherme Hoffman de Castro, guilherme_hoffman@hotmail.com¹
Paulo Renato Perdigão de Paiva

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Av. Amazonas, 5.253, Nova Suíça, Belo Horizonte, MG, Brasil. CEP: 30.421-169.

Resumo: A mulita, estrutura cerâmica constituída por alumina e sílica, está presente em diversas modalidades da indústria cerâmica devido às suas excelentes propriedades físicas e mecânicas a altas temperaturas, como alto ponto de fusão, baixa expansão térmica, boa resistência à fratura e ao choque térmico, alta resistência à fluência, estabilidade térmica, baixa densidade e baixa constante dielétrica. Porém, é um mineral raro e a sua produção envolve reações em elevadas temperaturas. O presente trabalho teve como objetivo a obtenção de mulita a partir de diferentes matérias-primas por duas rotas via reações químicas em temperaturas próximas de 1600°C. As misturas utilizadas foram de alumina e caulim e alumina e sílica em diferentes proporções. A caracterização foi feita por difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura. Para todas as misturas utilizadas, obteve-se mulita como fase principal, e alumina como fase secundária.

Palavras-chave: Cerâmica, Mulita, Reação Química, Difração de Raios-X, Microscopia eletrônica.

1. INTRODUÇÃO

Vários trabalhos (Schneider et al, 2015; Gonçalves et al, 2009) mostram que a mulita mineral que tem composição estequiométrica $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ocorre muito raramente em rochas naturais. Porém, devido às suas excelentes propriedades físicas e mecânicas, sua aplicação tem crescido no campo de cerâmicas avançadas. Dessa forma, numerosos processos têm sido desenvolvidos para a sua síntese.

Segundo vários autores (Schneider et al, 2015; Komarneni et al, 2005), um requisito importante para a produção e aplicação desse composto é o conhecimento do diagrama de fase $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$. Os limites da fase da mulita juntam-se a 77.2% em peso de Al_2O_3 , que corresponde a $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ (também conhecida como 2/1-mulita). Com a diminuição da temperatura, a composição da mulita desloca-se para conteúdos menores de Al_2O_3 . Abaixo de 1600°C o teor de Al_2O_3 é menor que 73% em peso, correspondente a uma composição de $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, a chamada mulita estequiométrica ou 3/2-mulita, que é a única fase cristalina estável do diagrama a pressão atmosférica.

De acordo com Schneider et al (2015), os materiais de partida, as condições ambientais, tais como a temperatura, pressão e pressão parcial de oxigênio, a síntese aplicada e rotas de produção influenciam significativamente o desenvolvimento dos cristais de mulita. Okada (2007), mostra que a razão principal para as diferentes rotas de mulitização é atribuída ao diferente grau de mistura do Al_2O_3 e SiO_2 nos grãos.

Vários autores (Okada, 2007; Gonçalves et al, 2009) mostram que a formação de mulita, pode ser dividida em duas grandes rotas: a partir de pós reativos, ocorre através de reações no estado sólido ou por decomposição térmica. No caso das misturas estequiométricas de pós de alumina e sílica, a mulitização ocorre através de reações no estado sólido entre temperaturas de 1400°C e 1800°C; e formação direta de mulita rica em Al entre temperaturas de 900-1000°C, comportamento observado para misturas de caulinita e alumina, neste caso a formação de mulita se dá por decomposição térmica, através da liberação de sílica que reage com a alumina calcinada a temperatura aproximada de 1000°C.

Este trabalho apresenta resultados da obtenção de mulita a partir de misturas de pó de alumina e sílica e alumina e caulim, a partir de reações química em temperaturas de 1600°C.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

As matérias-primas utilizadas para obtenção da mulita foram: alumina, sílica e caulim. Foram desenvolvidas duas rotas: sílica+alumina e caulim+alumina. Na primeira rota foram utilizadas três diferentes proporções, sendo uma delas a estequiométrica. Na segunda rota, foi apenas uma proporção com aproximadamente 55% de caulinita e 44% de alumina.

Os pós de sílica, alumina e caulim foram devidamente pesados nas proporções correspondentes. Os pós foram homogeneizados manualmente por 20 minutos em um gral de porcelana e posteriormente prensados em moldes metálicos, em uma prensa uniaxial e levados para uma estufa para secagem a 100°C, por 24 horas.

As amostras foram então sinterizadas num forno elétrico na temperatura de 1600°C, com taxa de aquecimento de 5°/min e patamar de queima de 2 horas. Em seguida as amostras foram moídas para caracterização.

Após a sinterização as amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), em equipamento SHIMADZU XRD-7000, objetivando identificar a composição e as respectivas estruturas cristalinas. Foram adotadas as seguintes condições de análise: velocidade de escaneamento = 2°/min e ângulo de varredura variando de 3 a 85°, com alvo metálico de cobre.

A análise quantitativa via Origin foi obtida através das áreas individuais dos picos utilizando o “*peak fitting module*” que aplica a função de Gauss e calcula a área sobre os picos. O programa gera automaticamente a porcentagem relacionada a cada pico, bastando então, apenas somar cada fase separadamente para se obter o resultado final.

Foi realizada a análise morfológica no microscópio eletrônico de varredura (MEV), da marca SHIMADZU e modelo SSX-550. Para o ensaio, foi preparada uma solução do pó de obtido em água com dispersante. Após agitação da solução por 24 horas, uma gota desta foi depositada no porta-amostra e seca em estufa. Em seguida, foi realizada a metalização da superfície com ouro para realização da microscopia.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Difração de Raios-X

A figura 1 mostra o difratograma típico obtido para as misturas após tratamento térmico confirmando a presença de materiais cristalinos. Em todos os ensaios realizados observou-se a presença de mulita e também de alumina, mesmo para a amostra onde se utilizou a proporção estequiométrica.

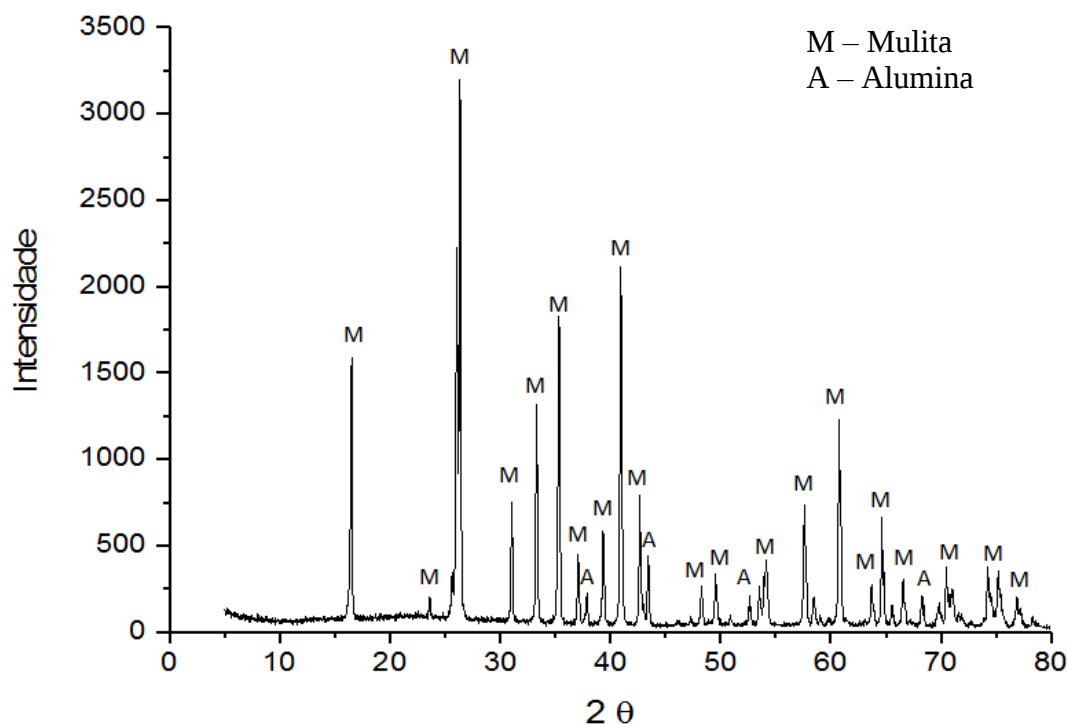


Figura 1. Difratograma típico obtido para os ensaios realizados

Através do software Origin, versão 9.1, foi possível fazer a análise semi-quantitativa a partir das áreas dos picos. Os resultados encontram-se na tabela 1.

Tabela 1. Análise semi-quantitativa das misturas utilizadas.

Amostra	% mulita	% alumina
Amostra I (proporção estequiométrica)	97,2	2,8
Amostra II (excesso de alumina)	95,3	4,7
Amostra III (excesso de sílica)	96,6	3,4
Amostra IV (alumina+caulim)	97,8	2,2

A partir dos valores encontrados percebe-se a elevada porcentagem de mulita e a presença de alumina em todas as amostras. É importante ressaltar que a técnica utilizada pode apresentar erros, principalmente no que se refere à sobreposição e identificação dos picos para análise.

3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

As figuras abaixo (2 a 5) mostram as análises de partículas obtidas via MEV. É possível a identificação de partículas de tamanhos de 1µm até aproximadamente 30µm.

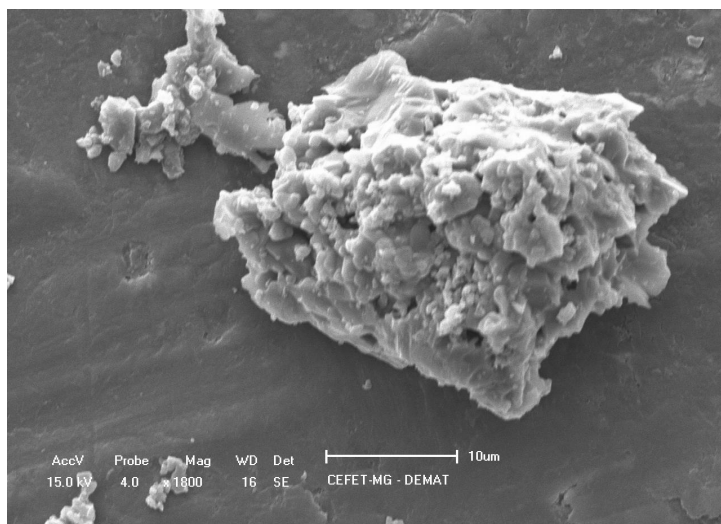


Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura para amostra I

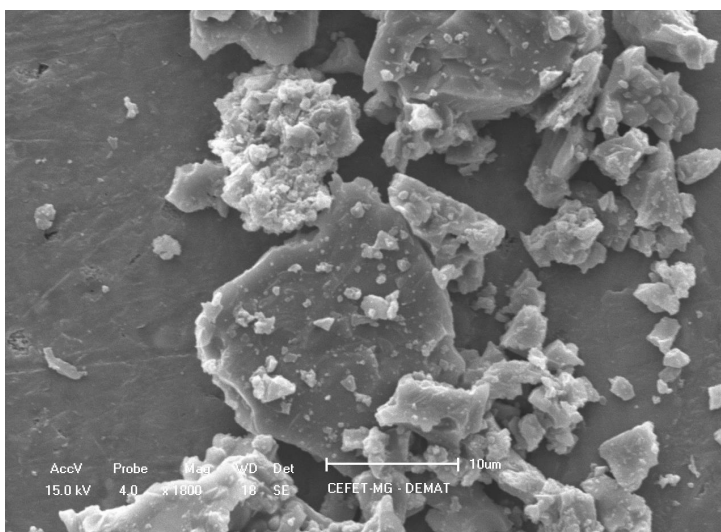


Figura 3. Microscopia eletrônica de varredura para amostra II

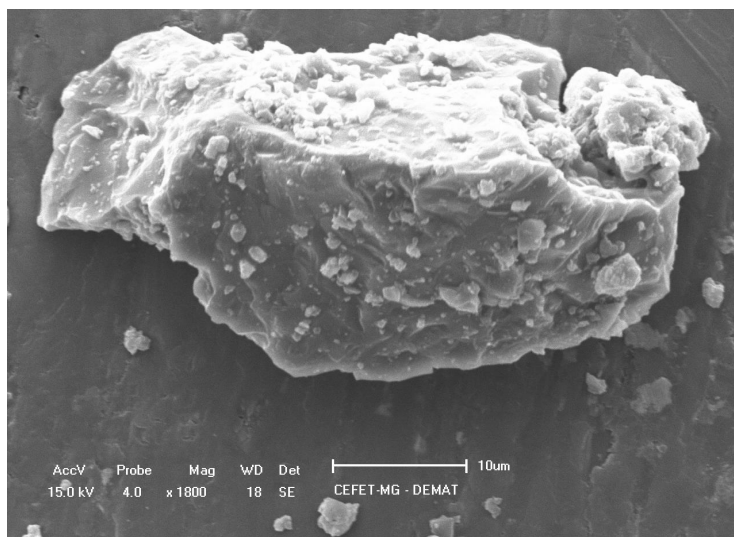


Figura 4. Microscopia eletrônica de varredura para amostra III

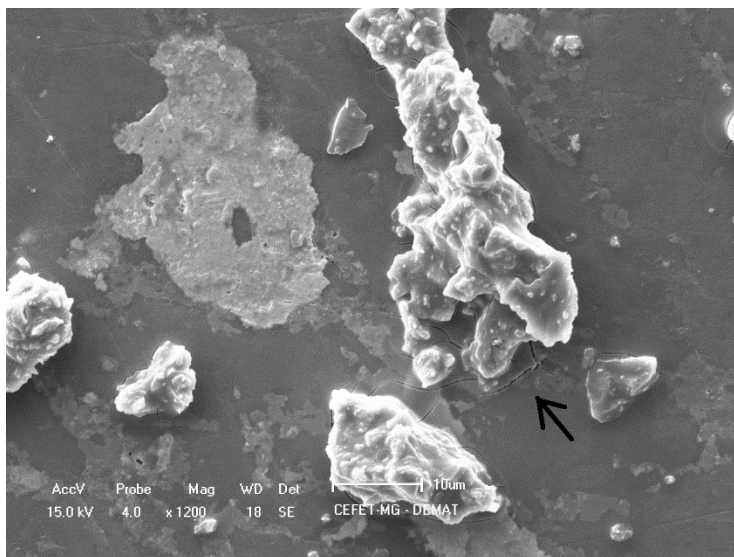


Figura 5. Microscopia eletrônica de varredura para amostra IV

3.3. Análise de área superficial das partículas (BET)

Os valores encontrados para os pós utilizados foram de 66,1m²/g para alumina, 7, 1m²/g para a caulinita e 1,20m²/g para o quartzo.

4. CONCLUSÃO

A mulita foi obtida nas rotas utilizadas no trabalho, a partir da alumina e sílica, e da alumina e caulim. Os resultados obtidos na difração de raios X demonstraram que em todas as amostras foi possível formar mulita, com presença de alumina.

5. REFERÊNCIAS

- Gonçalves, Gislayne Elisana et al. Síntese e caracterização de mulita utilizando sílica obtida da casca de arroz. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 62, n. 3, p.367-372, jul./set. 2009.
- Komarneni, S.; Schneider, H.; Okada, K. **Mullite**. Chapter 4 – mullite synthesis and processing. Copyright © 2005 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.

Okada, Kiyoshi. Activation energy of mullitization from various starting materials. **Journal Of The European Ceramic Society**. Tokyo, p. 377-382. abr. 2007.
Schneider, Hartmut; FISCHER, Reinhard X.; SCHREUER, Jurgen. Mullite: Crystal Structure and Related Properties. **Journal Of The American Ceramic Society**. [s.l.], p. 2948-2967. 20 set. 2015.

PRODUCTION OF MULLITE FROM DIFFERENT RAW MATERIALS

Ana Elisa Antunes dos Santos, ana_elisads@hotmail.com¹
Emily Massahud Carvalho Ribeiro, emilymassahud_cr@yahoo.com.br¹
Heloísa Oliveira Resende Diniz, heloisa27@hotmail.com¹
Luciana Boaventura Palhares, lbpalhares@hotmail.com¹
Paulo Renato Perdigão de Paiva,
Douglas Filipe Galvão,

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Av. Amazonas, 5.253, Nova Suiça, Belo Horizonte, MG, Brasil. CEP: 30.421-169.

Abstract: Mullite is a ceramic structure composed of alumina and silica, and is present in many branches of the ceramic industry due to its excellent physical and mechanical properties at high temperatures, such as high melting point, low thermal expansion, high ultimate tensile stress and thermal cycles, high fluency resistance, thermal stability, low density and low dielectric constant. Although, it is a rare mineral and its production involves chemical reaction in high temperatures. This present work has as objective the production of mullite from different raw materials using two different routes, with chemical reactions occurring at temperatures around 1600oC. The compounds used were a mix of alumina and kaolin, and alumina and silica in different proportions. The characterization was made from X-ray diffraction and Scanning Electronic Microscopy. For all the compounds used, mullite was obtained as a main phase, and alumina as a secondary phase.

Keywords: Ceramics, Mullite, Chemical Reaction, X-ray Diffraction, Electronic Microscopy.