OBTENÇÃO DE MULITA A PARTIR DE DIFERENTES MATÉRIAS-PRIMAS

Charles Hartmann Zelenski (PIBIC/CNPq), Filomena Maria da Costa Nóbrega Nadal (UEPG), Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientadora), e-mail: adriana@uepg.br

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Engenharias, Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não-Metálicos

Palavras-chave: Vidro, hidróxido de alumínio, mulita, síntese.

Resumo

A mulita apresenta boas propriedades, como baixa expansão térmica e condutividade elétrica, alta refratariedade e resistência mecânica, porém, este composto não é encontrado na natureza e é de difícil obtenção. O objetivo deste trabalho é a obtenção de mulita a partir de matérias primas alternativas, como pós de hidróxido de alumínio, vidro e quartzito, além de pós sintéticos de alumina e sílica, por meio da mistura em suspensão e sinterização a altas temperaturas, para ocorrer reação via fase sólida. As amostras obtidas foram caracterizadas por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. As análises dos resultados indicam que a formação de mulita ocorre de forma mais intensa nas amostras produzidas com sílica pura, e as amostras produzidas com hidróxido de alumínio e vidro apresentam maior densidade aparente.

Introdução

O mineral mulita, de composição $3Al_2O_3.2SiO_2$, foi descoberto primeiramente na Ilha de Mull, na costa oeste da Escócia, devido as condições naturais da formação geológica da ilha, que propiciou altas temperaturas e baixa pressão para a sua formação.[1-4]

A importância científica e tecnológica das cerâmicas com mulita teve início com os estudos realizados por Browen e Greig em 1924.[2] Desde então a mulita tornou-se um material muito promissor, e por suas excelentes propriedades, começou a ser utilizado em variadas aplicações.[4] Como consequência de sua raridade mineralógica, e em função de suas excelentes propriedades físicas, o estudo da síntese desse material vem se tornando mais importante nas áreas de cerâmica tradicional e avançada.[1-4]

A mulita convencionalmente é preparada via reação no estado sólido utilizando óxidos como precursores. A cinética e o mecanismo de formação desta depende fortemente dos pós precursores e do grau de mistura entre a alumina e a sílica nos grãos e a nível molecular.[5,6] Assim, a temperatura de formação da fase mulita via reação no estado sólido entre a alumina e a sílica pode atingir até temperaturas de 1600ºC.[7] De forma a baixar a temperatura de síntese da mulita, muitas rotas químicas foram desenvolvidas para preparar pós ultra finos. Por exemplo, a mulita pode ser preparada a 1400-1500°C usando partículas de γ-Al_2O_3 recoberta com sílica amorfa.[8] O processo sol-gel é outra forma de se produzir mulita a baixas temperaturas. Durante esse processo, os precursores são misturados a nível atômico, sendo que temperatura de mulitização geralmente é de 900ºC a 1200ºC.[9]

As desvantagens dos processos sol-gel, bem como dos métodos de recobrimento, são seus procedimentos experimentais complexos, precursores químicos caros e pequena quantidade de produção.[8] Por isso o desenvolvimento de rotas alternativas simples e mais baratas para a produção de mulita é extremamente desejável.

Assim, o objetivo deste trabalho foi a obtenção de mulita a partir de matérias primas alternativas, como pós de hidróxido de alumínio, vidro e quartzito, além de pós sintéticos de alumina e sílica,

Materiais e Métodos

Os pós utilizados foram: alumina A3000, hidróxido de alumínio, sílica pura, quartzito e vidro reciclável moído, os quais foram caracterizados por fluorescência de raios Foram preparadas as seguintes composições: alumina mais sílica pura, alumina mais quartzito, alumina mais vidro, hidróxido de alumínio mais sílica pura, hidróxido de alumínio mais quartzito e hidróxido de alumínio mais vidro. Devido ao hidróxido de alumínio perder massa durante a sinterização e no quartzito e no vidro haver impurezas, necessitou-se correções na adição dos pós para atingir a composição estequiométrica da mulita. Os pós foram misturados em suspensão em água no moinho de bolas. A suspensão foi secada em estufa, o pó foi desaglomerado e peneirado. As amostras foram conformadas em pastilhas cilíndricas com pressão de 15 MPa.

As amostras que apresentam vidro em sua composição foram sinterizadas à 1200°C por 2 horas, com taxa de aquecimento de 10°C/min e as amostras que não tinham vidro na sua composição foram sinterizadas à 1500°C por 2 horas com taxa de aquecimento de 10°C/min.

Realizou-se a medida de densidade aparente através do princípio de Arquimedes.

As amostras foram preparadas para realização da análise micrográfica por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV). Para isso, elas amostras foram lixadas, polidas, e atacadas termicamente a uma temperatura 50°C abaixo da temperatura de sinterização.

Para a realizaçãoda análise de difração de raios X (DRX), as amostras sinterizadas foram trituradas até atingir uma granulometria fina. A difração de raios X foi feita com velocidade de varredura de 2º/mim, com 2θ variando de 5 a 90º, num equipamento Rigaku, modelo Ultima IV.

Resultados e Discussão

Na análise de fluorescência de raios X dos pós detectaram-se traços significativos de óxido de sódio e óxido de cálcio na composição do vidro, e detectou-se também óxido de ferro em porcentagens perto de 1%.

A análise DRX realizadas nas amostras de hidróxido de alumínio com sílica pura, hidróxido de alumínio com quartzito e hidróxido de alumínio com vidro, estão apresentadas na Figura 1. Observa-se nas figuras 1(a) e 1(b), a presença de picos de difração relativos à fase alumina, indicando que houve a transformação do hidróxido de alumínio para alumina. Observam-se também picos bem definidos da fase mulita, indicando a reação entre alumina e sílica. Na figura 1(b), há também picos de difração relativos à fase cristobalita, indicando que o precursor, quartzito,

não apresentou o mesmo desempenho que a sílica pura para a reação de formação de mulita.

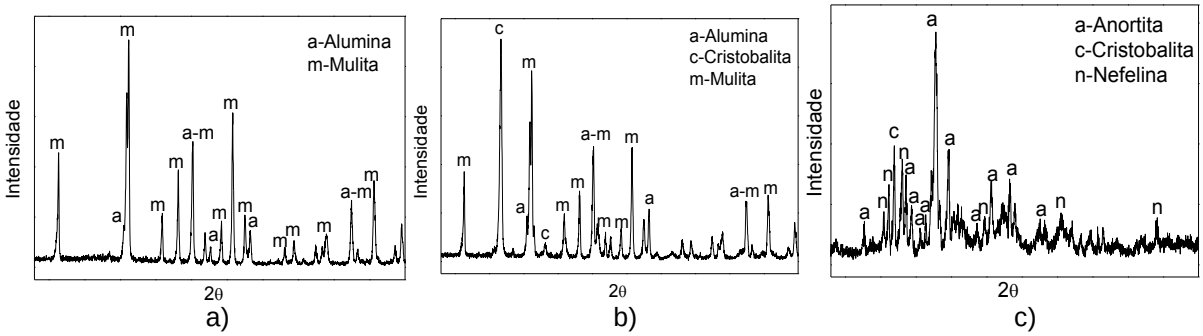


Figura 1 - Análise DRX: a) hidróxido de alumínio com sílica pura, b) hidróxido de aluminio com quartzito e c) hidróxido de alumínio com vidro.

Observando-se a figura 1(c), nota-se a presença de picos de difração relativos as fases anortita, nefelina e cristobalita e regiões onde há formação de uma banda larga, que caracterizam fase amorfa, proveniente do vidro. O que causou o aparecimento de outras fases foram as impurezas contidas no vidro.

A densidade aparente das amostras, obtidas pelo Princípio de Arquimedes, foram: 2,42g/cm³ para alumina como quartzito; 2,38g/cm³ para alumina com vidro; 2,55g/cm³ para alumina com sílica pura; 1,83g/cm³ para hidróxido de alumínio com quartzito; 2,41g/cm³ para hidróxido de alumínio com vidro e 2,14g/cm³ para hidróxido de alumínio com sílica pura. As amostras com alumina apresentaram maiores densidades comparando com as amostra de hidróxido de alumínio , provavelmente devido a porosidade deixada pelo desprendimento de grupos hidroxilas.. A amostra de hidróxido de alumínio com vidro apresentou boa densidade, sendo a formação da fase líquida formada pelo vidro que garantiu a densificação da amostra.

As Figuras 2 e 3 apresentam as análises do MEV das composições estudadas. Observa-se uma menor porosidade nas amostras com alumina (figura 2(a), 2(b) e 2(c)),. As amostras provenientes de hidróxido de alumínio (Figura 3(a), 3(b) e 3(c)), apresentam poros formados pelo desprendimento dos grupos hidroxila, e as amostras com vidro (figuras 2(c) e 3(c)), apresentam a formação de uma matriz contínua, caracterizando a formação da fase líquida.

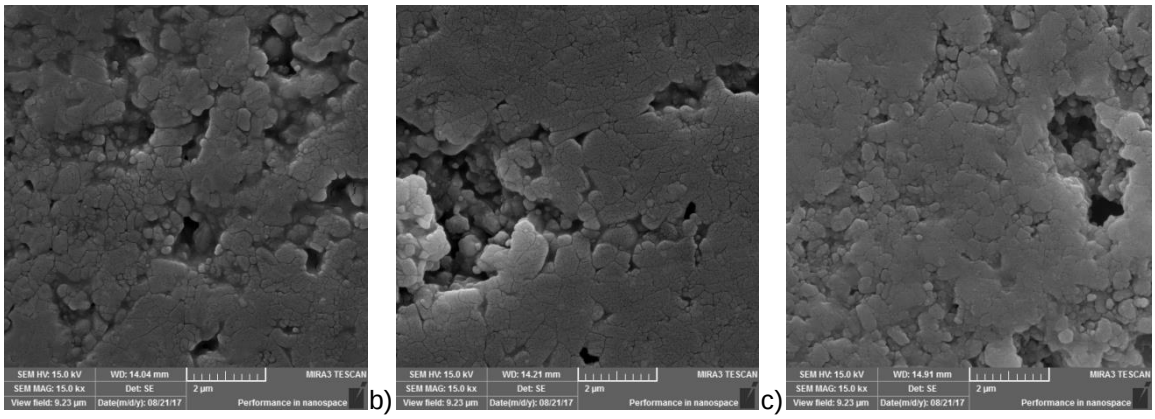


Figura 2 – Análise MEV: a) alumina com quartzito, b) alumina com sílica pura, c) alumina com vidro.

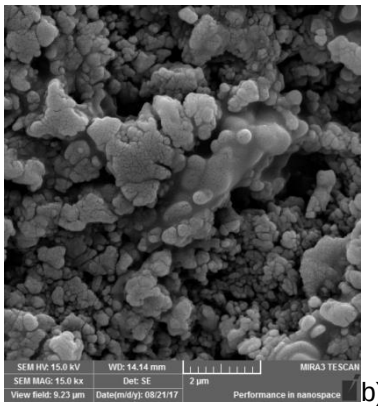
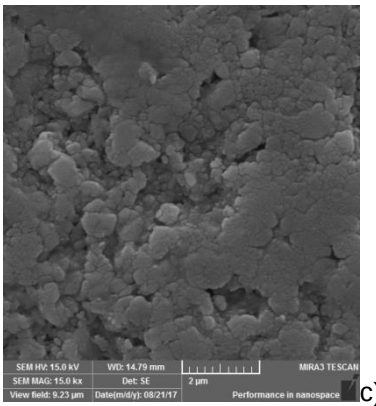
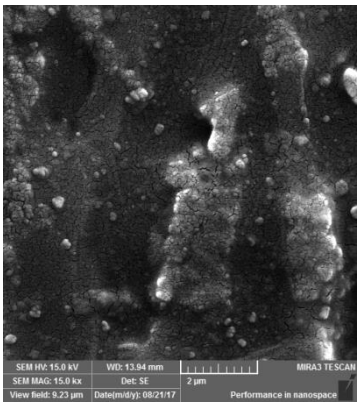
a)  b)  c) 

Figura 3 – Análise MEV: a) hidróxido de alumínio com quartzito, b) hidróxido de alumínio com sílica pura e c) hidróxido de alumínio com vidro.

Conclusões

Pelas análises de difração de raios X, a composição que garantiu melhor reação para obtenção de mulita foi a de hidróxido de alumínio com sílica pura. A composição que continha vidro não possibilitou a formação da fase mulita.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro e ao CLABMU pelo suporte técnico.

Referências

1-AKSAY, L. A.; DABBS, D. M.; SARIKAYA, M. Mullite for Structural, Eletronic, and Optical Applications. **Journal of the American Ceramic Society**, v.74, n°10, p.2343-2358, 1991.

2-BOWEN, N. L.; GREIG, J. W. The System Al_2O_3-SiO_2. **Journal of the American Ceramic Society**, v.7, p.238-249, 1924.

3-BOWEN, N. L.; GREIG, J. W.; ZIES, E. G. J. **Wash. Acad. Sci.**, 14, (9),p.183-91, 1924.

4-SCHNEIDER, H.; SCHREUER, J.; HILDMANN, B. Structure and properties of mullite – A review. **Journal of the European Ceramic Society**, v.28, p.329-344, 2008.

5-OKADA, K. Activation energy of mullitization from various starting materials **Journal of the European Ceramic Society,** v. 28, p. 377-382, 2008.

6-KLEEBE, H, -J.; SIEGELIN, F.; STRAUBINGER, T.; ZIEGHER, G. Conversion of Al_2O_3-SiO_2 powder mixtures to 3:2 mullite following the stable or metastable phase diagram **Journal of the European Ceramic Society**, v. 21, p. 2521-2433, 2001.

7-KONG, L. B.; ZHANG, T. S.; CHEN, Y. Z. MA, J.; BOEY, F; HUANG, H. Effect of alkaline-earth oxides on phase formations and morphology development of mullite ceramics **Ceramic International**, v. 30, p. 1319-1323, 2004.

8-SACKS, M.D.; BOZKURT, G. W.; SCHEIFFELE, G. W. Fabrication of mullite and mullite-matrix composites by transient viscous sintering of composite powders **Journal of the American Ceramic Society**, v. 74, p. 2428-2437, 1991.

9-HONG, S.H.; MESSING, G.L.; Development of texture mullite by template grain growth **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, p. 867-872, 1999.