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
UNIFESSPA | PROPIT

ESTUDO DO COMPORTAMENTO TÉRMICO DO CAULIM PARAENSE E AVALIAÇÃO DO SEU POTENCIAL NA PREPARAÇÃO DE CERÂMICAS POROSAS RESISTENTES À DENSIFICAÇÃO

Danieli Nazar de Oliveira – Unifesspa
danieli.nazar@unifesspa.edu.br
Ester Gusmão - Unifesspa
estergu@unifesspa.edu.br
Maria Eduarda Ferreira Cabral
maria.eduarda@unifesspa.edu.br
Adriane Damasceno Vieira de Souza – Unifesspa
adrianedamasceno@unifesspa.edu.br

Agência Financiadora: UNIFESSPA/PNAES

Eixo Temático/Área de Conhecimento: Engenharia

1. INTRODUÇÃO

Cerâmicas porosas são comumente utilizadas como isolantes térmicos graças a vantajosa combinação da elevada refratariedade e inércia química das cerâmicas com a baixa condutividade térmica da fase porosa [1-4]. No entanto, a ampliação de seu uso em ambientes que envolvam a exposição prolongada a altas temperaturas (acima de 1200ºC, como no caso de aplicações nas indústrias siderúrgicas e de cimento, durante vários meses) ainda esbarra em duas principais limitações: 1) a baixa resistência termomecânica devido à elevada porosidade (em especial, naqueles materiais com fração volumétrica de poros acima de 50 %) e 2) a redução de porosidade e consequentemente à perda da capacidade de isolamento térmico causadas pelos fenômenos de sinterização que se aceleram e se intensificam fortemente acima de 1100ºC. Neste trabalho, amostras de caulim paraense foram tratadas termicamente em diferentes temperaturas (300, 500, 700, 900, 1100°C) e posteriormente caracterizadas a fim de determinar as variações ocorridas na fase cristalina.

2. MATERIAS E MÉTODOS

Caracterização do caulim como recebida

Inicialmente, amostras do caulim *in natura* foram caracterizadas pela técnica de espectroscopia de fluorescência de raios X, no espectrofotômetro WDS sequencial, modelo axiosminerals da maraca PANalytical para determinação da composição química. A densidade real (ρSólido) foi determinada em amostras por meio de picnometria de hélio (Ultrapyc 1200e, Quantachrome Instruments, EUA) e as fases cristalinas e microestrutura foram avaliadas por meio de DRX e MEV respectivamente

Tratamentos térmicos e análise do Caulim

As amostras de caulim foram tratadas termicamente em diferentes temperaturas (300, 500, 7000, 900 e 1100ºC) com a taxa de aquecimento a 0,5 °C/min. (tempo de permanência 2h) e taxa de resfriamento 10 ºC/min. Em seguida, realizou-se um estudo sobre a decomposição térmica do material a fim de avaliar seu potencial na preparação de estruturas resistentes à densificação. As modificações produzidas nas partículas de caulim durante aquecimento e sinterização foram avaliadas por meio de difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização do caulim como recebido.

O caulim estudado trata de um material cristalino, caracterizado por picos de difração bem definidos e intensos, onde a fase majoritária presente é a caulinita, representada pela fórmula química $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ segundo a ficha (00-012-0447) (Fig. 2). As partículas apresentam diâmetro médio de 3,25 μm e área superficial específica (ASE) de 8,80 ± 1,0 (Tabela 1), isso permite que a sinterização ocorra mais facilmente e em temperaturas menores quando forem usadas na preparação de peças cerâmicas. Em relação à composição, observa-se que o caulim é constituído majoritariamente por Al_2O_3 (37,32%) e SiO2 (47,08%) apresentados na forma do mineral caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) e apresenta como impurezas os seguintes constituintes: Fe_2O_3 (0,53%), Na_2O (0,19%), TiO2 (0,42), P_2O_5 (0,10). Isso significa que quando submetido a tratamentos térmicos em altas temperaturas (~900) pode ocorrer a formação da fase mulita (3Al2O3.2SiO2).

Através das análises de microscopia eletrônica de varredura foi possível observar que o caulim é constituído de partículas com formato irregulares e ampla distribuição no tamanho médio, com presença de agregados característicos do mineral caulinita (Figura 1).

Tabela 1 – Caracterização do caulim *in natura.*

	Caulim
Composição Química (%massa)	Al2O3: 37,32; SiO2: 47,08; Fe2O3: 0,53, Na_2O: 0,19; TiO2: 0,42; P2O5: 0,10
ASE ($m^2.g^{-1}$)	8,80 ± 1,0
TMP(D50/D90 μm)	3,25 / 14,05
Perda ao fogo (%massa, 1000°C,5 h)	13,95

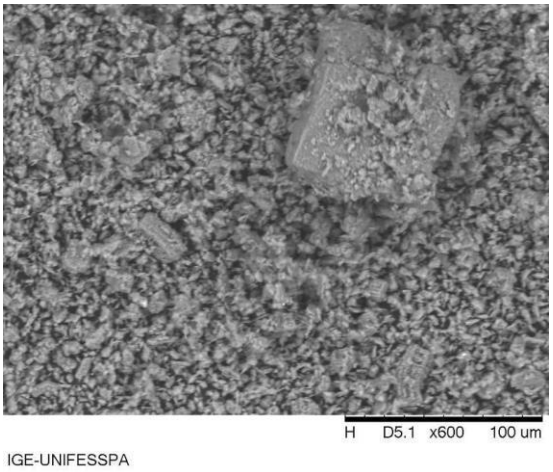

Figura 1: Micrografia do caulim in natura

Caracterização do caulim após diferentes tratamentos térmicos.

As análises feitas por meio de difração de raio X demonstram que o *caulim in natura* é bastante cristalino, representado por picos de difração bem definidos e intensos. Com o aquecimento até 300°C, não foi observado nenhuma variação significativa da fase caulinita, entretanto a partir de 500°C começa a ocorrer a desestruturação desses cristais, evidenciada por picos de difração mais alargados, que indicam diminuição da cristalinidade. Em 700 e 900 °C, um dos picos característicos da fase caulinita (2 theta = 12) desaparece ao mesmo tempo que começam a aparecer os primeiros sinais da formação da fase mulita (3Al2O3.2SiO2), com

o aparecimento de uma banda amorfa na região de 2 theta igual a 20. Simultaneamente, o pico referente ao quartzo (2 theta = 27).

Resultados recentes [6] mostram que a combinação de caulinita com geradores de poros à base hidróxido de alumínio pode resultar em estruturas de elevada porosidade (acima de 50%) e com baixa tendência a sinterizar mesmo em temperaturas elevadas (1500-1650ºC). Esse efeito está associado a dois fatos. 1) A decomposição térmica do hidróxido de alumínio dá origem a uma série de fases de transição da alumina, fazendo com que haja uma grande contração volumétrica nessas partículas, gerando poros quando incorporadas em uma matriz densa. 2) A reação de formação da mulita ($3Al_2O_3.2SiO_2$) é acompanhada de uma considerável expansão volumétrica devido à sua menor densidade, que dificulta a densificação das partículas. Além disso, por ser uma solução sólida extensa (em composição e temperatura), possui dificuldades intrínsecas em se densificar. Assim, esse composto possui simultaneamente os elementos necessários para a formação de poros e para sua preservação em altas temperaturas [2-5].

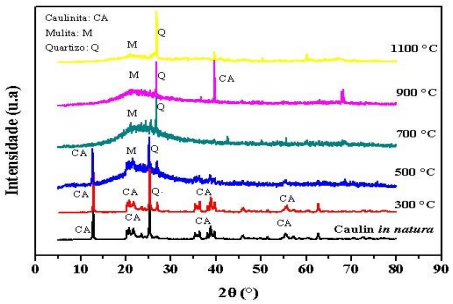

Figura 2: Difração de raios X do caulim *in natura* e tratado termicamente em diferentes temperaturas.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados demonstram que o caulim testado apresenta grande potencial na preparação de estruturas cerâmicas resistentes à densificação. Essa capacidade está relacionada a dois principais aspectos: 1) Compatibilidade reológica com agentes porogênicos hidroxilados, por exemplo o hidróxido de alumínio e 2) Se essas partículas de caulim estiverem inseridas em uma matriz de alumina calcinada, a reação de formação da mulita que é acompanhada de uma considerável expansão volumétrica pode dificultar a densificação das cerâmicas.

REFERÊNCIAS (Conforme ABNT)

1 A.D.V. Souza, L.L. Sousa, L. Fernandes, P.H.L. Cardoso, R. Salomão, Al2O3-Al(OH)3- Based castable porous structures, J. Eur. Cer. Soc. 35 (6) (2015) 1943-1954.

2 A.D.V. Souza, C.C. Arruda, L. Fernandez, M.L.P. Antunes, P.K. Kiyohara, R. Salomão, Characterization of aluminum hydroxide (Al(OH)3) for its use as a porogenic agent in castable ceramics, J. Eur. Cer. Soc. 35 (2) (2015) 803-812.

3 Y. Deng, T. Fukasawa, M. Ando, Microstructure and mechanical properties of porous alumina ceramics fabricated by the decomposition of aluminum hydroxide, J. Am. Cer. Soc. 84 (11) (2001) 2638-2644.

4 T.L. Mah, K.S. Mazdiyasni, Mechanical properties of mullite, J. Am. Cer. Soc. 66 (10) (1983) 699-703.

5 Z.Y. Deng, T. Fukasawa, M. Ando, High-surface-area alumina ceramics fabricated by the decomposition of Al(OH)3, J. Am. Cer. Soc. 84 (3) (2001) 485-49

6 Lucíola L. Sousa, Adriane D.V. Souza, Leandro Fernandes, Vera L. Arantes, Rafael Salomão, Development of densification-resistant castable porous structures from in situ mullite, Ceramics International, 41 (2015) 9443-9454.