

## PREPARAÇÃO DE MULITA A PARTIR DE MATÉRIAS-PRIMAS NATURAIS

Lindemberg Felismino Sales <sup>a</sup>, Humberto Dias de Almeida Filho <sup>a</sup>, João de Freitas <sup>a</sup>  
Gonçalves e Daniel Araújo de Macedo <sup>a</sup>

<sup>a</sup>*Departamento de Engenharia de Materiais, UFPB, 58051-900, João Pessoa, Brasil*

### Resumo:

*A mulita ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) tem se destacado como uma das mais importantes cerâmicas refratárias da atualidade. Neste trabalho, misturas de caulim e cinza de casca de café, um resíduo oriundo da queima de cascas de café, foram estudadas com o intuito de obter cerâmicas à base de mulita. Formulações cerâmicas com diferentes percentuais mássicos (1%, 5% e 10%) do resíduo foram conformadas por prensagem uniaxial a 250 MPa e sinterizadas entre 1100 e 1400°C por 1 h. As propriedades tecnológicas foram determinadas em função do teor de resíduo e da temperatura de sinterização. As transformações de fase e microestrutura foram avaliadas por DRX e MEV. A Massa Específica Aparente (MEA) de amostras contendo 1% em massa de resíduo de café e sinterizadas a 1350 °C foi de 2,7 g/cm<sup>3</sup>.*

**Palavras-chave:** Mulita, sinterização, resíduo, caracterização

## INTRODUÇÃO

Mulita é uma das principais matérias primas da indústria cerâmica, com excelentes propriedades térmicas e mecânicas. Ela é formada quando sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) se combinam em temperaturas acima de  $1400^\circ\text{C}$  para formar uma fase cristalina cuja composição estequiométrica apresenta fórmula  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ , sendo portanto, um silicato-aluminoso, com 71,8% em massa de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 28,2% em massa de  $\text{SiO}_2$  (1-2).

Devido as suas condições típicas de formação as quais dependem de altas temperaturas e baixas pressões, a mulita raramente é encontrada na natureza. O nome mulita vem da ilha de Mull (Escócia) onde a partir da mistura de magma com sedimentos ricos em alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) foi possível a formação desta fase cerâmica (3). Deste então este material tem encontrado aplicações em refratários, catalisadores, filtros e etc. (3,4,5) e mais recentemente como biomaterial para implantes e próteses internas. Algumas de suas propriedades são elevada resistência ao choque térmico, baixo coeficiente de expansão térmica, baixa condutividade térmica, alta resistência à fluência, estabilidade à corrosão, elevada resistência à flexão, compressão e dureza (6).

No Brasil ainda predomina o preparo do café por via seca, no qual não há separação da polpa, mucilagem e casca. Assim, a industrialização deste produto resulta em proporções semelhantes de café beneficiado e casca (Vegro & Carvalho, 1994). O País, maior produtor mundial de café, com 2,144 milhões de toneladas de café beneficiados em 2005 (MAPA, 2006), gerou 2,144 milhões de toneladas de casca de café, que representa, aproximadamente, 70% da demanda anual de milho para bovinocultura (Agriannual, 2004). As principais formas de utilização da casca de café são como combustível, carvão ou adubo orgânico (Vegro & Carvalho, 1994). Neste contexto, este trabalho é o primeiro relato da obtenção de cerâmicas a base de mulita via incorporação de cinza de casca de café ao caulim. Os efeitos da adição do resíduo na reação de mulitização, microestrutura e propriedades tecnológicas foram avaliados em função da temperatura de sinterização.

## MATERIAIS E METÓDOS

Para este experimento foram utilizados Caulim e Resíduo da Casca do Café, a serem misturadas e sinterizadas em composições diferentes como pode ser observadas na tabela 1. No total foram preparadas 63 amostras, onde inicialmente foram preparadas 9 amostras, sendo 3 para cada teor de resíduo (1, 5 e 10% em massa).

<b>Composição/Temperatura de queima</b>	<b>1100 °C</b>	<b>1150 °C</b>	<b>1200 °C</b>	<b>1250 °C</b>	<b>1300 °C</b>	<b>1350 °C</b>	<b>1400 °C</b>
99% caulim + 1% resíduo	3 amostras						
95% caulim + 5% resíduo	3 amostras						
90% caulim + 10% resíduo	3 amostras						
Total de amostras	9	9	9	9	9	9	9

**Tabela 1. Amostras de Caulim + resíduo (cinza de casca de café)**

As matérias-primas foram peneiradas em peneira de 100 mesh, e em seguida secas em estufa a 60 °C por 24 h. As misturas das matérias-primas foram preparadas em almofariz de ágata, com a adição de 6,5% em massa de água.

Amostras cilíndricas foram preparadas por prensagem uniaxial a 250 MPa. As amostras prensadas foram secas em estufa a 110 °C por 24 h e em seguida sinterizadas entre 1100 e 1400 °C por 1 h usando taxa de aquecimento de 3 °C/min.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

As Figuras 1 a 4 apresentam os resultados de retração linear de queima, massa específica aparente, absorção de água e porosidade aparente em função da temperatura de sinterização e do teor de resíduo (cinza de casca de café) usado. Observa-se que nas amostras de caulim (livres de resíduo) a retração linear aumenta progressivamente com o aumento da temperatura de sinterização. As amostras com o resíduo, entretanto, apresentam um pico de retração em 1200 °C. Isto provavelmente está associado à formação de fase líquida proveniente da fusão do resíduo rico em carbonato de potássio.

Considerando que a mulita secundária, obtidas a partir de 1300 °C, tem densidade de 3,17 g/cm<sup>3</sup>, observa-se que as amostras com o resíduo atingem uma densificação máxima de 79% a 1200 °C quando contém 10% do resíduo. Embora haja formação de fase líquida, uma provável expansão de ar nos poros fechados (será confirmado por microscopia) contribui para diminuir a densidade das amostras contendo o resíduo. Como pode ser observado da Figura 2, as formulações contendo o resíduo de casca de café apresentam uma maior densificação nas menores temperaturas de sinterização (até 1250 °C para 1 e 5% de resíduo), este fato pode ser explicado pela maior formação de fase vítrea e consequente preenchimento da porosidade aberta. Em geral, a partir de 1250 °C há um decréscimo da densificação em virtude do efeito de “inchamento” após queima. Entretanto, as amostras livres de resíduo (caulim puro) densificam melhor acima de 1250 °C porque têm menos o efeito do inchamento.

Absorção de água (AA) e porosidade aparente (PA) diminuem consideravelmente quando os corpos de prova foram sinterizados entre 1100 e 1400 °C, como visto nas Figuras 3 e 4. Com a adição de 10% do resíduo os valores de AA e PA atingem 2 e 5 %, respectivamente, após sinterização a 1200 °C. Isto significa uma diminuição da temperatura de processamento em pelo 100 °C em comparação com as amostras livres de resíduo, que apresentam tais valores de AA e PA a 1300 °C.

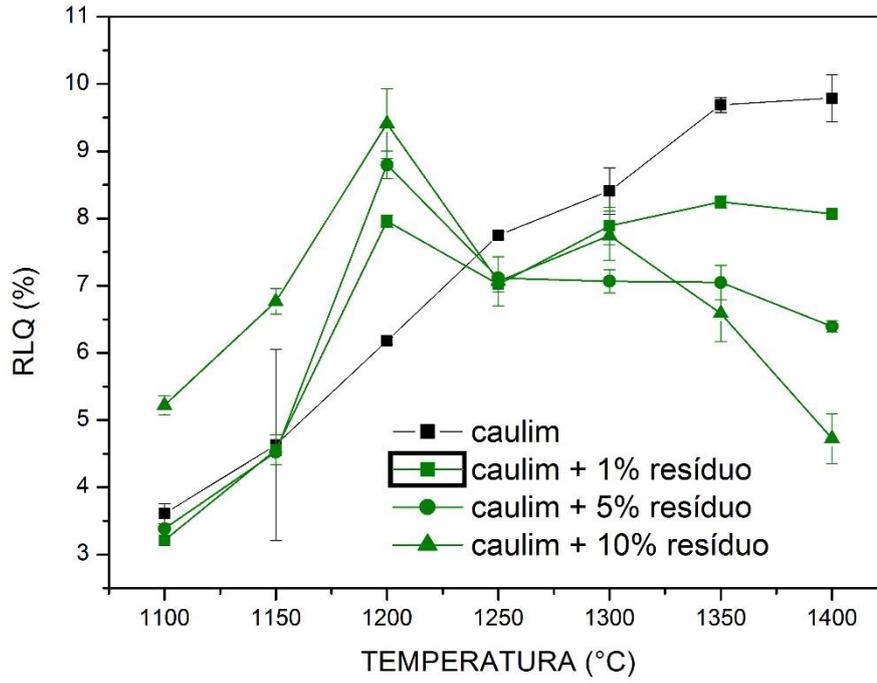


Figura 1: Retração linear de queima em função da temperatura de sinterização e do teor de resíduo.

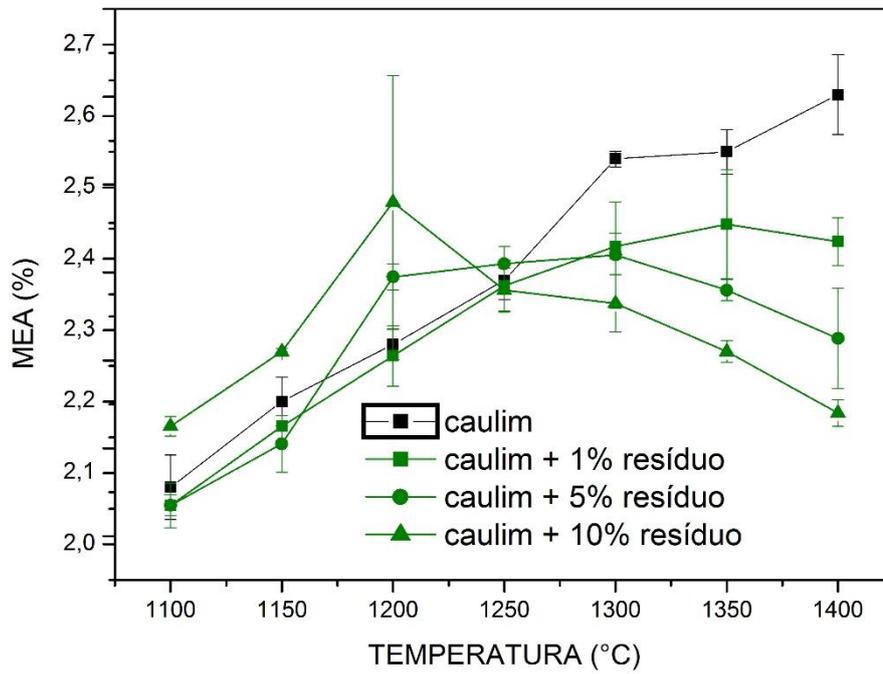


Figura 2: Massa específica aparente em função da temperatura de sinterização e do teor de resíduo.

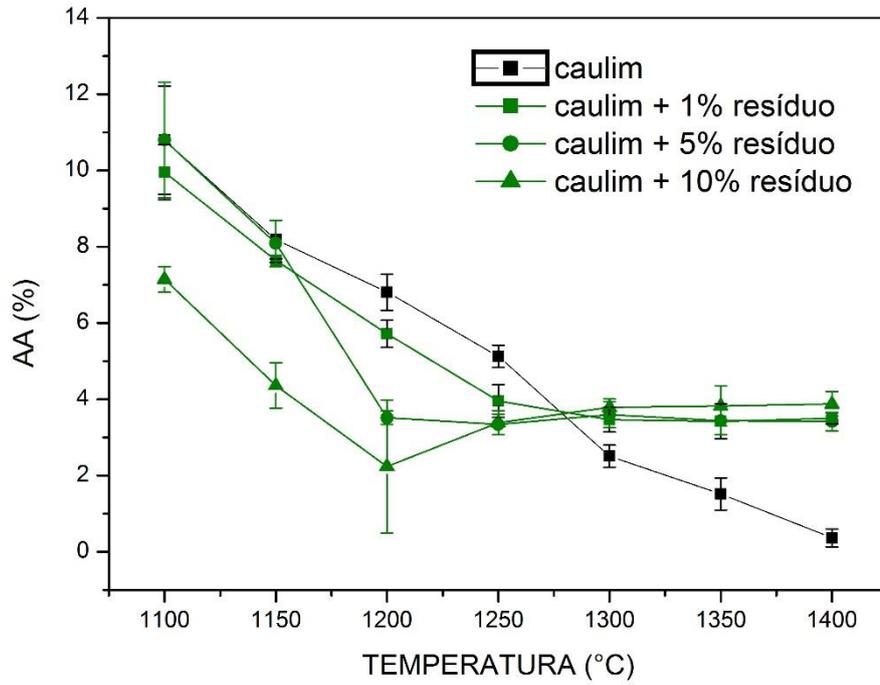


Figura 3: Absorção de água em função da temperatura de sinterização e do teor de resíduo.

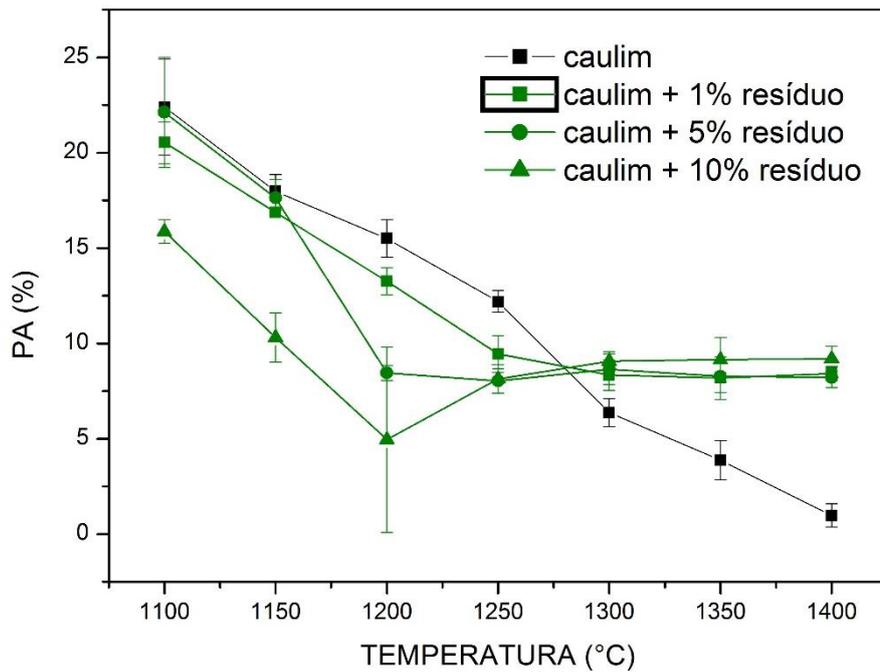


Figura 4: Porosidade aparente em função da temperatura de sinterização e do teor de resíduo.

## CONCLUSÕES

Nas formulações com resíduo de casca de café o mecanismo de sinterização por fase líquida favorece o processo de densificação até 1200 °C. O teor de resíduo, diretamente associado com a formação de fase líquida, afeta negativamente as propriedades tecnológicas de cerâmicas sinterizadas acima de 1200 °C.

## REFERÊNCIAS:

- (1) DENG, Z. Y.; FUKASAWA, T.; ANDO, M.; ZHANG, G.J.; OHJI, T. (2001). *Microstructure and mechanical properties of porous Alumina Ceramics Fabricated by the Decomposition of Aluminum Hydroxide*. *J. Am. Ceram. Soc.*, v.84, n.11, p.2638-2644.
- (2) YANG, F.; LIN, C. LI, Y.; WANG, C.A. (2012). *Effects of sintering temperature on properties of porous mullite/corundum ceramics*. *Mater. Lett.*, v.73, p.36-39.
- (3) SCHNEIDER, H.; SCHREUER, J; HILDMANN, B. (2008). *Structure and properties of mullite-A review*. *Journal of the European Ceramic Society*, v.28, p.329-344.
- [4] DENG, Z. Y.; FUKASAWA, T.; ANDO, M. (2001). *High-surface-area alumina ceramics fabricated by the decomposition of Al(OH)3*. *J. am. Cera. Soc.*, v.84, n.3, p.485-491.
- (5) ANGGONO, J. *Mullite Ceramics: Its Properties, Structure, and Synthesis*. (2005). *J. Teknik Mesin.*, v.7, n.1, p1-10.
- (6) <http://www.cafepoint.com.br/radares-tecnicos/poscolheita/casca-de-cafe-na-alimentacao-de-bovinos-32509n.aspx>, Acessado no dia 16/07/16.

## MULLITE PREPARATION FROM NATURAL RAW MATERIALS

### ABSTRACT

*The mullite (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>) has emerged as one of the most important refractory ceramics today. In this work, kaolin, and mixtures of coffee husk ash, a residue arising from the burning of coffee husks were studied in order to obtain the mullite ceramic base. Ceramic formulations with different maximum percentage (1%, 5% and 10%) of the residue were shaped by uniaxial pressing at 250 MPa and sintered between 1100 and 1400 ° C for 1 h. The technological properties were determined on the basis of residue content and sintering temperature. The phase transformations and microstructure were examined by XRD and SEM. The bulk density (MEA) samples containing 1% by mass of coffee residue, and sintered at 1350 ° C was 2.7 g / cm<sup>3</sup>.*

**Keywords:** Mullite, sintering residue, characterization