

# Propriedades Físicas de Cerâmicas de Alumina Moldada com Alumina Hidratável: Efeito do Tamanho de Partícula da Matriz.

Ediane P. P. Braga, Ester Gusmão & Adriane D. V. de Sousa

Ligantes hidráulicos são amplamente utilizados na indústria de materiais refratários. Dentre os diversos tipos, a alumina hidratável destaca-se como importante alternativa à substituição do cimento de aluminato de cálcio para concretos refratários aluminosos. Entretanto, necessita-se estudar de forma sistêmica aspectos como sua concentração no sistema, a perda de resistência mecânica durante o aquecimento, bem como sua interação com a alumina calcinada de diferentes tamanhos médios de partículas. Neste estudo foi avaliado o comportamento do ligante hidráulico mediante a matriz de alumina calcinada com diferentes tamanhos médio de partículas (1 mm e 2,4 mm). As amostras verdes/secas (120 °C) e após tratamento térmico (300-1500 °C) foram avaliadas por meio de pycnometria de hélio, método geométrico para a determinação da porosidade total geométrica, módulo elástico para avaliar as propriedades mecânicas e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados indicam que o tamanho médio das partículas da matriz de alumina calcinada apresentam forte influência na porosidade total e propriedades mecânicas das cerâmicas, especialmente em temperaturas próximas a 900 °C.

**Palavras Chave:** *Alumina calcinada; Alumina hidratável; Propriedades físicas.*

Hydraulic binders are widely used in the refractory materials industry. Among the various types, the hydratable alumina stands out as an important alternative to the substitution of calcium aluminate cement for aluminous refractory concretes. However, a systematic study in relation to its concentration in the system, the loss of mechanical resistance during the heating, as well as its interaction with the calcined alumina of different granulometries is required. This study evaluated the behavior of the hydraulic binder by the calcined alumina matrix with different average particle sizes (1.0 mm and 2.4 mm). The green /dry samples (120 °C) and after heat treatment (300-1500 °C) were evaluated by means of Helium pycnometry, geometric method for the determination of total porosity, elastic modulus to evaluate the mechanical properties and electron microscopy of scanning. The results show that the average particle size of the calcined alumina matrix has strong influence on the total porosity and mechanical properties of the ceramics, especially at temperatures around 900 °C.

**Keywords:** *Refractory ceramics; Hydratable alumina; Calcined alumina; Physical properties.*

## Introdução

Ligantes hidráulicos são amplamente utilizados na indústria de materiais refratários, sua função principal é garantir a resistência mecânica do material após a desmoldagem e durante o aquecimento inicial (até o início da sinterização) (1,2). De forma geral, o cimento de aluminato de cálcio (CAC) é o ligante hidráulico mais utilizado nas formulações desses materiais devido à facilidade de processamento, menor sensibilidade a condições especiais de secagem e cura e às boas propriedades em altas temperaturas, além do seu baixo custo. Entretanto, devido à presença de cálcio em sua composição, o uso de CAC em alguns sistemas é limitado devido à formação de fases de baixo ponto de fusão (1-3). Assim, faz-se necessário o desenvolvimento de sistemas com composições livres de cimento, como por exemplo, sílica coloidal, silicato de sódio, resinas e aluminas hidratáveis (4-7). Embora exista uma variedade de trabalhos que utilizem aluminas hidratáveis como ligante hidráulico em cerâmicas de alumina, nenhum deles focou em estudar de forma sistêmica aspectos como a interação da alumina hidratável com a alumina calcinada de diferentes granulometrias. Desta forma, neste estudo foi avaliado a influência do tamanho médio das partículas de alumina calcinada, consolidada por meio da alumina hidratável, no desenvolvimento das propriedades físicas (porosidade total geométrica e módulo elástico) das estruturas cerâmicas.

## Metodologia

### MATERIAIS UTILIZADOS

Alumina Hidratável (Alphabond 300, Almatís, Estados Unidos); alumina calcinada A1000 SG (Almatís, Estados Unidos), alumina calcinada Ezy1000 SG (Alcoa, Brasil); dispersante (FS20 Castment, BASF, Alemanha); antiespumante (tensiol Lamberti, Itália) e água destilada.

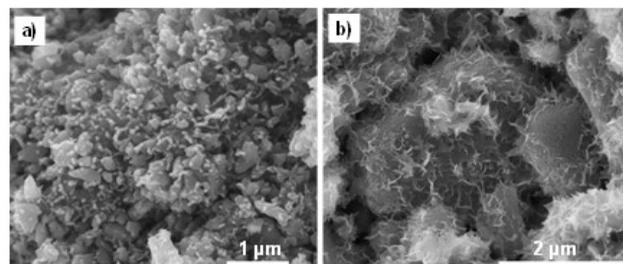
### PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Suspensões aquosas contendo 60% de alumina calcinada, antiespumante e dispersante foram homogeneizadas em

um moinho de esferas por 30 min. Em seguida, 40% (vol.) de alumina hidratável, foi adicionado e as suspensões homogeneizadas em misturador mecânico por 3 minutos a 500 rpm. As suspensões foram moldadas sob vibração na forma de cilindros (16 x 60 mm) e colocadas em estufa a  $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 24 horas em ambiente fechado e, em seguida permaneceram a  $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  em ambiente aberto por mais 24 horas. As amostras foram desmoldadas e secas a  $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  por um período de 24 horas. As amostras foram então submetidas a tratamentos térmicos de  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 3h com taxa de aquecimento de  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . até  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . para temperaturas maiores; taxa de resfriamento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

## Resultados e Discussão

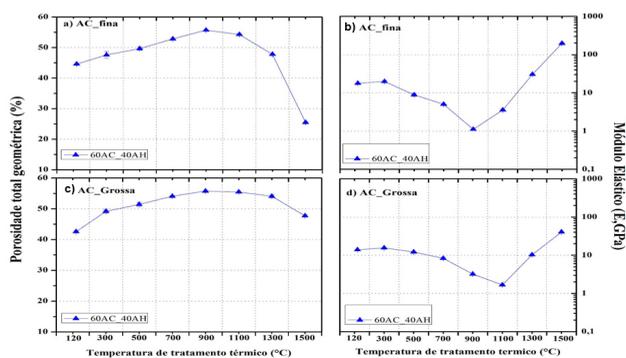
Como todas as composições foram preparadas a partir de suspensões com o mesmo teor volumétrico de sólidos de 50 %, é razoável esperar níveis de porosidade total dessa ordem para todas as composições, entretanto, as amostras apresentaram porosidade um pouco abaixo (Figura 2a e c). Isso pode ser explicado porque durante as reações de hidroxilação do ligante hidráulico, foram formadas partículas de hidratos menores em relação à matriz de AC, o que possibilitou melhor empacotamento. Além disso, esses hidratos preencheram os poros e canais permeáveis da estrutura e reduziram os defeitos superficiais, o que levou a uma diminuição nos níveis de PT e aumentou a rigidez (Figura 1 e 2a-d).



**Figura 1.** Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras verdes e secas ( $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). a) ACF e b) ACG, contendo 40 % vol. de AH.

Em relação ao módulo elástico, observou-se que as amostras contendo ACF apresentaram menor valor de resistência mecânica em 900 °C, enquanto amostras contendo ACG a resistência foi menor em 1100 °C. Essa diferença aconteceu porque no sistema contendo ACF a sinterização começou a ocorrer em temperaturas menores, uma vez que a área superficial específica das partículas é maior e assim, em 1100 °C as amostras começaram a perder porosidade e consequentemente apresentaram maior resistência mecânica. No sistema com ACG, onde as partículas apresentam menor área superficial específica, a sinterização só iniciou em temperaturas maiores (1100°C), fazendo com que o ganho de resistência mecânica só ocorresse acima de 1100°C.

Por fim, em 1500 °C o sistema com ACF apresentou menores níveis de porosidade total e maior resistência mecânica. Isso pode ser justificado devido a sua elevada área superficial específica que favoreceu maiores taxas de sinterização e densificação do sistema.



**Figura 2.** a) PT geométrica e b) módulo elástico para amostra contendo alumina fina; c) porosidade total e d) Módulo elástico para amostra contendo alumina grossa.

## Conclusões

Observa-se que o tamanho médio das partículas de alumina calcinada influencia a morfologia dos hidratos formados nas amostras verdes, bem como o desenvolvimento das propriedades mecânicas e geração de poros nas estruturas após diferentes tratamentos térmicos.

## Agradecimentos

Ao conselho nacional de desenvolvimento científico e tecnológico (CNPQ) pelo apoio financeiro e ao grupo de pesquisa Simmac/ EESC/USP pelo suporte técnico.

## Referências Bibliográficas

1. F. A. Cardoso.; et al. Drying behavior of hydratable alumina-bonded refractory castables, *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 24, n. 5, pp. 797–802, **2004**.
2. I. R. Oliveira.; et al. Cinética de hidratação de ligantes à base de alumina hidratável ou aluminato de cálcio, *Cerâmica*, vol. 53, n. 325, pp. 20–28, **2007**.
3. V. K. Singh. High-alumina refractory castables with calcium aluminate binder. *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 8, n. 4, pp. 424–426, **1989**.
4. J. Hernandez.; et al. Behaviour of Alumina Refractory Composites for Temperatures Below 800 C. Experiment and Modelling, *ICCM12 Conf.*, **1999**.
5. N. Schmitt.; et al. Coupling between kinetics of dehydration, physical and mechanical behaviour for high alumina castable. *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, n. 10, pp. 1597–1607, **2000**.
6. V. K. Singh. High-alumina refractory castables with calcium aluminate binder. *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 8, n. 4, pp. 424–426, **1989**.
7. VAIDYA, S.D., et al.). Study of phase transformations during hydration of rho alumina by combined loss on ignition and X-ray diffraction technique. *J. of Physics and Chemistry of solids*, v. 32, n. 0, pp. 977-986, **2001**.

Ediane P. P. Braga\*, Ester Gusmão & Adriane D. V. de Sousa

Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (UNIFESSPA).

\*E-mail: Edianebraga1@hotmail.com.