

SINTERIZAÇÃO DE CERÂMICAS POROSAS À BASE DE MULITA PARA USO EM ALTAS TEMPERATURAS

V. L. Arantes, Lucíola L. de Sousa, R. Salomão

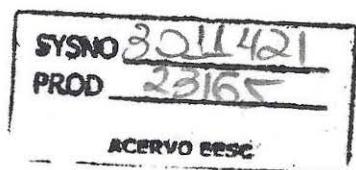
G. Pesquisa "Soluções Integradas em Manufatura e Materiais Cerâmicos" (SIMMaC)
Departamento de Engenharia e Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos
Avenida Trabalhador São-carlense 400, 13560-970 São Carlos – SP
vera@sc.usp.br ou luciolahucena@yahoo.com.br ou rsalomao@sc.usp.br

Cerâmicas porosas têm sido utilizadas em diversas aplicações tecnológicas, tais como revestimentos de fornos e aeronaves, coletores de partículas sólidas, isolantes térmicos para altas temperaturas, filtros para indústria automotiva, produção de vidros, isolantes acústicos e como queimadores de materiais. Entre as matérias-primas utilizadas para a fabricação de cerâmicas porosas, a alumina tem sido bastante utilizada devido a algumas de suas propriedades: alta dureza, elevada resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito, alta resistência à corrosão ao ar, tanto à temperatura ambiente como em altas temperaturas e pelo fato que o material mantém sua resistência mecânica mesmo a altas temperaturas (1500°C – 1700°C). O sistema alumina-sílica é amplamente utilizado em refratários, pois gera mulita in-situ. Mulita é uma fase cristalina comumente utilizada em cerâmicas refratárias por apresentar excelentes propriedades tais como: elevada refratariedade e alto módulo de ruptura, boa resistência ao choque térmico, à erosão e ao ataque químico. Nesse trabalho, estruturas porosas preparadas a partir de alumina calcinada, hidróxido de alumínio e alumina hidratável (ligante hidráulico inorgânico) receberam quantidades distintas de mulita eletrofundida de modo a gerar diferentes porcentagens de mulita durante o aquecimento inicial e sinterização. Amostras sinterizadas entre 1100°C e 1500°C foram caracterizadas em relação à porosidade total, dilatometria, módulo elástico (técnica de excitação por impulso) e tensão de ruptura. Essas propriedades físicas e mecânicas serão relacionadas com a caracterização da microestrutura do compósito obtido a partir da variação da temperatura de processamento dos corpos de prova de mulita eletrofundida obtidos em diferentes sistemas.

Palavras chaves: mulita eletrofundida, cerâmicas porosas, alumina, sinterização.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos são utilizados em vários segmentos do cotidiano, desde utensílios decorativos, até peças de alta complexidade, usadas na área da engenharia. Nas últimas décadas, cerâmicas porosas vêm ganhando destaque por apresentarem propriedades catalíticas e térmicas únicas, além de serem bastante interessantes para uso em implantes biomédicos¹⁻⁴. Dentre as diversas aplicações, tem crescido o interesse pelo uso de cerâmicas refratárias porosas em altas temperaturas⁵⁻⁶. Entre os materiais utilizados na produção de cerâmicas porosas, destaca-se a alumina, por suportar altas temperaturas e ser quimicamente estável.



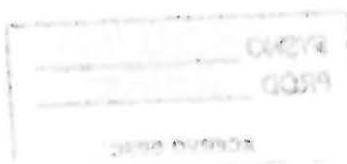
Nesse trabalho, utilizou-se hidróxido de alumínio como agente porogênico. É bastante conhecido o fenômeno de que, durante a sinterização em temperaturas elevadas, peças de alumina com alta porosidade, sofrem a eliminação progressiva dos poros presentes. Por essa razão, compostos que dificultam a densificação das peças porosas têm sido adicionados, para manter-se a porosidade originada pela decomposição do hidróxido de alumínio. Nesse trabalho, adicionou-se teores variáveis de microssílica, com o intuito de se formar mulita, composto capaz de diminuir sensivelmente a taxa de densificação das peças porosas de alumina.

Diferentemente dos trabalhos anteriores encontrados na literatura,^{1,5,6}, nesse trabalho o sistema em estudo além de contribuir para aprimorar o conhecimento, que ainda é restrito visando a produção de estruturas porosas, este trabalho apresenta ainda como diferencial, o fato de as partículas cerâmicas serem consolidadas por moldagem direta com utilização de um ligante hidráulico (alumina hidratável (ρ - Al_2O_3)). Este método de consolidação apresenta duas vantagens tecnológicas importantes: (1) Em processos de vazamento direto, um elevado nível inicial de porosidade pode ser obtido devido à ausência de forças de compactação externo. (2) A suspensão pode ser convertida em formas complexas e grandes dimensões, utilizando diversas técnicas. Além da geração de microestruturas significativamente diferentes daquelas obtidas por meio de prensagem, tendo assim grande liberdade de projeto e técnica de instalação proporcionada por esse método.

O objetivo desse trabalho é apresentar e discutir o comportamento de amostras de alumina com adições de teores variáveis de hidróxido de alumínio, mulita eletrofundida e microssílica, para se elucidar o efeito de ambos na densificação de amostras de alumina verificando algumas de suas propriedades após sinterização em temperaturas de 1100 a 1500°C.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a obtenção da mulita in situ, foram utilizadas as seguintes matérias-primas: a) Alumina alcinada (AC, A2G, Alcoa Alumínio, Brasil), b) Hidróxido de Alumínio (HA, Hydral 710, Almatis, Alemanha), c) Alumina Hidratável (AB300, Alphabond 300, Almatis, Alemanha), d) Mulita Eletrofundida (ME, MUBS, Elfusa, Brasil), e) Sílica Amorfa (MS, Microsilica, Elkem, Noruega), f) Ligante orgânico (143, Poli(etileno glicol), Lamberti, Brasil), e g) Dispersante (FS20, BASF, Alemanha).



As composições foram preparadas para que o sistema final após a sinterização tivesse diferentes frações molares de SiO_2 e, consequentemente, de mulita. Para o cálculo das frações molares de sílica (FMS), utilizou-se a Equação 1:

$$\text{FMS} = (\text{N}_{\text{SiO}_2}) / (\text{N}_{\text{SiO}_2} + \text{N}_{\text{AC}} + \text{N}_{\text{HA}}/2 + \text{N}_{\text{AB300}}) \quad (1)$$

onde N é o número de mols de cada componente do sistema. As composições testadas são descritas nas Tabelas I e a Figura 1 mostra o diagrama de fases do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ e as composições escolhidas nesse trabalho.

Tabela I - Composições propostas nesse trabalho.

Identificação	FMS	AC (% vol)	HA (% vol)	AB300 (% vol)	Mulita Eletrofundida (% vol)	Microssílica (% vol)	Sólidos (% Vol)
0,0-SRF	0,00	45,00	45,00	10,00	0,00	0,00	50,00
0,25-SMT	0,25	0,00	45,00	10,00	45,00	0,00	50,00
0,4-SMT*	0,40	0,00	45,00	10,00	28,00	17,30	50,00
0,6-SMT	0,60	0,00	45,00	10,00	4,05	40,95	50,00
0,2-SMS	0,20	30,50	45,00	10,00	----	14,50	50,00
0,4-SMS*	0,40	16,35	45,00	10,00	----	28,65	50,00
0,6-SMS	0,60	2,35	45,00	10,00	----	42,65	50,00

(*Composição para formação estequiométrica de 100% mulita)

Onde, **SRF**: Sistema Referência (sistema apenas com alumina e hidróxido de alumínio), **SMT**: Sistema Mulita Eletrofundida e **SMS**: Sistema Microssílica

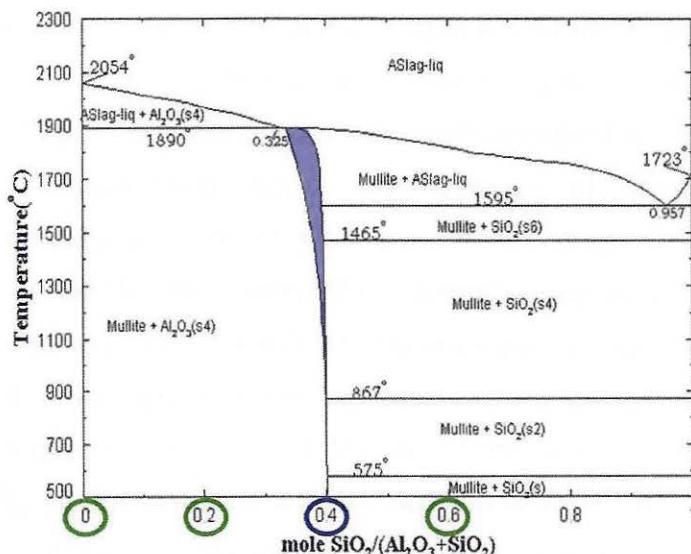


Figura 1 - Diagrama de Fases do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ (Gerado pelo programa Fact Sage 6.3 <http://www.factsage.com/>) Onde: 0=0,0-SRF; 0,2 = 0,25-SMT e 0,2-SMS ; 0,4 = 0,4-SMT e 0,4-SMS e 0,6 = 0,6-SMT e 0,6-SMS

A adição de microssílica em suspensões cerâmicas aquosas aumenta consideravelmente sua capacidade de fluir. Este comportamento pode ser explicado devido à forma esférica e estreita distribuição de tamanho das partículas de microssílica, que atuam como lubrificante, reduzindo as forças de atrito entre as

partículas maiores e facilitando seu movimento. Além disso, devido à baixa densidade ($\sim 2,1 \text{ g.cm}^{-3}$) e tamanho médio, estas partículas apresentam um comportamento hidrodinâmico semelhante à de um líquido, gerando uma redução aparente da carga sólida na formulação. A microssílica também melhora muito a eficiência no empacotamento de partículas após a secagem porque sua microestrutura é muito menor do que as matérias-primas empregadas nessa composição e pode preencher as menores falhas de empacotamento e poros e, assim, mantendo a porosidade e dando uma maior resistência ao material.

As composições apresentadas na Tabelas I (com 0,1 % massa de FS20 e sem ligante) foram misturadas em moinho de esferas (meios de moagem esferas de zircônia, 6 mm de diâmetro, razão de massa de esfera/pó de 1:3, jarro de polietileno e rotação de 60 rpm, por 2 horas), para promover uma ótima mistura e dispersão simultaneamente. Em seguida, à cada uma das suspensões, foi adicionado o ligante AB300. Esta suspensão foi misturada em agitador mecânico (PowerVisc, IKA, Alemanha) em 500 rpm por 5 minutos, sendo então moldadas na forma de cilindros de 16 mm de diâmetro por 70 mm de altura, para a medida de módulo elástico e 16 x 16 mm para o ensaio de compressão. Essas amostras foram mantidas em atmosfera com elevada umidade por 24 h a $50^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ e, em seguida, em ambiente ventilado por 24 h a $50^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ e secas em estufa a $120^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ por 48h. Essas condições foram empregadas para maximizar o efeito ligante da alumina hidratável e reduzir os riscos de explosão por vapor pressurizado durante o primeiro aquecimento. As seguintes caracterizações foram realizadas nas amostras após os tratamentos térmicos (aquecimento: $0.5^\circ\text{C.min}^{-1}$ até 400°C e 2°C.min^{-1} até $1100-1500^\circ\text{C}$, 5 h de patamar, resfriamento: $10^\circ\text{C.min}^{-1}$): 1) O módulo de elasticidade (E) foi medido pela técnica de excitação por impulso (equipamento Sonelastic, ATCP, Brasil) de acordo com a norma⁷ ASTM C 1198-91. Em seguida, essas amostras foram cortadas em cilindros com dimensões aproximadas de L/D 2:1 e submetidas ao teste de resistência mecânica sob compressão uniaxial em uma máquina de ensaios universal EMIC dI 10000 operando com uma velocidade de compressão de 0,5 mm/min. Para cada composição foram testados 5 corpos-de-prova. 2) A microscopia eletrônica de varredura foi realizada na superfície de fratura das amostras em um equipamento Inspect F50 (FEI-Holanda) utilizando-se recobrimento de nanopartículas de ouro. 3) As análises de porosimetria de mercúrio foi utilizada um Porosímetro de mercúrio (AMINCO, EUA Mod-5000 psi). A ditribuição de

tamanho de poros (DPoro, μm) foi determinada por meio da Equação de Washburn (2) a seguir:

$$\text{DPoro} = 4\gamma\text{Hg}\cos\theta/\text{P} \quad (2)$$

Onde γHg é a tensão de superfície do mercúrio (0,480 N/m), θ é o ângulo de molhamento (130°) e P são as pressões aplicadas variando de 0,005 a 30 MPa. Uma vez determinada a frequência de distribuição de poros (0 a 100), os valores de diâmetro mínimo (DMin), médio (DMédio) e máximo (DMax) foram estabelecidos utilizando-se os valores de diâmetro correspondentes a 10, 50 e 90 %, respectivamente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de Módulo de Elasticidade (E) e Tensão de ruptura (σR) para o sistema mulita eletrofundida, Figura 2a e 2b observa-se que não houve ganho considerável de resistência mecânica para amostras sinterizadas até a temperatura de 1400°C . Isto se explica devido à baixa compactação dos sistemas e ao fato de que nesta condição grande parte do processo de sinterização, densificação e formação de mulita ainda não estão completas. O Módulo de Elasticidade e a Tensão de Ruptura sofreram um pequeno aumento nas temperaturas acima de 1400°C , variando de 4 a 21 GPa e 5 a 77 MPa, indicando a densificação do sistema. Isso pode ser explicado devido à formação da mulita em elevadas temperaturas fazendo com que a PTG do material seja menor e tenha uma maior resistência. Esse comportamento é influenciado pelas fases presentes e pela presença de poros^{1,2,3}. Para a amostra 0,6-SMT, têm-se um material mais resistente em relação às outras composições, tendo módulo de Elasticidade ($E= 21,15 \text{ GPa}$) e tensão de ruptura ($\sigma\text{R} = 77,56 \text{ MPa}$). Esse comportamento está associado à presença de microssílica que, devido à sua elevada reatividade e ao excesso em relação à estequiometria da mulita promove densificação por fluxo viscoso gerando uma estrutura mais compacta como visto no MEV, (Figura 4f).

No resultado de ensaios mecânicos para o sistema microssílica, observa-se que a medida em que se aumenta a temperatura de sinterização, ocorre um aumento da tensão de ruptura, até a temperatura de 1300°C , diminuindo ou permanecendo aproximadamente constante acima desta, Figura 2c e 2d. Esse resultado pode ser associado à manutenção da porosidade em temperaturas maiores que 1300°C , fato associado à formação da mulita. Além da porosidade, a

adição de sílica também propiciou a formação de fases como cristobalita e mulita, que apresentam valores de módulo elástico inferiores ao da alumina.

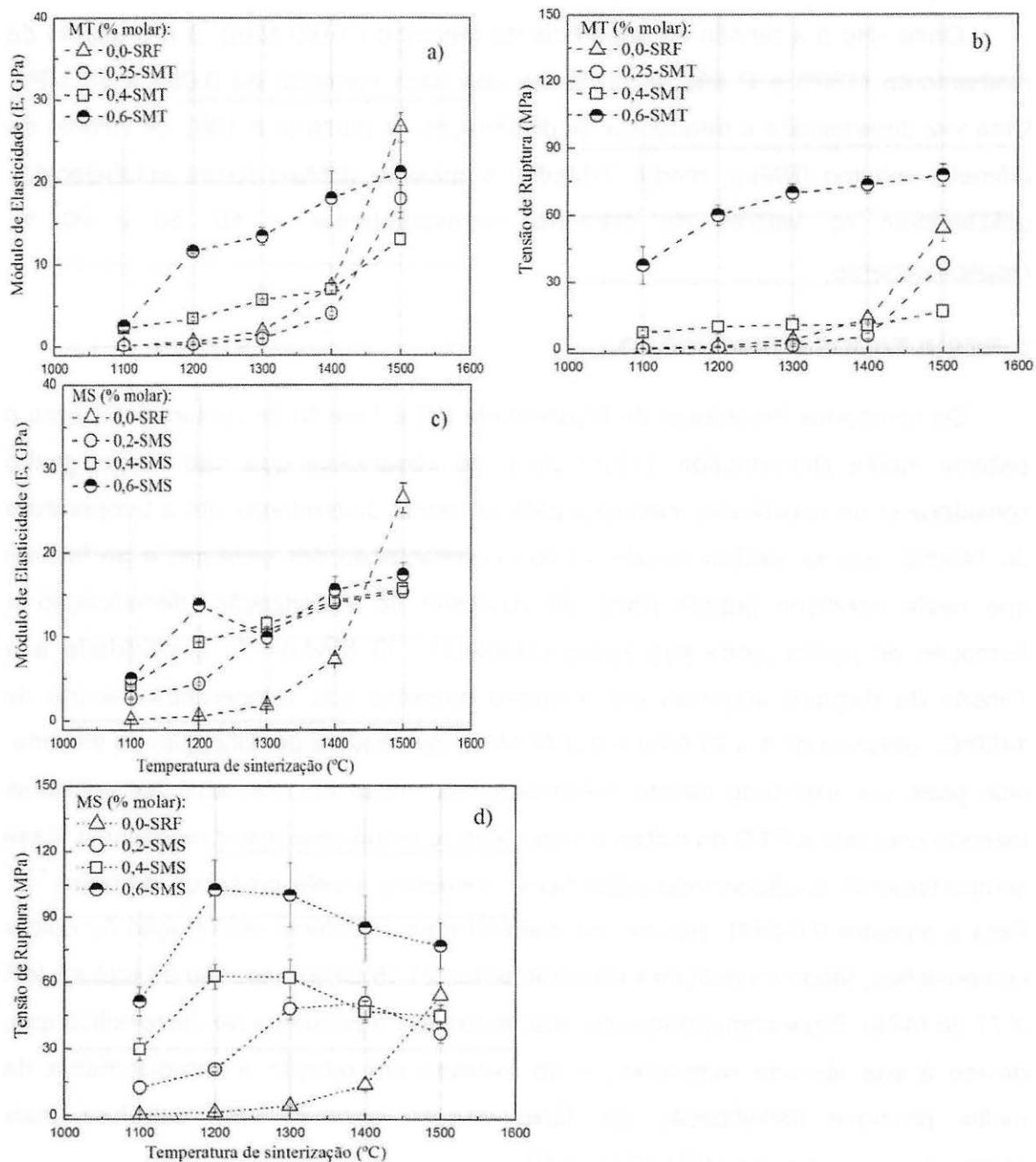


Figura 2 - Efeito da adição de Microssílica e da temperatura de sinterização das amostras a) Módulo de Elasticidade (E) e b) Tensão de Ruptura (σ) para o sistema mulita eletrofundida, c) Módulo de Elasticidade (E) e Tensão de Ruptura (σ) para o sistema microssílica

As Figuras 3a e 3b apresentam os gráficos da distribuição do tamanho dos poros presentes no sistema mulita eletrofundida (Figura 3a) e sistema microssílica (Figura 3b), após tratamento térmico a 1500°C. No sistema mulita eletrofundida de

0,0-SRF para 0,25-SMT têm-se um maior diâmetro dos poros. A amostra 0,25-SMT tem um maior diâmetro poro, $E = 17,94$ GPa e $\sigma R = 38,25$ MPa, mostrando que essa composição é bem porosa. Para a composição 0,4-SMT e 0,6-SMT observa-se um menor diâmetro dos poros e como visto no MEV, Figuras 4e e 4f, nota-se uma maior densificação, maior porcentagem de fase líquida devido à presença de microssílica.

Para o sistema microssílica o tamanho de poro mantém-se relativamente inalterado, quando o teor de microssílica é aumentado, Figura 3b. Os resultados mostram que a presença de elevado teor elevado de microssílica na matriz de alumina cria estruturas porosas que resistem à sinterização livre. Essa resistência resulta de uma diminuição da força motriz para a sinterização. O aumento da resistência mecânica dessas amostras a 1500°C levou a uma menor porosidade. Esta influência da pressão externa em sinterabilidade sugere que a fase mulita pode reduzir a intrínseca força motriz para a sinterização provavelmente devido ao exagerado crescimento de grão que conduz a poros com uma elevada coordenação culminando em formas planas ou convexas das superfícies dos poros.

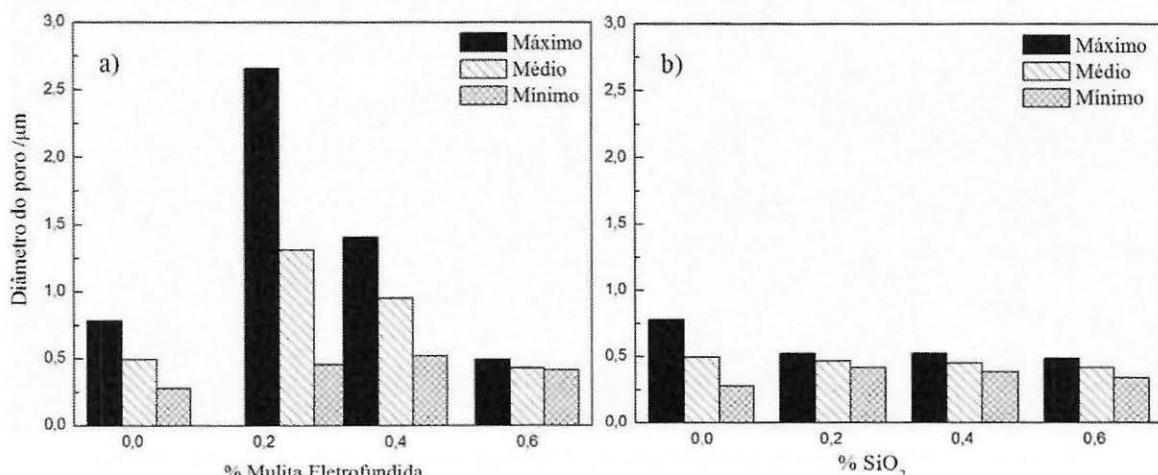


Figura 3 - Diâmetro do poro das amostras com diferentes teores de microssílica com queima a 1500°C: a) sistema mulita eletrofundida e b) sistema microssílica

O tamanho dos poros da microestrutura de um isolante é um dos parâmetros mais relevantes para o controle das propriedades macroscópicas do material. Estima-se que a faixa ideal de tamanho de poros para garantir alta capacidade de extinção de radiação térmica encontra-se aproximadamente entre 0,2 e 5 μm e com uma porosidade total acima de 70%. Esta faixa pode, então, ser descrita como a ideal para uma microestrutura isolante cujo objetivo é evitar a transmissão de calor através de um sistema⁸.

Para o sistema mulita eletrofundida o processo de crescimento de grãos pode ser visto nas imagens obtidas por microscopia de varredura eletrônica para as temperaturas 1100°C e 1500°C (Figuras 4a-f). A composição 0,25SMT (Figura 4a e 4d) indica que a presença de poros menores a 1500°C, devido a maior densificação e presença de fase líquida, Figura 4d.

A composição 0,4-SMT a 1100°C, Figura 4b destaca-se a presença de partículas porosas de alumina formadas após a decomposição do hidróxido de alumínio. Podem-se observar regiões com grãos pequenos e uma elevada quantidade de poros na microestrutura final a 1500°C (Figura 4e).

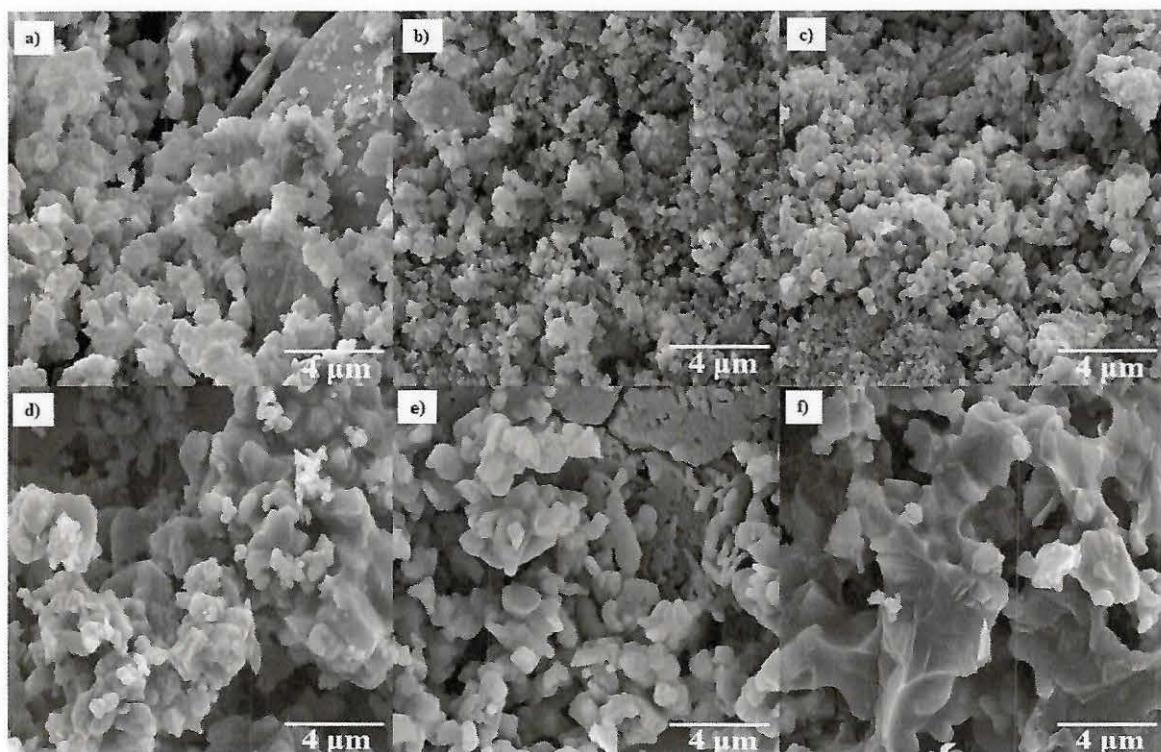


Figura 4 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do sistema mulita eletrofundida: a) 0,2 SMT 1100°C, b) 0,4 SMT 1100°C, c) 0,6 SMT 1100°C, d) 0,2 SMT 1500°C, e) 0,4 SMT 1500°C, f) 0,6 SMT 1500°C

Já nas micrografias representadas pelas Figuras 4c e 4f observa-se uma grande presença de fase líquida distribuída por toda a estrutura, dando origem assim a uma estrutura com menores tamanhos de grão que a estrutura da amostra 0,4-SMT, Figura 4e. Essa diminuição no tamanho de grão deve-se a influência das partículas de sílica nas taxas de crescimento de grão da matriz de alumina/mulita, uma vez que quando a sílica é adicionada na formulação dos corpos cerâmicos, esta fase se concentra nos contornos impedindo sua movimentação, por este motivo

observam-se menores tamanhos de grãos. Durante a reação ocorre a formação de um líquido metaestável silico-aluminoso que se enriquece gradativamente em íons alumínio conforme a temperatura é elevada, até que a proporção estequiométrica da mulita seja atingida, a nucleação se inicie e os grãos cresçam. Ao final do processo um sólido contendo mulita e fase vítreia residual é obtida, sendo que a quantidade de líquido residual depende da temperatura de tratamento térmico, da reatividade dos agentes precursores e da proporção de sílica e alumina utilizadas⁹.

A quantidade de fase líquida presente no processo de sinterização aumentou a quantidade de formação da mulita. Como a mistura estequiométrica é usada, a probabilidade de a reação ocorrer é determinada pela concentração de um dos componentes presentes.

Para o sistema microssílica observam-se estruturas porosas com a presença de grãos de alumina e menor quantidade de hidróxido de alumínio decomposto. Essas microestruturas apresentam grãos equiaxiais com tamanhos progressivamente maiores. Na composição 0,2-SMS e 0,4-SMS, Figuras 5a e 5b, têm-se uma estrutura mais porosa. Esse efeito foi atribuído à formação de mulita em temperaturas acima de 1300°C, como demonstrado pelos resultados de raios-X.

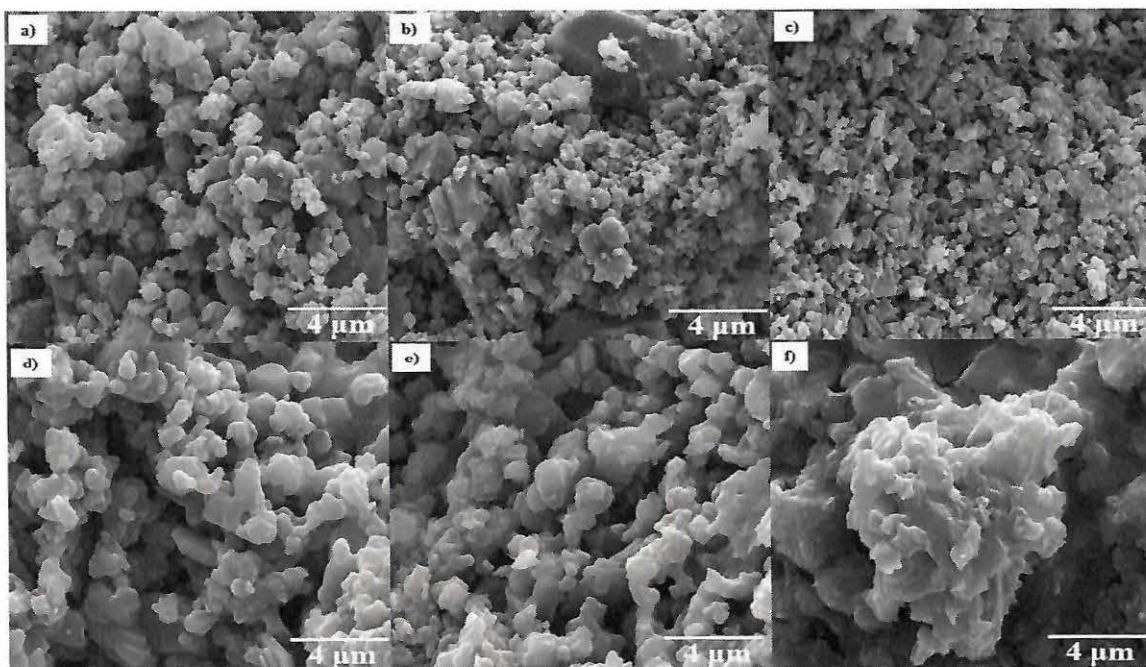


Figura 5 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do sistema microssílica;
a) 0,2 MS 1100°C, b) 0,4 MS 1100°C, c) 0,6 MS 1100°C, d) 0,2 MS 1500°C,
e) 0,4 MS 1500°C, f) 0,6 MS 1500°C

Para a composição 0,6-SMS (Figura 5c e 5f), observa-se uma densificação significativamente maior que nas outras composições. A microssílica, que se dissolve por meio de reação peritética e origina a fase líquida, propicia uma sinterização por meio da formação de um líquido reativo. Neste caso, provavelmente a fase vítreia, que agiu preenchendo os poros, aumentou a resistência mecânica das amostras¹⁰. A taxa de densificação diminui ao longo da sinterização, porque a área superficial vai gradativamente reduzindo, tendo assim uma menor força motriz. Askel e colaboradores¹¹ em seus estudos, concluíram que a presença de cristobalita, com menor ponto de fusão, levam à formação de fase líquida, favorecendo a densificação.

A formação de mulita ocorre após a sílica amorfa se transformar em cristobalita entre 1400°C e 1600°C. A formação da fase mulita inicia-se a 1300°C e continua num processo acelerado até 1550°C. Acima dessa temperatura, entre 1550°C e 1600°C, esse processo se torna mais demorado. Acredita-se que a sinterização ocorra pelo mecanismo de fluxo semi-viscoso de partículas sólidas de alumina em contato com a sílica viscosa¹². Após a temperatura de 1400°C, íons de Al⁺³ se difundem dentro das partículas de sílica até alcançar a composição estequiométrica da mulita, mas a mulita apenas vem aparecer a 1500°C, posteriormente à transição de sílica amorfa para cristobalita. Após a formação de camadas de mulita entre as partículas de sílica e alumina, ocorre uma redução na taxa de formação da fase mulita, uma vez que essa camada atua como uma barreira para a difusão das espécies e somente acima de 1650°C esse processo é acelerado devido à fusão da cristobalita.

O formato dos cristais de mulita é influenciado pela quantidade e o tipo de impurezas. Devido ao abaixamento da energia de superfície em certas direções do cristal causada pela presença de impurezas, ocorre o crescimento preferencial nas outras direções, com a formação de grãos no formato acicular. Por outro lado, como observado neste trabalho, o crescimento de grãos grandes e arredondados ocorre na presença de impurezas pouco solúveis na fase cristalina, de maneira que permanecem em solução no líquido silicoso, diminuindo sua viscosidade e acelerando a difusão⁹. As microestruturas também evidenciaram que a utilização de temperaturas de sinterização próximas a 1500°C é mais adequada para a produção de corpos mulíticos porosos, porque reduz significativamente a porosidade do material, tal como observado em outros estudos¹³.

Observa-se, a partir das micrografias, que a sinterização proporcionou a formação de uma microestrutura heterogênea caracterizada pela formação da mulita primária, que se apresenta na forma de aglomerados de pequenos cristais. Em 1300°C, foi possível observar a obtenção da mulita, indicando que neste sistema ocorre uma diminuição do ponto eutético, no que diz respeito ao diagrama de fases dos compostos Al₂O₃-SiO₂. Segundo Iqbal e Lee (2000) a maior viscosidade da fase vítreia favorece o crescimento contínuo dos cristais de mulita, o que demonstra a possibilidade de transformação da mulita primária em mulita secundária¹⁴.

Comparando os dois sistemas estudados têm-se que o sistema Mulita Eletrofundida teve um pequeno aumento da resistência mecânica ($E = 13,03 \text{ GPa}$ e $\sigma_R = 16,83 \text{ MPa}$). Esse sistema teve suas propriedades mecânicas baixas. Como as características da mulita eletrofundida pré-formada obtida ao se misturar esses materiais são fortemente dependentes do grau e tipo de ligação entre as espécies, características como formato e tamanho dos grãos, quantidade de fase líquida, formação de cristobalita tudo isso influencia na composição final desse sistema. O sistema microssílica apresentou os melhores resultados, tendo um ganho de propriedades mecânicas em temperaturas a 1100°C e a 1500°C, reduziu o tamanho médio de poros e apresentou também ótimas propriedades mecânicas ($E = 15,39 \text{ GPa}$ e $\sigma_R = 36,79 \text{ MPa}$) proporcionando sua atuação como isolante térmico.

4. CONCLUSÕES

Dos vários sistemas estudados, o que apresentou melhor potencial para gerar estruturas porosas moldáveis para uso como isolamento térmico foi aquele contendo microssílica. Devido ao significativo ganho de propriedades mecânicas em temperaturas intermediárias (1100°C), que facilita sua instalação como revestimento, mesmo após sinterização a 1500°C; reduzido tamanho médio de poros (0,5μm), favorecendo o desempenho como isolante térmico.

5. AGRADECIMENTOS

FAPESP (2010/19274-5), CNPq (470981/2011-3; 306036/2011-8) e CAPES. Almatis (Brasil e Alemanha) e Alcoa Alumínio (Brasil) pela doação das matérias primas utilizadas. Ao João Jerônimo Bernardi (SMM/EESC) pelo auxílio nos ensaios mecânicos, e MSc. Wagner R. Correr, (Laboratório de Microscopia Eletrônica do Centro de Tecnologia de Materiais Híbrido, CTMH) pelas imagens de microscopia eletrônica.

6. REFERÊNCIAS

1. Schneider, H.; Schreuer, J.; Hildmann, B. *Structure and properties of mullite - A review.* **J. Eur. Ceram. Soc.**, v.28, n.2, p.329–344, 2008.
2. Souza, A.D.V., Arruda, C.C., Fernandes, L., Antunes, M.L.P., Kiyohara, P.K. Characterization of aluminum hydroxide (Al(OH)_3) for use as a porogenic agent in castable ceramics. **J. Eur. Ceram. Soc.**, v.35, n.2, p.803-812, 2015.
3. Medvedovski, E. Alumina-mullite ceramics for structural applications. **Ceramics International**, v. 32, n. 4, p. 369-375, 2006
4. Yang, F.; Lin, C. Li, Y.; Wang, C.A. *Effects of sintering temperature on properties of porous mullite/corundum ceramics.* **Mater. Lett.**, v.73, p.36–39, 2012.
5. Dong, Y. et al. Phase evolution and sintering characteristics of porous mullite ceramics produced from the flyash-Al (OH)₃ coating powders. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 460, n. 1, p. 651-657, 2008.
6. Villas Bôas, M.; Salomão, R.; Pandolfelli, V. Cerâmicas porosas para aplicação em altas temperaturas. **Cerâmica**, v. 53, n. 328, p. 361-367, 2007.
7. ASTM: C 1198-91, "Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for advanced ceramics by Sonic Resonance" (2002).
8. Vivaldini, D. et al. Revisão: fundamentos e materiais para o projeto da microestrutura de isolantes térmicos refratários de alto desempenho. **Cerâmica**, v. 60, p. 297-309, 2014.
9. Magliano, M.V.M.; Pandolfelli, V.C. *Multilização em refratários utilizando diferentes fontes precursoras-revisão.* **Cerâmica**, v. 56, n.340, p. 368-375, 2010.
10. Fernandes, L. et al. Characterization of synthetic amorphous silica (SAS) used in the ceramics industry. **Interceram.**, v. 4, n. 63, p. 220-224, 2014.
11. Aksel, C. *The role of fine alumina and mullite particles on the thermomechanical behaviour of alumina-mullite refractory materials.* **Mater. Lett.**, v. 57, n.3, p. 708-711, 2002
12. Schneider, H. et al. Mullite precursor phases. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 11, n. 1, p. 87-94, 1993.
13. Anjos, R. D.; Ismael, M.R.; Ramal Jr, F.T.; Pandolfelli, V.C. *Adição de microssílica e a secagem de concretos refratários.* **Cerâmica**. v.50, n.316, p. 331-335, 2004.
14. Iqbal, Y.; Lee, W. E. Microstructural evolution in triaxial porcelain. **Journal of American Ceramic Society**, v. 83, n. 12, p. 3121-27, 2000.

SINTERING OF CERAMIC POROUS MULLITE BASE FOR USE IN HIGH TEMPERATURES

V. L. Arantes, Lucíola L. de Sousa, R. Salomão

G. Pesquisa "Soluções Integradas em Manufatura e Materiais Cerâmicos" (SIMMaC)
Departamento de Engenharia e Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos
Avenida Trabalhador São-carlense 400, 13560-970 São Carlos – SP
vera@sc.usp.br ou luciolahucena@yahoo.com.br ou rsalomao@sc.usp.br

Porous ceramics have been used in several technological applications such as furnaces and aircraft coatings, solid particulate collectors, insulating materials for high temperatures, automotive filters, glass production, acoustic insulating materials and as a burner. Among the raw materials used to manufacture porous ceramic, alumina has been widely used due to some of their properties: high hardness, high wear resistance, low coefficient of friction, high resistance to corrosion in air, both at room temperature as high temperatures and the fact that the material retains its mechanical strength even at high temperatures (1500 ° C - 1700°C). The alumina-silica system is widely used in refractory, it generates mullite in-situ. Mullite crystalline phase is commonly used in refractory ceramics by having excellent properties such as high refractoriness, high bending strength, good thermal shock resistance, erosion

and chemical attack. In this paper, porous structures made from calcined alumina, aluminum hydroxide and hydratable alumina (inorganic hydraulic binder) received different amounts of mullite eletrofundida to generate different percentages of mullite during the initial heating and sintering. Samples sintered between 1100°C and 1500°C were characterized for total porosity, dilatometry, elastic modulus (impulse excitation technique) and breakdown voltage. These physical and mechanical properties are related to characterize the microstructure of the composite obtained from the variation of the processing temperature of the mullite eletrofundida specimens obtained in different systems.

Key words: *mullite eletrofundida, porous ceramics, alumina, sintering.*