

## INVESTIGAÇÃO EXPERIMENTAL DA COMPOSIÇÃO EUTÉTICA NO SISTEMA CaO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SiO<sub>2</sub> SINTETIZADA VIA SOL-GEL

ARTHUR VIEIRA DALMAGRO<sup>1</sup>; BRENO AUGUSTO BATISTA<sup>1</sup>; CAROLINA ELICKER<sup>1</sup>; FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA<sup>2</sup>; JOSÉ JURADO EGEA<sup>3</sup>; SERGIO DA SILVA CAVA<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, CDTec, Pelotas, RS, Brasil - arthur.dalmagro@gmail.com; brenoaugusto\_60@hotmail.com; carolinaelicker@yahoo.com.br; sergiocava@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, CDTec, Pelotas e Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil – faili.cintia@gmail.com

<sup>3</sup>Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Ilhas Canárias, Espanha – pepejuradoegea@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

A composição eutética do sistema CAS (CaO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SiO<sub>2</sub>) é interessante devido ao seu relativamente baixo ponto de fusão, cerca de 1170°C. Conseqüentemente, esta composição pode proporcionar uma menor temperatura de tratamento térmico para utilização como filme para recobrimento, diminuindo possíveis danos ao aço durante o tratamento térmico (PACHECO, 2014).

O processamento sol-gel é uma técnica convencional dentre os diversos métodos de síntese para a preparação de nanopartículas. Neste método, as partículas coloidais ou uma solução coloidal são misturadas com um líquido, o que faz com que elas se unam em uma rede contínua, chamada gel. Segundo Selyunina et al.(2013) este método é um dos mais simples e eficientes, permitindo um controle da estequiometria e composição das fases das amostras, onde se obtém um gel em diferentes formas para posterior aplicação, além de requerer menores temperaturas de sinterização (PACHECO, 2014).

Este projeto tem como finalidade a síntese e caracterização da composição eutética do sistema CaO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SiO<sub>2</sub> via sol-gel para ser aplicado como uma película protetora, para estudos de corrosão do aço de baixo carbono.

### 2. METODOLOGIA

As nanopartículas foram preparadas via sol-gel utilizando nitrato de alumínio [Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O], nitrato de cálcio [Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O], tetraetilortossilicato (C<sub>8</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>Si) e álcool etílico absoluto (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH). Adicionou-se álcool etílico absoluto de 10 em 10 ml até a dissolução total dos nitratos, com o sistema sob refluxo e em agitação. Posteriormente adicionou-se 5 gotas de ácido nítrico concentrado 65% para que ocorresse a gelificação da solução, com o sistema permanecendo sob refluxo e agitação durante 30 minutos para que se formasse a fase cristalina do sol-gel com aparência transparente. O pó foi obtido a partir do gel através de secagem em estufa a 50°C durante 72 horas, sendo posteriormente calcinado em forno tipo mufla nas temperaturas 800°C e 1200°C durante 8 horas para a completa oxidação do cátion metálico e eliminação da matéria orgânica.

Os nanopós foram caracterizados por difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDX), ainda devem ser caracterizados por espectroscopia no infravermelho (IR), e ainda devem ser caracterizadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), espectroscopia Raman e impedância eletroquímica (EIS).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o ponto eutético em pó de  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  foi calculado com base no diagrama de fases, assim permitindo obter diferentes características das diversas fases próximas do ponto calculado, visto que este ponto se encontra com 23% de  $\text{CaO}$ , 15% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 62% de  $\text{SiO}_2$ . Por meio de difração de raios-X (DRX), visa acompanhar a formação e identificação das fases cristalinas, nas temperaturas de  $800^\circ\text{C}$  e  $1200^\circ\text{C}$ , apresentam uma desordem estrutural, não possui um início de cristalização, pois o ponto eutético apresenta uma estrutura vítrea e rica em silicato Conforme a Figura 1.

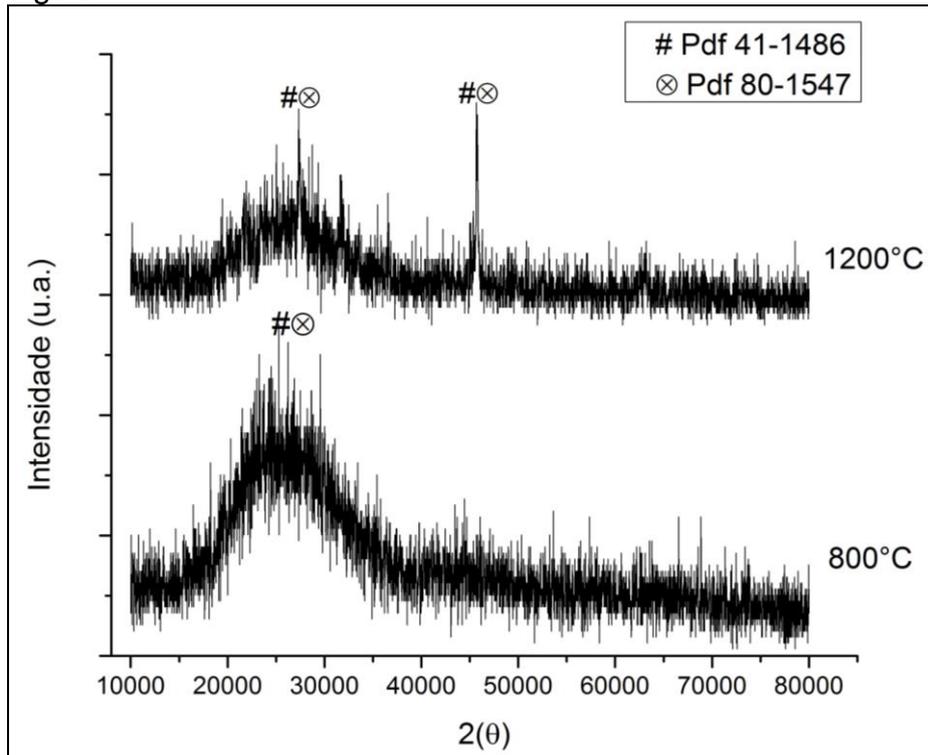


Figura 1 – Difratomogramas pó de  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  tratados termicamente a  $800^\circ\text{C}$  e  $1200^\circ\text{C}$ . As fichas 41-1486 ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ) e 80-1547 ( $\text{Ca}_{5,35}\text{Al}_{10,7}\text{Si}_{5,3}\text{O}_{32}$ ) respectivamente.

Com as análises da microscopia eletrônica de varredura (MEV), são ilustradas na Figura 2.

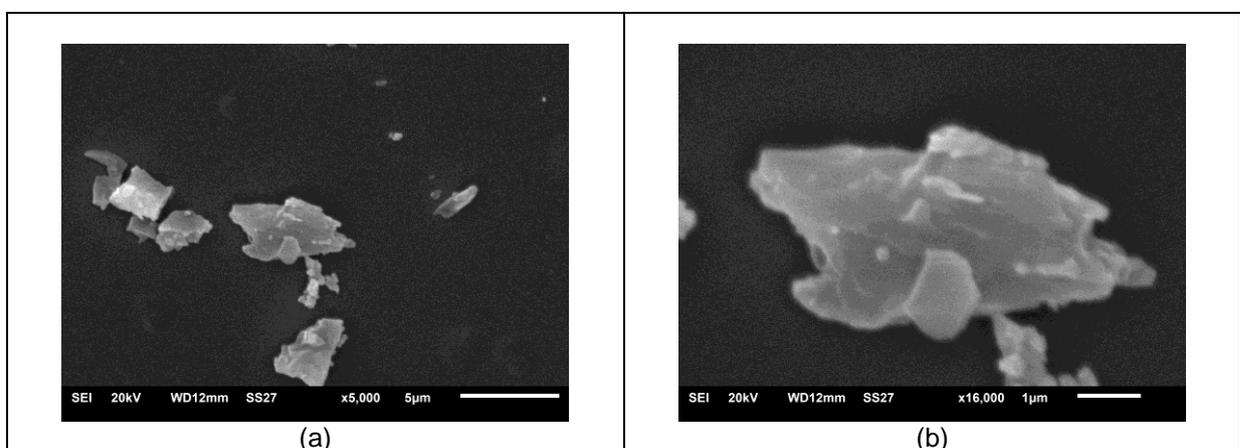


Figura 2 – Microgramas de microscopia eletrônica de varredura da amostra de  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  tratado termicamente a  $1200^\circ\text{C}$  (a) com ampliação de 5000x; (b) com ampliação de 16000x.

A imagem (a) apresenta um panorama da amostra, onde se percebe que os aglomerados, já na (b) pode se observar que tem aspecto de uma vitrocerâmica, pois a amostra é bem uniforme, além de se ver que tem indícios de ser nano vidros de cerâmica. A análise de EDX, que determina a composição química da amostra, logo confirmou a composição química da amostra anteriormente mencionada.

As caracterizações de MET, Micro Raman e Impedância estão sendo no estágio de preparação de amostras.

#### 4. CONCLUSÕES

A síntese via sol-gel utilizando nitratos, para obterem-se os pós com o intuito de se obter pós vitrocerâmica, na temperatura de 1200°C, para aplicação de uma película protetora para evitar a corrosão do aço de baixo carbono. Mostrou resultados satisfatórios em relação às propriedades analisadas. Neste sentido, possibilita a continuação dos estudos relacionados. O DRX foi possível analisar duas diferentes fichas:  $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$  e  $\text{Ca}_{5.35}\text{Al}_{10.7}\text{Si}_{5.3}\text{O}_{32}$ , visto que é um ponto eutético e está em uma estrutura vitrocerâmica, ainda requer um refinamento dessa análise. As imagens pelo MEV apresentaram uma estrutura homogênea e com aspecto de ser nano vidros de cerâmica.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

PACHECO, L. H. N. **Filmes finos sol-gel de  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  para revestimento de aços carbono**. 2014. 40 f. Qualificação de Mestrado (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

SELYUNINA, L.; MISHENINA, L. N.; SLIZHOV, Y. G.; KOZIK, V. V. Effect of citric acid and ethylene glycol on the formation of calcium aluminate via the sol-gel method. **Russian Journal of Inorganic Chemistry**, v. 58, n. 4, p. 450–455, 2013.