

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE Al_2O_3

GAIER, Marciel²; DELBRÜCKE, Tiago¹; GOUVÊA, Rogério Almeida² e CAVA, Sérgio¹

¹Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

²Graduação de Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, RS, Brasi

marcielgaier@gmail.com, tiagodt@gmail.com, rogerio-gouvea@hotmail.com, sergiocava@gmail.com,

INTRODUÇÃO

O estudo e a pesquisa na área da nanotecnologia tem crescido e se destaca por seu potencial comercial e aplicação industrial. Este campo está revolucionado as técnicas de obtenção de materiais e produtos [1]. Os pós cerâmicos nanofásicos possuem uma série de propriedades que se diferenciam das obtidas por partículas convencionais. Assim as nanopartículas de Alumina (Al_2O_3) se incluem neste campo promissor, com utilização largamente usadas em cerâmicos avançados.

As características que atraem atenção para aplicação industrial neste material são baixo custo de matéria prima e de produção. Também várias propriedades da Alumina são usadas em extensão como elevado ponto de fusão, condutividade térmica superior a maioria dos óxidos cerâmicos, resistência a alta temperatura e rigidez dielétrica [2,3]. Por essas peculiares existem diversos trabalhos que analisam e caracterizam as fases e tamanhos de partícula da alumina, relacionam os diferentes métodos de obtenção com as suas qualidades para possíveis aplicações. As diferentes metodologias utilizadas influenciam no diâmetro das partículas e na transição de fases da alumina. É esperado que esta nanopartícula possui mais de 15 diferentes tipos de fases cristalográficas, dentre elas (, , , ,) - Al_2O_3 , sendo que a estrutura mais estável é a córindon (- Al_2O_3).

Entre os métodos que se destacam para a síntese química dos pós são pelo método dos precursores poliméricos [4]. Novas metodologias também estão sendo propostas como a síntese química utilizando precursores orgânicos em autoclave e pelo método de decomposição de fases.

MATERIAIS E MÉTODOS

Na reparação das nopartículas pelo método de precursores poliméricos utiliza-se nitrato de alumínio alumínio [$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$] 98,0% P.A. (Synth), ácido cítrico anidro ($C_6H_8O_7$) 99,5% PA (Synth) e etileno glicol ($HOCH_2CH_2OH$) 99,7% PA (Synth). É utilizada uma proporção de 3 mols de ácido cítrico anídrico para 1 mol de nitrato de alumínio, onde são totalmente dissolvidos em 50 mL de água destilada a uma temperatura de aproximadamente 100 °C.

Assim é adicionado etilenoglicol para que ocorra uma reação de esterificação. Então se mantém a solução nesta temperatura e em agitação durante um tempo de 5 horas para que se forme uma resina do tipo poliéster com aparência escura e bem viscosa. Após estar pronta, a resina é levada a mufla para pré-calcinar a uma temperatura de 300 °C por 2 horas, resultando assim em um polímero pirolisado.

Então o material obtido é desaglomerado e posteriormente calcinado nas temperaturas 900 °C, 1100 °C e 1200 °C para a completa oxidação do cátion metálico e eliminação da matéria orgânica, resultando assim em nanopartículas de alumina com diferentes tamanhos de partícula e fases [5].

Para caracterizar as nanopartículas obtidas foi utilizado o difração de raios X para identificação das fases e determinação do tamanho dos cristallitos utilizando-se a equação de Scherrer. Além disso, é analisado o tamanho de partícula e isothermas de adsorção/dessorção pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio (BET) através da área superficial específica.

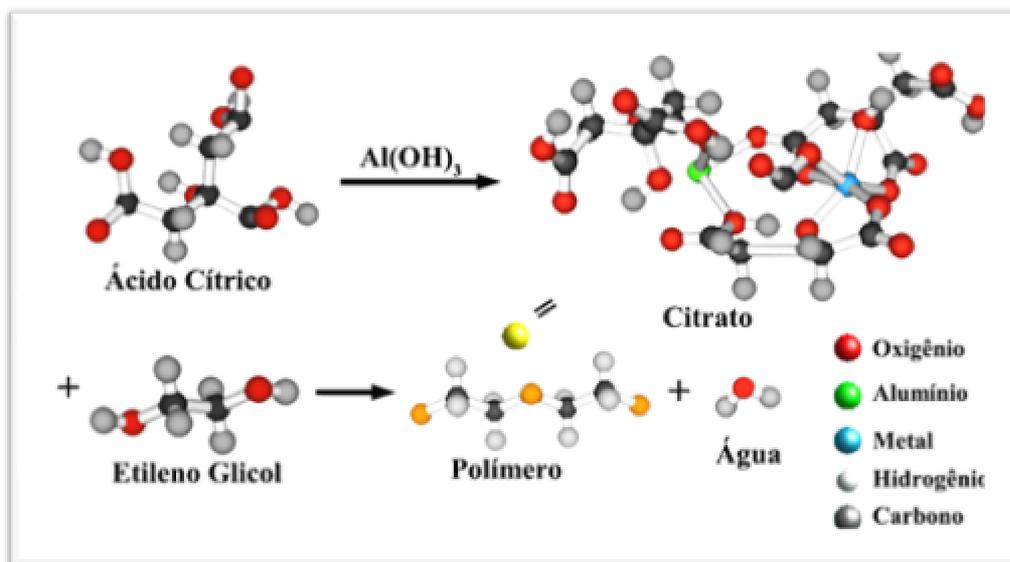


Figura 1. Esquema das reações envolvidas no processo de Pechini. Reação de complexação do metal com ácido cítrico e Reação de esterificação entre o citrato e o etileno glicol.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Uma avaliação feita do difratograma da fig. 3 evidencia a presença da fase gama como pico cristalino principal. Isto pode ser explicado porque a até a temperatura de 700 °C ocorre apenas a desidratação, formando a fase gama até 900 °C [2].

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

Figura 2 – Equação de Scherrer.

Com a equação de Scherrer[5], usando uma constante $K=0,94$ dependendo da forma das partículas, o comprimento de onda da radiação eletromagnética usando o cobre $\lambda=1,5406$, a largura na metade do principal pico de difração $\beta=0,0709$ rad e o ângulo de difração em radianos foi possível calcular o diâmetro médio das partículas, que foi de 23 nanômetros.

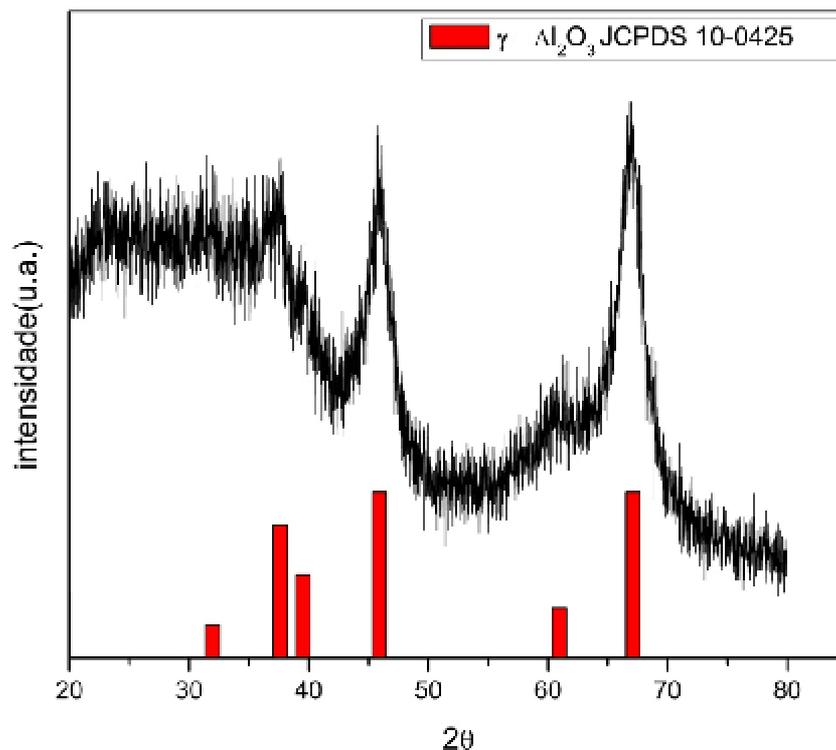


Figura 3 – Difratoograma de raio-x da alumina e identificação dos picos principais.

Através da difração de raio-x feito da amostra calcinada a 800 °C varrendo um ângulo de 20 até 80 foi constatada a presença da Alumina (Al₂O₃) e também um pico de oxigênio. Pelo tamanho dos picos cristalinos observa-se que o material é predominantemente amorfo.

O restante das amostras estão em processo de síntese, sendo assim os resultados ainda estão em processo de finalização.

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos até o presente momento mostram que as nanopartículas foram obtidas com sucesso. Também a sua caracterização, quando comparada a literatura, demonstra que a temperatura de calcinação de 800 °C a alumina gamma foi identificada como fase resultante [2]. As demais conclusões serão apresentadas quando a síntese estiver sido completada.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ROCO, M. C. *Nanotechnology research directions*. 1999.

[2] CAVA, S. Síntese de Pigmentos Nanométricos de Al_2O_3 Dopado com Cobalto e Cromo. 2006.

[3] R. A., GOUVÊA Obtenção de refratário de espinélio ($MgAl_2O_4$) impregnado com nanopartículas de alumina revestidas com sílica sobre matriz de juta e com adição de óxido de cobalto para aplicação aeroespacial R. A. Gouvêa. 2010

[4] CAVA, S. Structural and spectroscopic analysis of Al_2O_3 . 2005

[4] PECHINI, N. [S.l.], 1967.

[5] BRINKER, C. J.; SCHERRER, G. W. Sol-Gel Science. New York: Academic Press, 1990.