

**SINTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMINA(Al_2O_3) OBTIDAS POR
METODOLOGIAS MISTAS**
**GAIER, Marciel¹; SCHIAVI, Nathiéli Beltran¹; BARNASKY, Ricardo Ritter de
Souza¹; DELBRÜCKE, Tiago¹; CAVA, Sergio²**

¹UFPel – Universidade Federal de Pelotas, Curso de Engenharia de Materiais;

²UFPel – Universidade Federal de Pelotas, Centro de Tecnologia.
sergiocava@gmail.com

1 INTRODUÇÃO

As nanopartículas cerâmicas apresentam um grande número de propriedades que se diferenciam das obtidas por métodos clássicos. Assim, elas se incluem em um grande campo tecnológico, com utilização em cerâmicos avançados. Os métodos de síntese e as fases da alumina têm grande influência nas propriedades físicas e químicas destes materiais. Portanto, materiais nanoestruturados são utilizados em muitas aplicações como produtos finais e em vários processos tecnológicos [1].

A alumina se destaca para diversas aplicações, dentre elas para material isolante como os geradores de microondas para aquecimento ou de substratos para circuitos. Outra aplicação desse material é em função de suas propriedades mecânicas que possibilitam o uso para ferramentas abrasivas e de corte. Esta propriedade também permite que ela seja utilizada contra corrosão e riscos em cerâmicos tradicionais. A inércia química deste material somada a sua elevada resistência ao desgaste a torna útil para utilização como biomaterial. Por exemplo, sua utilização na substituição de articulações [2].

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Foram Utilizados 3 metodologias de síntese química para os precursores:

Pechini: Na reparação das nanopartículas pelo método de precursores poliméricos utiliza-se nitrato de alumínio, ácido cítrico anidro e etileno glicol. 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 [4]. 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 é desaglomerado e fica pronto para calcinar [2].

Cooprecipitação: Para a síntese do hidróxido de alumínio pelo método de cooprecipitação foi usado o nitrato de alumínio que inicialmente foi diluído em água. Em seguida a solução foi aquecida em uma chapa de aquecimento a 80°C e após a completa diluição foi adicionado hidróxido de amônio até atingir o pH=9, mantendo uma relação em 1:6. Em seguida foram adicionados ácido cítrico anidro até atingir o pH=1, mantendo uma relação ácido cítrico em 3:1 ocasionando a precipitação de nitrato de alumínio em hidróxido de alumínio [2].

Liofilização: A partir deste material, foram testadas duas metodologias que foram a calcinação direta do material e a liofilização, restando o hidróxido de alumínio e citrato. Posteriormente, este material foi calcinado.

Calcinação: O material obtido pelas diferentes metodologias é calcinado nas temperaturas 700 °C, 1100 °C para a completa oxidação do cátion metálico e eliminação da matéria orgânica [2].

Sinterização: Os pós de alumina foram então prensados utilizando uma prensa hidráulica com uma tensão de 300 MPa para se obter uma pastilha com uma boa densificação antes da sinterização. Posteriormente o material foi sinterizado através de um forno Zircão elétrico convencional e forno Microondas utilizando uma rota de sinterização 10°C por minuto até 600°C, 1°C por minuto até 1200°C e 5°C/minuto até a temperatura final de 1600°C no forno Zircão e 1400°C no forno Microondas. O passo de 1°C minuto foi utilizado para se obter uma boa propriedade mecânica através do crescimento de grãos e densificação [3].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

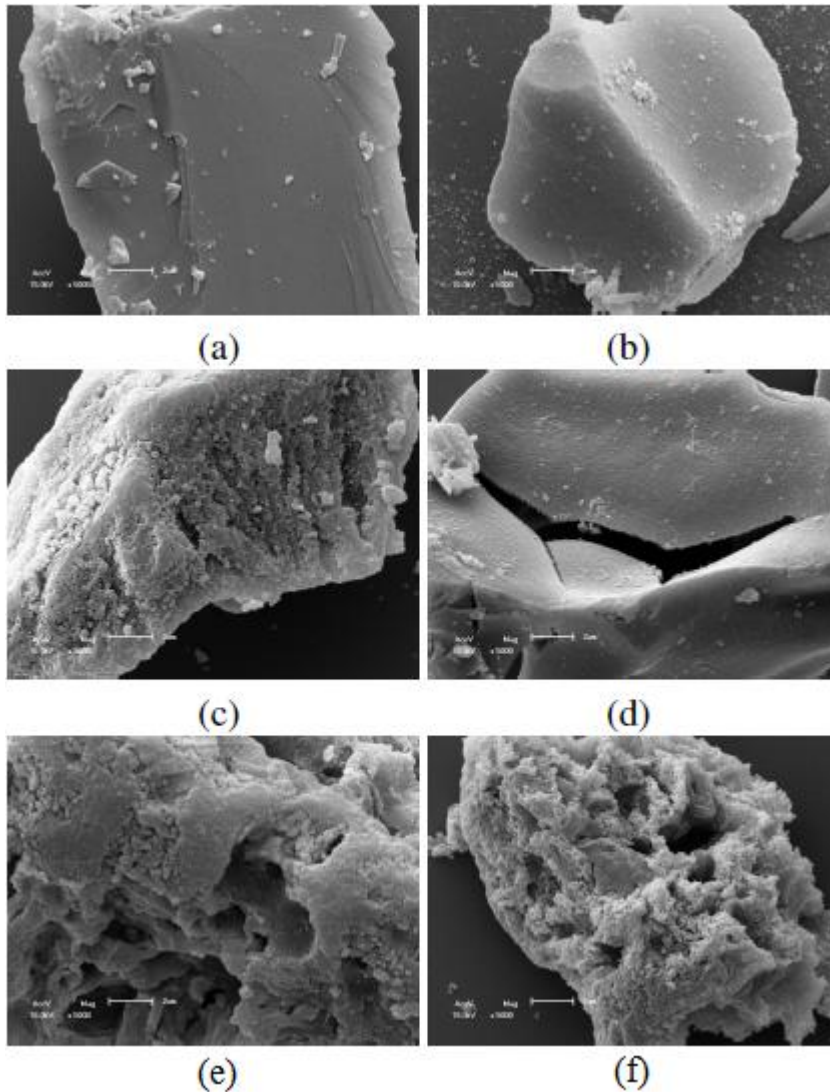
Caracterizações:

A Microscopia Eletrônica de Varredura foi realizada em um microscópio modelo SSX-550 da Shimadzu, onde foi avaliada a morfologia e estrutura dos poros formada pela matriz dos óxidos metálicos.

A determinação da fase cristalina foi obtida através da Difração de Raios-X, utilizando um Difratorômetro de Raios-X, modelo DRX-6000 da Shimadzu, com radiação de cobre a 40 kV e 40 mA a uma taxa de varredura de 4°/min, de 10 a 80°, em temperatura ambiente. O tamanho médio dos cristalitos das cerâmicas porosas foi estimado através da Equação de Scherrer.

A área superficial foi obtida pelo Método BET, através da adsorção de nitrogênio na amostra.

Foram realizados ensaios de DL(dilatometria) aonde os corpos de prova foram obtidos através da prensagem em uma prensa hidráulica, na forma de cilindros com diâmetro de 10 mm e altura de 2 mm, segundo especificações do equipamento com uma carga de 250 MPa. As curvas dilatométricas foram obtidas em função das variações do comprimento do corpo-de-prova (D_L/L_0) e da taxa de temperatura requerida. Através dos resultados podemos obter o coeficiente de retração do material e as variações dimensionais.



Resultados

Através das análises nas partículas obtidas por liofilização, (a) e (b), percebemos diferentes morfologias nas partículas, enquanto na imagem (a) percebemos uma partícula com um formato mais aciculado, na partícula (b) é percebido um formato poligonal. A imagem (b) apresenta uma partícula menor, em comparação com a imagem (a). As imagens (c) e (d), mostram as partículas obtidas através do método de Pechini a 700°C e 1100°C respectivamente. A imagem (c) mostra uma partícula formada por pequenos e inúmeros grãos, enquanto a imagem (d) mostra uma

Figure 1 - MEV da Alumina por diferentes metodologias e temperaturas: (a) Liofilização - 700°C, (b) Liofilização 1100°C, (c) Pechini - 700°C (d) Pechini - 1100°C, (e) Coprecipitação - 700°C (f) Coprecipitação - 1100°C

partícula homogênea, resultado vindo do processo de sinterização a uma

temperatura mais elevada. Nas imagens (e) e (f), podemos perceber uma maior semelhança entre as partículas calcinadas a diferentes temperaturas. Ambas possuem um formato mais esponjoso ou poroso, com a imagem (f) apresentando uma partícula com um formato menor, e com uma maior presença de grãos.

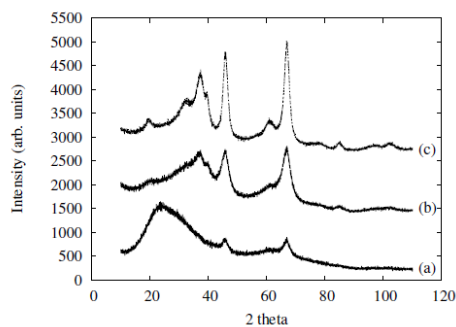


Figure 2 - Difratoograma de Raios-X dos pós calcinados à 700°C - (a)Liofilização, (b)Coopretipitação e (c)Pechini.

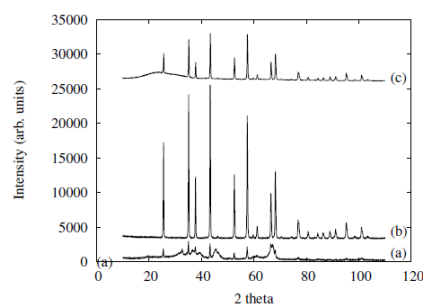


Figure 3 - Difratoograma de Raios-X dos pós calcinados à 1100°C - (a)Liofilização, (b)Coopretipitação e (c)Pechini.

Através dos difratogramas podemos evidenciar que as partículas calcinadas à 700°C apresentam fase gamma, com diferentes graus de cristalinidade. Já as calcinadas a 1100°C, as partículas sintetizadas por liofilização mantêm fase gamma, enquanto pelos outros métodos já estão na fase alfa, com diferentes graus de cristalinidade.

Amostra - Área Superficial Específica	Al ₂ O ₃ - 700°C	Al ₂ O ₃ - 1100°C
Cooprecipitação	10.039 m ² /g	161.284 m ² /g
Liofilização	7.440 m ² /g	71.729 m ² /g
Pechini	180.737 m ² /g	5.569 m ² /g

Figure 3 – Área superficial das partículas

Obtemos através do método de adsorção de nitrogênio alta área superficial na metodologia por Pechini à 700°C e também na metodologia de Cooprecipitação na temperatura de 1100°C.

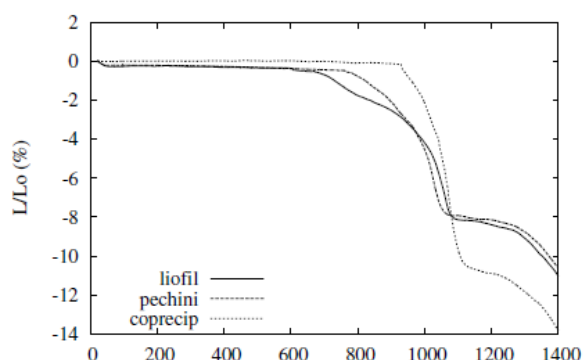


Figura 4 - Dilatometria da Alumina por diferentes metodologias e temperaturas: Liofilização, Pechini, Cooprecipitação.

Através do ensaio de dilatométrica, notamos que a metodologia de liofilização começa a retrair antes, isso devido a um processo de sinterização. A metodologia de cooprecipitação possui uma grande retração a temperatura de 1030°C, ocorrendo de forma mais rápida a sinterização a esta temperatura.

4 CONCLUSÃO

Através dos resultados apresentados, chega-se a conclusão que o óxido de alumínio

apresenta diferentes propriedades dependendo da metodologia e temperatura utilizada. Se está estudando aplicações odontológicas, como refratários e catalíticas do material.

5 REFERÊNCIAS

- [1] ROCO, M. C. *Nanotechnology research directions*. 1999.
- [2] CAVA, S. *Síntese de Pigmentos Nanométricos de Al₂O₃ Dopado com Cobalto e Cromo*. 2006.
- [3] GOUVÊA, R. A., *Obtenção de refratário de espinélio (MgAl₂O₄) 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 Al₂O₃*. 2005