

CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMINA SINTETIZADAS VIA PROCESSO DE COMBUSTÃO

EZEQUIEL GALLIO¹; MÁRIO ANTÔNIO PINTO DA SILVA JÚNIOR²; KELVIN
TECHERA BARBOSA²; ANDREY PEREIRA ACOSTA²; HENRIQUE RÖMER
SCHULZ²; DARCI ALBERTO GATTO³

¹Universidade Federal de Pelotas – egeng.florestal@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – mariosilva.eng@gmail.com; kelvintecherabarbosa@gmail.com;
andreysvp@gmail.com; henriqueschulz09@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – darcigatto@yahoo.com

1. INTRODUÇÃO

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é um material cerâmico que apresenta uma boa estabilidade térmica, e módulo de elasticidade, dureza e resistência elevados, possibilitando que esse material seja aplicado para diversas finalidades, tais como, para biomateriais, microeletrônicos e na produção de compósitos cerâmicos (MATORI et al., 2012; VARGUESE et al., 2014).

Nesse contexto, diversos são os métodos e processos que podem ser empregados visando a síntese desse material. Entretanto, alguns processos demandam de demasiado tempo e recursos empregados, com reagentes e equipamentos, comprometendo a produtividade e a qualidade do material obtido. Sabe-se que o processo de síntese influencia nas propriedades da partícula, podendo restringir sua aplicação (VARGUESE et al., 2014). Assim, a síntese de partículas por combustão torna-se uma alternativa eficaz visando a obtenção de nanopartículas (cristalitos com tamanhos estimados de aproximadamente 50 nm) em um período de tempo curto, necessitando somente de dois reagentes envolvidos no processo, a ureia e o nitrato de alumínio (MEDEIROS et al., 2017).

O óxido de alumínio apresenta-se com diversas fases (θ , γ , δ , α) sendo que a mais estável é a α , também denominada de coríndon (MATORI et al., 2012; MEDEIROS et al., 2017). A temperatura atua diretamente nas modificações das fases do óxido de alumínio, aonde o coríndon é obtido, quando utilizado o nitrato de alumínio como material precursor, em temperaturas superiores à 1000 °C com a glicina, ou, logo após a combustão com a ureia (ZHURAVLEV et al., 2013).

Assim, o objetivo deste trabalho foi caracterizar as partículas de óxido de alumínio sintetizadas por processo de combustão e calcinadas à 900 °C, a partir do uso da ureia e do nitrato de alumínio nonahidratado como reagentes precursores.

2. METODOLOGIA

Para a obtenção das partículas de óxido de alumínio por processo de síntese por processo de combustão utilizou-se a ureia – $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ e o nitrato de alumínio nonahidratado – $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ como reagentes precursores. A quantidade dos componentes foi determinada por meio do balanço estequiométrico, considerando que as valências das reações de oxidação/redução dos componentes fossem iguais a zero, baseado na química dos propelentes (RINGUEDÉ et al., 2001).

A mistura (razão molar ureia:nitrato de 2,5:1) foi encaminhada à um forno mufla (ajustado à uma temperatura de 500 °C), aonde a reação de combustão ocorreu após aproximadamente 5 minutos. O material, de aparência porosa e esbranquiçada, foi

desestruturado com o auxílio de almofariz e pistilo, e peneirado em uma peneira com malha 325 *mesh*. O pó de partida então passou por processo de calcinação à 900 °C durante 2 horas, visando eliminação de impurezas.

As partículas foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), em um difratômetro Bruker, modelo D8 Advance, adotando-se os seguintes parâmetros de análise: tubo de cobre (Cu), comprimento de onda (λ) de 1,5418 Å, tensão e corrente de 40 kV e 40 mA, respectivamente, intervalo de varredura de 10 à 90° (2 θ) com um passo de 0,05° e acumulação de 1s/ponto. Com o uso da equação de *Debye-Scherrer* (Equação 1), considerando os sete picos mais intensos, determinou-se o tamanho do cristalito, em que Tc é o tamanho médio do cristalito (nm), k é a constante relacionada a forma das partículas (k = 0,91), β é a largura na metade do respectivo pico de difração (radianos), λ é o comprimento de onda da radiação eletromagnética (nm) e θ é o ângulo de difração (radianos).

$$T_c = \frac{k * \lambda}{\beta * \cos \theta} \quad \text{Eq. 1}$$

A estabilidade térmica das partículas foi analisada por termogravimetria (TG) em um equipamento Shimadzu, modelo DTG-60. A perda de massa em função do aumento da temperatura foi verificada num intervalo compreendido entre 30 °C até 1000 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C/minuto, em atmosfera inerte e fluxo de gás nitrogênio. Os grupamentos funcionais das partículas foram avaliados por meio de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Para tanto, utilizou-se um espectrômetro Jasco FT/IR-4000, equipado com dispositivo de refletância total atenuada (ATR). No modo transmitância, realizaram-se varreduras na região do infravermelho compreendida entre 4000 à 600 cm⁻¹ (4 cm⁻¹ de resolução).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As partículas obtidas via reação de combustão da ureia e nitrato de alumínio nonahidratado são de óxido de alumínio, em sua fase mais estável, denominada de α -Al₂O₃ (Figura 1).

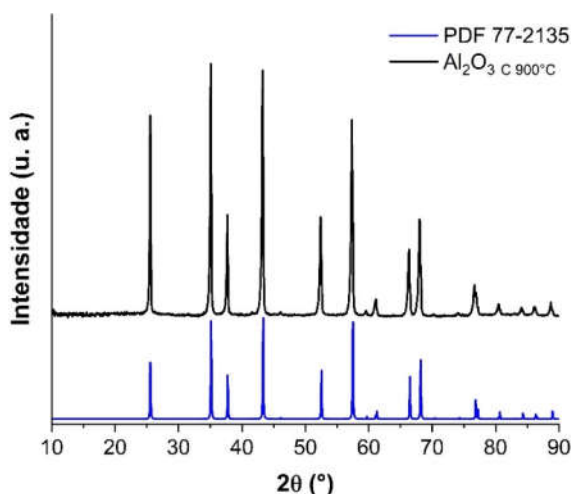


Figura 1 – Padrões de difração do óxido de alumínio (Al₂O₃) sintetizado via processo de combustão e calcinado à 900 °C.

Tal fato é comprovado pelas posições dos picos localizarem-se em ângulos 2 θ semelhantes aos do arquivo CIF (ficha cristalográfica) código 60419 – PDF 77-2135, da base de dados do *Inorganic Crystal Structure Database* – ICSD. Isso confirma que trata-se de um material constituído pela fase α -Al₂O₃ (denominada de coríndon) e estrutura romboédrica.

A obtenção da α -Al₂O₃ na síntese por combustão pode ser explicada pela temperatura resultante da autoignição do material precursor atingir temperaturas superiores aos 1000 °C, permitindo a obtenção dessa fase durante o processo de síntese em temperaturas inferiores (ZHURAVLEV et al., 2013; MEDEIROS et al., 2017). As partículas sintetizadas e posteriormente calcinadas à 900 °C apresentaram um tamanho médio de cristalito estimado de 38,6 nm, semelhante aos obtidos por MANYASREE et al. (2018) e MURALI et al. (2017), os quais estimaram tamanhos de cristalitos aproximados de 40 nm e 35 nm, respectivamente.

O processo de perda de massa das partículas de óxido de alumínio em função do aumento da temperatura iniciou em aproximadamente 453 °C (Figura 2 – A). Ao final do processo, a perda de massa total foi de 2,3%, comprovando que trata-se de um material com elevada estabilidade térmica, assim como o obtido por ZHURAVLEV et al., 2013, os quais testando diferentes concentrações de ureia observaram que as partículas de Al₂O₃ apresentaram perdas de massa que variaram de 2,6% à 6,3%.

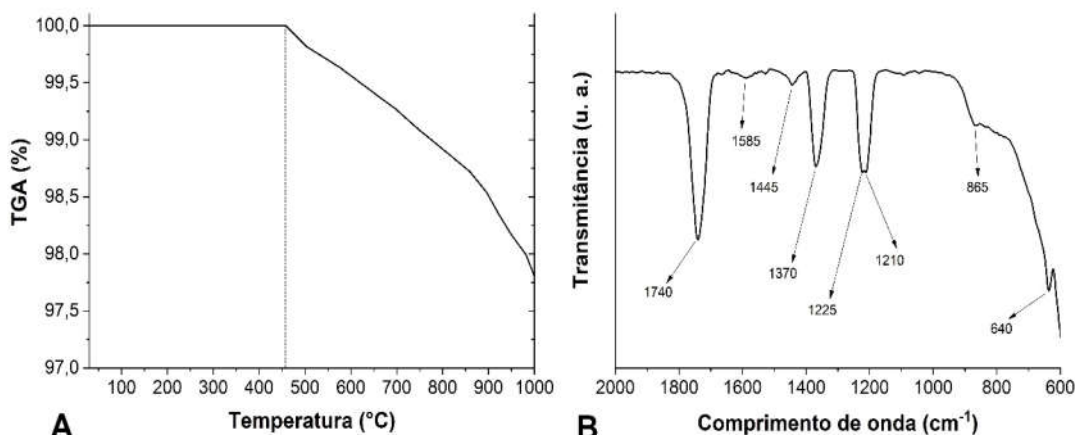


Figura 2 – Curva TGA (A) e espectro FTIR (B) do óxido de alumínio (Al₂O₃) sintetizado via processo de combustão e calcinado à 900 °C.

Os principais grupamentos funcionais, analisados por espectroscopia no infravermelho (Figura 2 – B), que caracterizam o óxido de alumínio encontram-se nas bandas de 1585 cm⁻¹, 1445 cm⁻¹, 1370 cm⁻¹, 865 cm⁻¹ e 640 cm⁻¹, estando as mesmas relacionadas às vibrações das ligações Al–O e Al=O (YANG et al., 2010; VARGHESE et al., 2014; MANYASREE et al., 2018). Os demais picos estão relacionados a umidade ou impurezas resultantes da combustão incompleta do material precursor ou do ambiente.

4. CONCLUSÕES

A síntese por combustão demonstrou ser um processo eficiente visando a obtenção de partículas de óxido de alumínio. Por meio dessa reação, e uso de ureia e nitrato de alumínio como precursores, e posterior calcinação do pó de partida à 900

°C, obtiveram-se partículas em sua fase mais estável, com tamanho médio estimado do cristalito de 38,58 nm. As partículas apresentaram elevada estabilidade térmica, corroborada pela baixa taxa de perda de massa (2,3%), possuindo grupamentos funcionais que caracterizam o óxido de alumínio.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MANYASREE, D.; KIRANMAYI, P.; RAVI KUMAR, R.V.S.S.N. Synthesis, characterization and antibacterial activity of aluminium oxide nanoparticles. **International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences**, v. 10, n. 1, p. 32-35, 2018.

MATORI, K.A.; WAH, L.C.; HASHIM, M.; ISMAIL, I.; ZAID, M.H.M. Phase transformations of α -alumina made from waste aluminum via a precipitation technique. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 13, p. 16812-16821, 2012.

MEDEIROS, R.L.B.A.; OLIVEIRA, A.A.S.; MELO, V.R.M.; MACEDO, H.P.; CARVALHO, A.F.M.; MELO, D.M.A.; MEL, M.A.F. Estudo da influência da razão combustível/oxidante e da potência do micro-ondas na formação da α -Al₂O₃ via reação de combustão. **Cerâmica**, v. 63, p. 272-280, 2017.

MURALI, M.; SUGANTHI, P.; ATHIF, P.; BUKHARI, A.S.; MOHAMED, H.E.S.; BASU, H.; SINGHAL, R.K. Histological alterations in the hepatic tissues of Al₂O₃ nanoparticles exposed freshwater fish *Oreochromis mossambicus*. **Journal of Trace Elements in Medicine and Biology**, v. 44, p. 125-131, 2017.

RINGUEDÉ, A.; LABRINCHA, J.A.; FRADE, J.R. A combustion synthesis method to obtain alternative cermet materials for SOFC anodes. **Solid State Ionics**, v. 141-142, p. 549-557, 2001.

VARGHESE, N.; HARIHARAN, M.; CHERIAN, A.B.; SREENIVASAN, P.V.; PAUL, J.; ASMY ANTONY. K.A. PVA-assisted synthesis and characterization of nano α -alumina. **International Journal of Scientific and Research Publications**, v. 4, n. 10, 5 p., 2014.

YANG, H.; LIU, M.; OUYANG, J. Novel synthesis and characterization of nanosized γ -Al₂O₃ from kaolin. **Applied Clay Science**, v. 47, p. 438-443, 2010.

ZHURAVLEV, V.D.; BAMBUROV, V.G.; BEKETOV, A.R.; PERELYAEVA, L.A.; BAKLANOVA, I.V.; SIVTSOVA, O.V.; VASIL'EV, V.G.; VLADIMIROVA, E.V.; SHEVCHENKO, V.G.; GRIGOROV, I.G. Solution combustion synthesis of α -Al₂O₃ using urea. **Ceramics International**, v. 39, p. 1379-1384, 2013.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-Sul) da Universidade Federal de Rio Grande (FURG) pela disponibilidade e realização da análise de difração de raios X. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.