

# TRATAMENTOS TÉRMICOS POR MICROONDAS PARA A OBTENÇÃO DE NANOPÓS DE ALUMINA

**Silvelene A. Silva<sup>a</sup>, Maria do Carmo Andrade Nono<sup>b</sup> e Sérgio L. Mineiro**

Instituto de Pesquisas Espaciais – INPE, Laboratório Associado de Materiais e Sensores – LAS  
Avenida dos Astronautas, 1758, 12245-970, São José dos Campos, SP, Brasil

<sup>a</sup>silvelene@las.inpe.br, <sup>b</sup>maria@las.inpe.br

**Resumo:** Pós preparados por síntese sol-gel são constituídos por aglomerados e/ou agregados de nanopartículas. Diversas técnicas têm sido investigadas para controlar o estado de agregação das nanopartículas de aluminas hidratadas e um dos procedimentos utilizados é a extração líquido-líquido. Neste trabalho, investigaram-se algumas condições para manter o estado de aglomeração em aluminas hidratadas utilizando a extração líquido-líquido com álcool etílico. A secagem do material foi realizada em vácuo na temperatura ambiente. Foi realizada uma investigação da temperatura de calcinação em tratamentos térmicos em forno convencional e de microondas, e a caracterização foi feita por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e área superficial específica (BET). Os resultados mostraram que o método de secagem utilizado mantém o pó com área específica alta. Comparando os tratamentos térmicos, aqueles realizados em forno de microondas indicaram uma tendência à manutenção dos aglomerados presentes nos pós.

**Palavras-chaves:** sol-gel, síntese química, alumina hidratada, tratamentos térmicos, microondas, nanopartículas

## 1 Introdução

### Processamento por microondas

Microondas é o nome dado a radiação eletromagnética com comprimento de onda entre 1 m a 1 mm e uma frequência na faixa de 300 a 300.000 MHz. No entanto, estas frequências são restritas e tem sido alocadas para a área industrial, científica e médica, a mais utilizada é a de 2,45 GHz que é a utilizada nos fornos de microondas doméstico (Clark and Sutton, 1996).

O processamento de materiais cerâmicos baseado no aquecimento por microondas tem se tornado muito importante em várias aplicações industriais, devido às grandes vantagens quando comparado ao método convencional de aquecimento (Binner,1990). No processamento de materiais cerâmicos, o uso do forno de microondas tem sido utilizado para: síntese, secagem, calcinação e sinterização, oferecendo vantagens como redução de energia, tempo de processamento e homogeneidade da microestrutura dos corpos cerâmicos (Menezes e Kiminami, 2007).

### Interação entre microondas e o material

No forno de microondas o aquecimento é volumétrico, pois as microondas interagem com o material dielétrico, onde parte da energia é transmitida, parte é refletida e parte é absorvida pelo material e o aquecimento ocorre pela fricção molecular dos dipolos do material. Esta tensão mecânica se manifesta em forma de aquecimento dentro do material (Katz, 1992).

Muitas cerâmicas são essencialmente transparentes às microondas em temperaturas baixas. No caso do tratamento térmico de calcinação é necessário a utilização de um aquecimento híbrido, que faz o uso de um suscepter de carbeto de silício (SiC) (Menezes e Kiminami, 2007), pois este material absorve a energia de microondas e transfere esse aquecimento para o material, até que esse material se torne absorvedor da radiação de microondas (Sutton, 1989). O crescimento do estudo em nanotecnologia tem tornado evidente a necessidade de buscar métodos novos de tratamentos térmicos que mantenham a integridade das nanopartículas (no caso dos pós) e da microestrutura (no caso das cerâmicas sinterizadas) (Nono, 2006). A pesquisa e o desenvolvimento de pós de alumina nanoparticulados são motivados pelo mercado crescente do uso de cerâmicas nanoestruturadas e nanoporosas, onde o maior desafio é minimizar a agregação das nanopartículas na etapa de calcinação (Nono, 2006, Krell, 1999). A presença de agregados nos pós que dificulta a sua dispersão (Krell, 1999).

## 2 Procedimento experimental

### Forno de microondas doméstico modificado

O equipamento é um forno de microondas doméstico com algumas modificações incorporadas como: i) o controle interno do microondas que foi substituído por um controle externo, composto por sensor de temperatura, rampa de

aquecimento e temporizador, ii) a temperatura é monitorada via termopar, iii) o porta amostra é constituído de alumina e o elemento absorvedor de microondas o susceptor é colocado em ambas as faces da amostra (Figura 1).

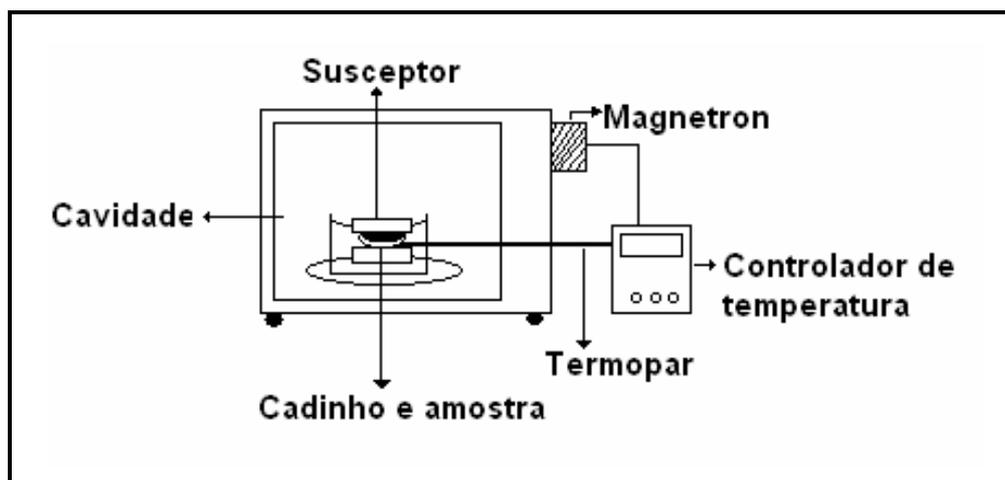


Figura1 - Representação esquemática do forno de microondas doméstico modificado do LAS-INPE.

### Síntese química para obtenção do pó

Os pós nanoparticulados de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) foram obtidos pela calcinação da alumina hidratada ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ). A alumina hidratada, com tamanhos de partículas na escala nanométrica, foi produzida pela técnica de precipitação sol-gel a partir de solução aquosa de nitrato de alumínio hidratado [ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ] com hidróxido de amônio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). A extração líquido-líquido da água pelo álcool etílico, foi utilizada para minimizar a formação de agregados pela solvatação das nanopartículas com o álcool. A escolha do nitrato de alumínio foi baseada no fato de ser solúvel no álcool etílico, minimizando concentração de água na reação e dificultando a agregação das nanopartículas.

### Secagem e calcinação dos pós

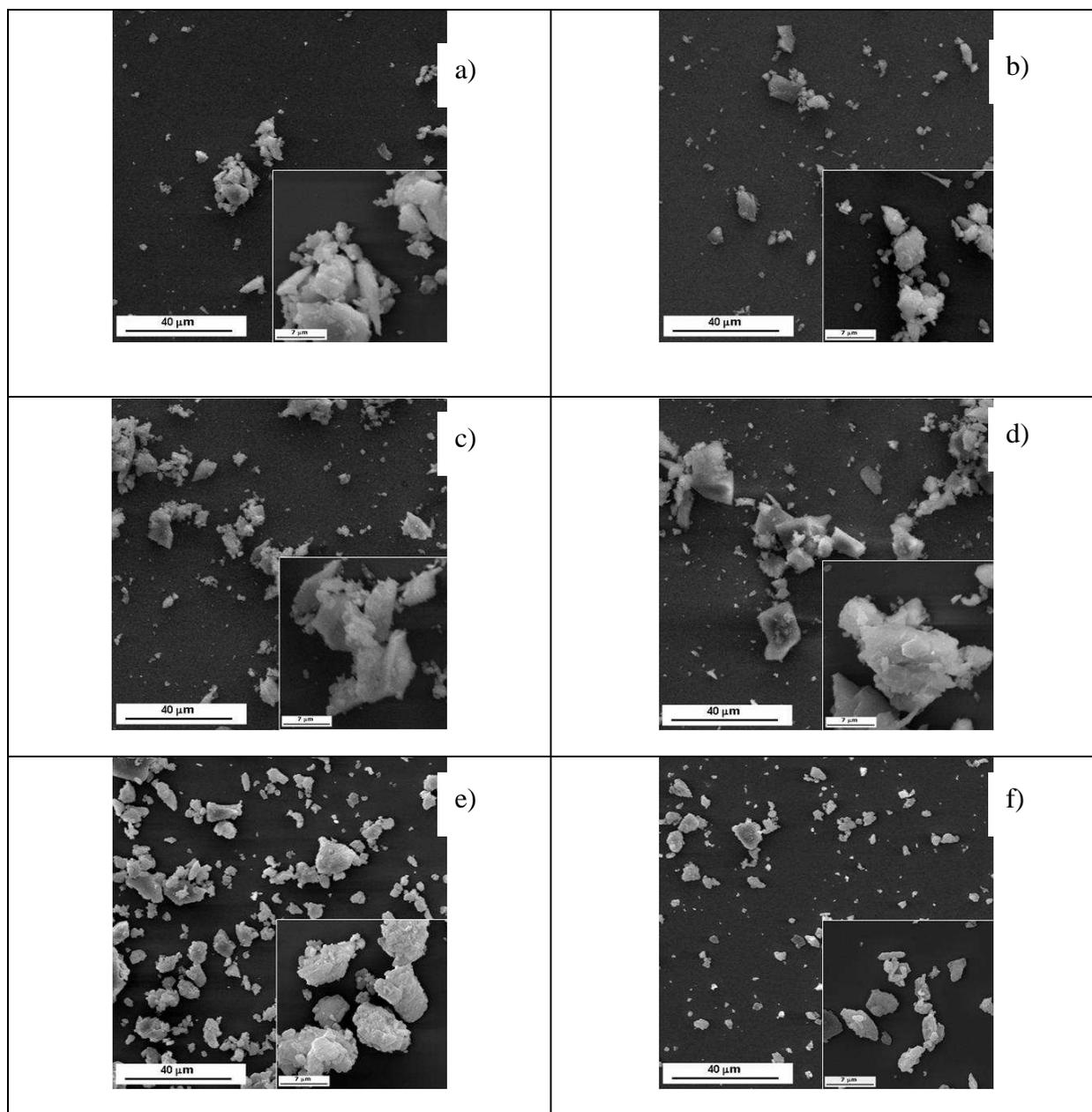
A secagem do pó foi feita em vácuo (10-3 Tor) na temperatura ambiente para minimizar a agregação das nanopartículas no pó seco. O tratamento térmico para a retirada de água adsorvida e estrutural foi realizado em 2 condições, para a comparação dos resultados: i) forno convencional tipo mufla com temperatura máxima de calcinação de 400 °C e ii) forno de microondas doméstico modificado com controle de aquecimento, no qual as temperaturas usadas foram 250, 300, 350 e 400 °C. O tempo de calcinação adotado foi de 15 min. nos dois métodos de tratamento térmico.

Os pós obtidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X e pela técnica de absorção superficial de  $\text{N}_2$  (BET).

### 3 Discussões e resultados

Na Figura 2, as imagens obtidas por MEV mostram que o pó de alumina hidratada resultante da síntese sol-gel são formados por aglomerados. Os tratamentos térmicos em forno de microondas nas temperaturas de 250, 300, 350 e 400 °C resultou em pós com melhores características morfológicas do que aquele tratado em forno convencional em 400 °C. Na Figura 3 são mostrados os difratogramas de raios X do pó de alumina hidratada e dos pós tratados em forno de microondas em 250, 300, 350 e 400 °C e o tratado em forno convencional em 400°C. Os tempos utilizados para cada um destes tratamentos térmicos foi de 15 minutos.

As análises indicam que é possível identificar a presença apenas da fase cristalina de  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (gibbsite) no pó tratado em forno convencional, ou seja, a temperatura não foi suficiente para desidratar o material para se obter  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . No entanto, nos pós submetidos aos tratamentos térmicos em forno de microondas é possível identificar as presenças das fases cristalinas  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (pseudo boemita) para amostra tratada em 250 °C. Os pós tratados em 300, 350 e 400 °C apresentam as fases cristalinas  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (baierita) e  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Não foi identificada a formação de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Deve-se considerar que como os picos são largos, a presença de outras fases cristalinas no material é difícil de ser identificada, devido às possíveis sobreposições dos picos de difração e/ou a pequenas quantidades. Foi observado, no entanto, que a temperatura de tratamento térmico promove a diminuição da quantidade de água estrutural no material.



**Figura 2 – Imagens obtidas por MEV: (a) pó de alumina hidratada e (b,c,d,e) pós submetidos aos tratamentos térmicos em 250, 300, 350, 400°C em forno de microondas, respectivamente e (f) pó calcinado em 400°C em forno convencional.**

Os valores de área superficial específica mostrados na Tabela 1 indicam que os pós obtidos neste trabalho são compostos por aglomerados de partículas. A técnica de B.E.T. avalia apenas as superfícies comunicantes com a superfície do aglomerado ou do agregado, ou seja, as superfícies dos poros abertos intercomunicantes, que são características de aglomerados de partículas do pó. Os valores altos de superfície específica indicam que os pós são formados predominantemente por aglomerados de nanopartículas. Pode ser observada, uma tendência à diminuição dos valores de superfície específica com o aumento das temperaturas de tratamento térmico por microondas, que foram associados à formação de agregados de nanopartículas nos pós. O pó tratado em forno convencional apresenta o menor

valor de superfície específica, o que indica a presença de um maior número de agregados de nanopartículas, quando comparado aos pós tratados em forno de microondas.

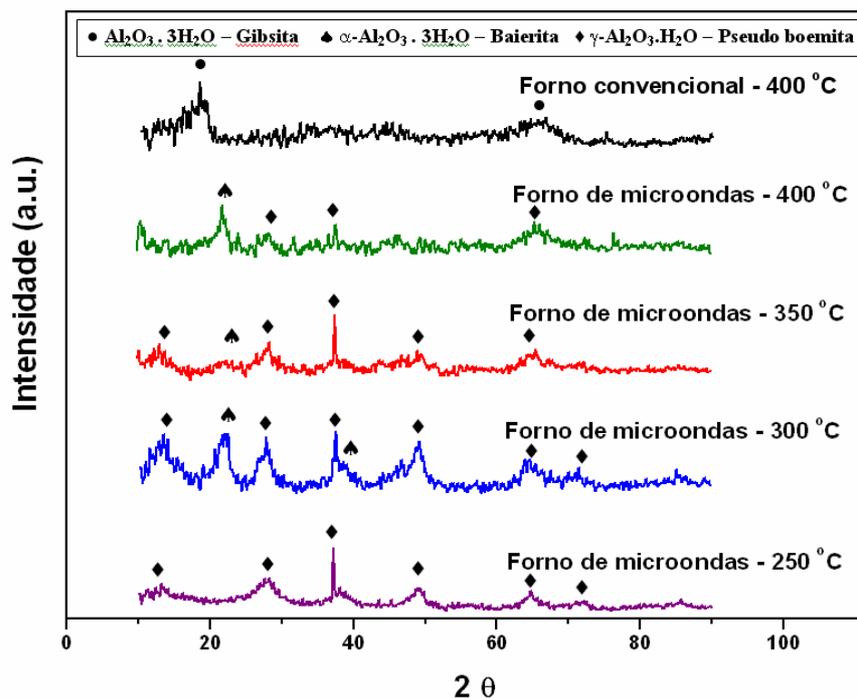


Figura 3 – Difratomogramas de raios X dos pós de alumina hidratada submetidos aos tratamentos térmicos em forno convencional e de microondas, por 15 minutos.

Tabela 1 - Valores de área superficial dos pós de alumina hidratada, após tratamentos térmicos em várias temperaturas e condições de aquecimento, com duração de 15 minutos.

Tratamento térmico	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)
Forno de microondas - 400 °C	311
Forno de microondas - 350 °C	307
Forno de microondas - 300 °C	321
Forno de microondas - 250 °C	323
Forno convencional - 400 °C	262

#### 4 Conclusão

Os resultados obtidos por difração de raios X (alargamento dos picos) e pelos valores altos de superfície específica indicam que os pós tratados por microondas são nanoparticulados. As comparações destes resultados com as imagens dos pós obtidas por microscopia eletrônica de varredura indicam que os pós de alumina hidratada tratados por microondas mostraram a tendência manter os aglomerados de nanopartículas. Desta forma, as microondas mostraram serem eficientes para o uso em tratamentos térmicos de nanopós, preservando as características das nanopartículas.

#### Agradecimentos

Agradecemos ao CAPES pelo apoio financeiro.

### **Referências bibliográficas**

- CLARK, D. E.; SUTTON, W. H. Microwave processing of materials. *Rev. Mat. Sci*, v. 26, p. 299–331, 1996.
- KATZ, J. D. Microwave Sintering of Ceramics. *Annu. Rev Mater. Sci*, v.. 22, p. 153–170, 1992.
- NONO, M. C. A. Compaction behavior study of powder composed by nanoparticles agglomerates and aggregates. *Mat. Sci.*, v. 530, p. 461-466, 2006.
- KRELL, M.; MA, H. Nanocorundum – Advanced synthesis and processing *NanoStructured Materials*, v. 11 , n. 8, p. 1141-1153, 1999.
- MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects. *Cerâmica*, v. 53, p. 1-10, 2007.
- MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; KIMINAMI, R. H. G. A. Microwave sintering of ceramics. Part III: Sintering of zirconia, mullite and alumina. *Cerâmica*, v. 53, p. 218-226, 2007.
- SUTTON, W. H. Microwave processing of ceramic materials. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, v. 68, n. 2, p. 376-386, 1989.