

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ALUMINOSSILICATO OBTIDO ATRAVÉS DO MÉTODO DOS PRECURSORES POLIMÉRICOS UTILIZANDO GLICERINA COMO POLIÁLCOOL

CAROLINA ELICKER¹; SUELEN RODRIGUES ALMEIDA¹, BRUNO MÜLLER VIEIRA¹, FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA²; CLAUDIO MARTIN PEREIRA DE PEREIRA³; SERGIO DA SILVA CAVA¹

¹ Universidade Federal de Pelotas, CDTec, Pelotas, RS, Brasil - carolinaelicker@yahoo.com.br; suelen.rs@hotmail.com; bruno.prppg@hotmail.com; mlucio3001@gmail.com; sergiocava@gmail.com

² Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil – faili.cintia@gmail.com

³ Universidade Federal de Pelotas, CCQFA, Pelotas, RS, Brasil – claudiochemistry@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Aluminossilicatos ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) são compostos utilizados para uma vasta gama de aplicações industriais. Algumas das propriedades mais interessantes destes compostos combinam baixa densidade, alta estabilidade térmica e química, baixa condutividade térmica e boa resistência mecânica (BRUNAUER, 2001). Desta forma, estes materiais cerâmicos além de serem empregados em usos tradicionais, como o tratamento térmico, vem sendo também utilizados para engenharia aeroespacial e na indústria eletrônica, como substratos de circuitos integrados (SOARES, 2007), dentre outras.

Dentre os métodos de síntese química utilizados para preparação de nanopartículas cerâmicas, o método dos precursores poliméricos, também conhecido como método de Pechini, tem se destacado como uma rota alternativa e promissora, sendo considerado um dos mais viáveis e bem sucedidos métodos de obtenção de materiais em escala manométrica (LENA et al., 2008). O procedimento básico desta metodologia consiste da preparação de uma resina polimérica do tipo poliéster, obtida através de íons metálicos, ácido policarboxílico (usualmente ácido cítrico) e poliálcool (usualmente etilenoglicol). Esta resina posteriormente é calcinada, para eliminação total de água e do material orgânico, resultado num óxido (GALVÃO, 2010). Dentre suas vantagens, pode-se citar simplicidade, boa homogeneidade composicional, alto controle estequiométrico em nível molecular, alta pureza e alta estabilidade durante a estocagem (CAVA, 2003).

Um poliálcool alternativo ao etilenoglicol que pode ser empregado no método dos precursores poliméricos, em função de sua similaridade química, é a glicerina. Atualmente no Brasil são produzidos 300 mil toneladas de glicerina como subproduto da produção de biodiesel, quantidade muito maior que as indústrias cosmética, farmacêutica, de alimentos e química tradicionalmente utilizam (ALBARELLI, SANTOS e HOLANDA, 2011; PAGLIARO e ROSSI, 2008; WANG et al., 2001). Desta forma, tem-se na glicerina uma matéria-prima abundante e de baixo custo, cujo potencial para o desenvolvimento de novos produtos e processos com maior valor agregado é significativo. A utilização de glicerol como poliálcool alternativo ao etilenoglicol na obtenção de compostos nanoestruturados é uma alternativa real e promissora, que necessita de estudos acerca da sua aplicabilidade e rentabilidade.

2. METODOLOGIA

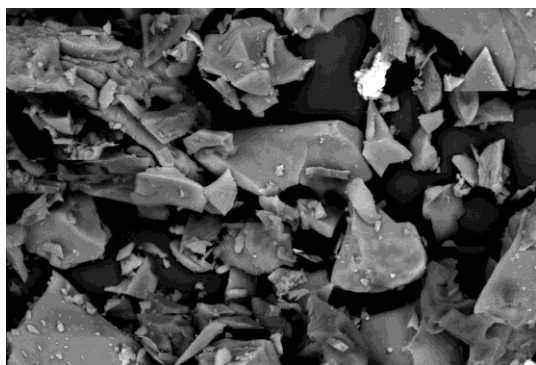
Neste trabalho, aluminossilicato foi preparado a partir de uma solução de ácido cítrico/íons metálicos na proporção molar 3:1, e colocado em um béquer com adição de álcool etílico, sob agitação constante, com auxílio de placa aquecedora com agitação magnética, em uma temperatura compreendida entre 70 e 85°C durante 20 minutos. Após a solução ficar homogênea, foi adicionado etilenoglicol (experimento controle) ou glicerina em uma razão de 40% (em massa) com relação a massa de ácido cítrico, permanecendo sob agitação e aquecimento constantes até completa formação da resina polimérica. A resina resultante foi calcinada em forno tipo mufla a uma temperatura de 400°C durante 3 horas, com uma taxa de aquecimento de 0,5°C/min, para eliminação da matéria orgânica. O material resultante foi desagregado com auxílio de almofariz, formando um pó de partida com baixa granulometria. O pó de partida foi sinterizado em forno tipo mufla a uma temperatura de 1200°C durante 2 horas, com uma taxa de aquecimento de 0,5°C/min.

O pó de aluminossilicato foi, então, caracterizado por Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopia de Raios-X por dispersão de energia (EDX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

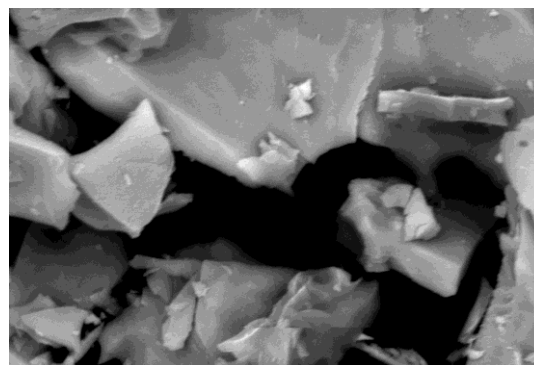
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise de Difração de Raios-X (DRX), cuja finalidade é acompanhar a formação e a identificação das fases cristalinas, foi feita no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), e não foi enviada em tempo hábil para inclusão neste resumo. Contudo, a análise de EDX determinou composição química das amostras, revelando composição de 51.527% de SiO₂ e 48.326% de Al₂O₃ utilizando-se etilenoglicol e 51.358% de SiO₂ e 48.579% de Al₂O₃ empregando glicerina. Desta forma, se pode confirmar a presença dos óxidos componentes do aluminossilicato, Al₂O₃ e SiO₂. Detectou-se, ainda traços não significativos de ZnO, K₂O e CuO, provavelmente oriundos das etapas de queima e análise.

As micrografias de microscopia eletrônica de varredura (MEV) estão ilustradas na Figura 1. A amostra sintetizada a partir do etilenoglicol apresenta agregados densos e frágeis na forma de lâminas finas, já a amostra sintetizada a partir da glicerina é composta de agregados de grãos menores, no formato de partículas de poliedros irregulares.



a.1



a.2

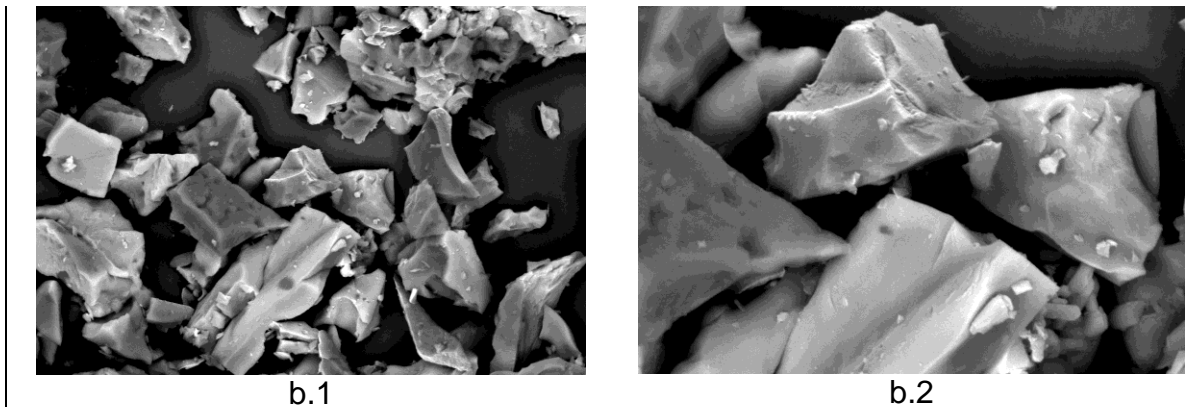


Figura 1 – Microgramas de MEV das amostras de aluminossilicatos sintetizadas com (a) etilenoglicol e (b) glicerina. As imagens a.1 e b.1 correspondem a ampliações 1000x e as imagens a.2 e b.2 a ampliações 5000x.

4. CONCLUSÕES

A análise dos resultados permitiu concluir que é possível substituir o etilenoglicol por glicerina na síntese de nanopartículas de aluminossilicato pelo método dos precursores poliméricos, uma vez que a composição química e morfologia não apresentaram diferenças significativas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBARELLI, J. Q.; SANTOS, D. T.; HOLANDA, M. R. Energetic and economic evaluation of waste glycerol cogeneration in Brazil. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 28, n. 4, p. 691-698, 2011.

BRUNAUER, G.; FREY, F.; BOYSEN, H.; SCHNEIDER. High temperature thermal expansion of mullite: an in situ neutron diffraction study up to 1600°C. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 21, p. 2563-2567, 2001.

CAVA, S. S. **Síntese de pigmentos nanométricos de Al₂O₃ dopado com cobalto e cromo**. 2003, 101f. Tese (Doutorado em Ciências – Área de concentração: Química). Pós Graduação em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.

GALVÃO, S. B. **Obtenção de nanopartículas de hexaferrita de bário pelo método Pechini**. 2010. 98f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

LENA, E.; SOCHODOLAK, P. V.; CÓTICA, L. F.; FREITAS, V. F.; MIYAHARA, R. Y. Structural and Microstructural Properties of BiFeO₃ Thin Films. In: **VII Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais - SBPMat**. Guarujá - SP, 2008.

PAGLIARO, M.; ROSSI, M. **Future of Glycerol - New usages for a versatile raw material**. Cambridge: RSC Publishing, 2008.

SOARES, R. M. **Cerâmica de mulita obtida do topázio, fabricação por sinterização microestrutural, elétrica e mecânica.** 2007. 137 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais). Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, Rede Temática em Engenharia de Materiais (UFOP, CETEC, UEMG), Ouro Preto.

WANG, Z. X.; ZHUGE, J.; FANG, H.; PRIOR, B. A. Glycerol production by microbial fermentation: A review. **Biotechnology Advances**, v. 19, n. 3, p. 201-223, 2001.