

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ALUMINATO DE CÁLCIO SINTETIZADO ATRAVÉS DO MÉTODO DOS PRECURSORES POLIMÉRICOS

MARIANA XIMENA TEIXEIRA REYES¹; CAROLINA ELICKER¹; FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA²; MARIO LUCIO MOREIRA¹; SERGIO DA SILVA CAVA¹.

¹Universidade Federal de Pelotas, CDTec, Pelotas, RS, Brasil –
mariana.ximena.engmat@gmail.com; carolinaelicker@yahoo.com.br; mlucio3001@gmail.com;
sergiocava@gmail.com

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

1. INTRODUÇÃO

Aluminato de Cálcio (CAs) é um material com utilização em larga escala. Atuais pesquisas com CAs tem sido feitas principalmente nas áreas de aplicações médicas como a endodontia, como cerâmicas avançadas em eletrólitos para células a combustível, na área de construção civil como cimentos e também na área dos refratários.

Andrade, Santos e Oliveira (2010) obtiveram CA através da fusão dos elementos de Al₂O₃ (óxido de alumínio) e CaCO₃ (carbonato de cálcio) atingindo a fase e a obtenção dos CAs em temperaturas a partir de 1200°C. Outra metodologia amplamente utilizada é a dos precursores poliméricos, também conhecida como Pechini. 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).

O biodiesel é um excelente substituto para o combustível diesel convencional, pois é um dos biocombustíveis com as características mais compatíveis com o combustível fóssil (óleo diesel), com a vantagem de ser renovável, não tóxico e biodegradável (DAROCH, GENG e WANG, 2013; SUGANYA e RENGANATHAN, 2012).

Um óleo vegetal é formado por três moléculas de ácidos graxos ligados a uma molécula de glicerina. Para a obtenção do biodiesel faz-se a transesterificação, que é o processo de separação da molécula de glicerina das outras moléculas do óleo vegetal, onde a glicerina será, então, um subproduto do processo de produção do biodiesel (BARROS E JARDINE, 2014; BIODIESELBR, 2014).

Com a necessidade de utilizar recursos renováveis, dando uma destinação ou reutilizando materiais ou resíduos, a proposta do presente projeto tem por objetivo a obtenção de aluminato de cálcio através da metodologia Pechini, utilizando glicerina como poliálcool alternativo ao etilenoglicol.

2. METODOLOGIA

Neste trabalho, aluminato de cálcio 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°/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°/min.

O pó de aluminato de cálcio 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 difratometria de Raios-X pode ser vista na Figura 1. Foi possível identificar as fases do Aluminato de Cálcio presentes nos pós sintetizados utilizando glicerina e etilenoglicol como poliálcool. Os difratogramas de raios-X de ambas as amostras apresentaram predominância de picos característicos da fase cristalina aluminato de cálcio/mayenita ($\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$), indexados pela ficha 9-413, e presença de uma fase secundária de aluminato de cálcio ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$), geometria cúbica, indexados pela ficha 38-429. Ainda, no difratograma da síntese em presença de glicerina, identificou-se picos de aluminato de cálcio $(\text{CaO})_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{11}$, geometria hexagonal, indexados pela ficha 41-358.

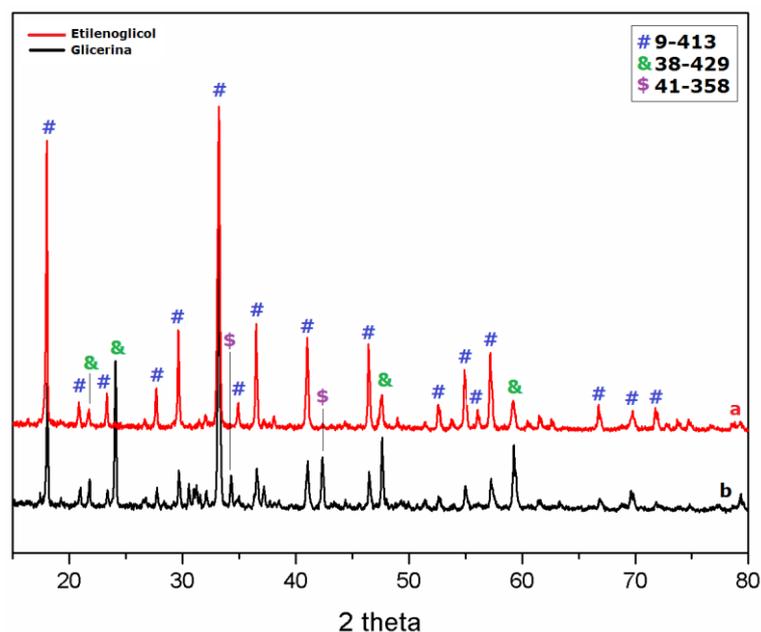


Figura 1 – Difratogramas de Raios-X das amostras de aluminato de cálcio sintetizados com (a) etilenoglicol e (b) glicerina.

A análise de EDX determinou composição de 64,652% de CaO e 34,611% de Al_2O_3 utilizando-se etilenoglicol e 66,253% de CaO e 33,539% de Al_2O_3 empregando glicerina. Detectou-se, ainda traços não significativos de Cl, ZnO, Fe_2O_3 , SrO, Ag_2O , Co_2O_3 e ZrO_3 provavelmente oriundos das etapas de queima e análise.

As micrografias de microscopia eletrônica de varredura estão apresentadas na Figura 2. As imagens de ambas as amostras mostraram que, estruturalmente,

o aluminato de cálcio obtido é constituído de grandes agregados de pequenas partículas não uniformes, contudo, observou-se menor porosidade na formação de agregados da amostra obtida a partir do etilenoglicol.

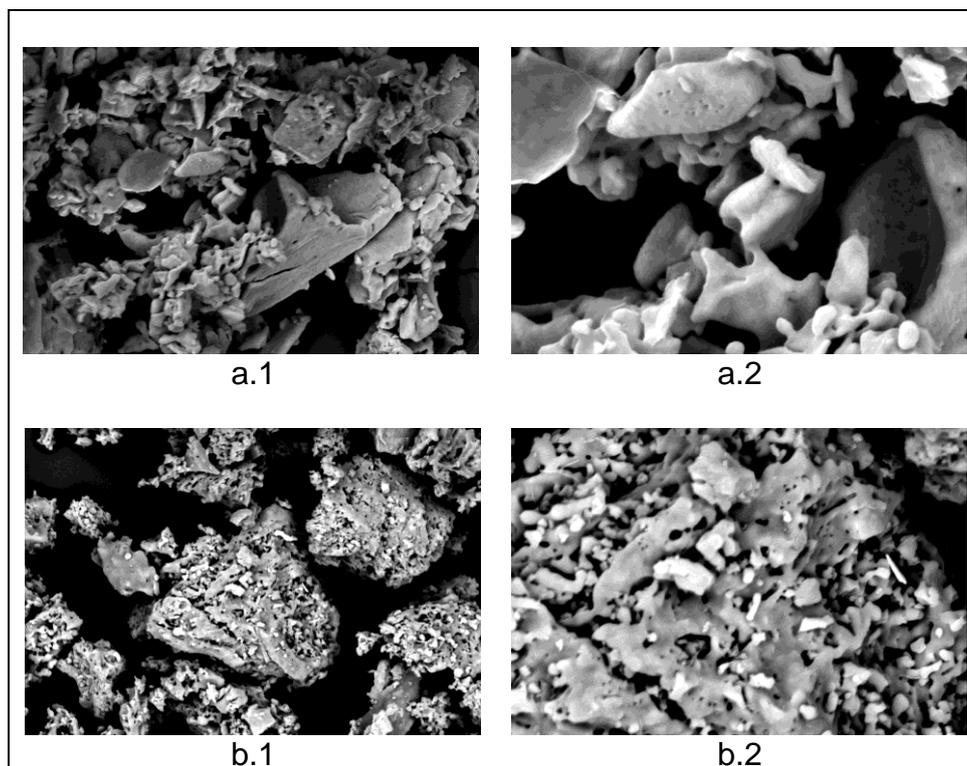


Figura 2 – Microgramas de MEV das amostras de aluminato de cálcio sintetizadas com (a) etilenoglicol e (b) glicerina. As imagens a.1 e b.1 correspondem a ampliações 1000x e as imagens a.2 e b.2 a ampliações 5000x.

4. CONCLUSÃO

A análise dos resultados permitiu concluir que é possível obter o material desejado através da glicerina, que, todavia, pode ser proveniente da produção de biodiesel, aumentando o valor agregado deste subproduto e tornando a cadeia produtiva do biodiesel e da síntese de nanopartículas mais sustentáveis. A substituição do poliálcool usualmente utilizado (etilenoglicol) por glicerina pode ser realizada uma vez que a composição química e morfológica das nanopartículas sintetizadas não apresentou diferenças significativas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BIODIESELBR. **Transesterificação: Detalhes sobre as etapas de produção do biodiesel.** Acessado em 21 jul 2014. Online. Disponível em: <http://www.biodieselbr.com/biodiesel/processo-producao/transesterificacao.htm>

BARROS, T. D., JARDINE, G. J. **Transesterificação.** Acessado em 21 jul 2014. Online. Disponível em: <http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/agroenergia/arvore/CONT000fj0847od02wyiv802hvm3juldruvi.html>

ANDRADE, T. L. de., SANTOS, G. L. dos., OLIVEIRA, I. R. de. Síntese e caracterização de fases de cimento de aluminato de cálcio. 2010. In: **XIV Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e X Encontro Latino**

Americano de Pós-Graduação da Universidade do Vale da Paraíba, São José dos Campos.

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

SUGANYA, T.; RENGANATHAN, S. Optimization and kinetic studies on algal oil extraction from marine macroalgae *Ulva lactuca*. **Bioresource Technology**, v. 107, p. 319-326, 2012.

DAROCH, M.; GENG, S.; WANG, G. Recent advances in liquid biofuel production from algal feedstocks. **Applied Energy**, v. 102, p. 1371-1381, 2013.