

ESTUDO DA AGLOMERAÇÃO E AGREGAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMINA HIDRATADA EM TRATAMENTOS TÉRMICOS POR MICROONDAS

SILVELENE-SILVA, A., NONO, M. C. A. e MINEIRO, S. L.

Instituto Nacional de Pesquisa Espaciais - INPE, São José dos Campos – SP -Brasil
silvelene@las.inpe.br

Abstract. *The processing of materials ceramic based on heating by microwave energy has gained increasing importance in diversify of ceramic processing, due to the advantages offered as the reduction of energy, shorter processing times and improved microstructural homogeneity of ceramic bodies. This work aims to investigate the thermal treatments, in the conventional furnace and domestic microwave oven, to obtain the best calcination temperature of hydrous alumina powder. The microwave oven was modified focusing mainly the fine temperature control, to investigate the kinetic of the adsorbed and hydrated water lost. The samples composed by powders with fixed mass were treated by conventional and microwave heating at different temperatures and times. The powders were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electronic microscopy (SEM). The kinetic curves showed the decrease of the temperature and time for the water desorbition and dehydration, and crystalline phase transformation for the powder treated in microwave heating. The powder SEM analyses indicated that the microwave heating promoted a particle agglomeration.*

Palavras chave: alumina hidratada, tratamentos térmicos, microondas, nanopartículas, agregados, aglomerados

1 Introdução

Processamento por microondas. 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). 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, conseqüentemente estão regulamentadas pela Organização Mundial de Saúde (OMS). As principais frequências estão na faixa de 433 MHz, 915 MHz and 2450 MHz, sendo a mais utilizada a de 2,45 GHz que é a utilizada nos fornos de microondas doméstica (Clark and Sutton, 1996).

Interação entre microondas e o material. Nos tratamentos térmicos convencionais, a energia é transferida para o material através de processo de convecção, condução e radiação, onde o aquecimento acontece da superfície para o interior do 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 necessária a utilização ou a combinação do aquecimento de microondas com outras fontes de aquecimento. A técnica mais utilizada é o aquecimento híbrido, que faz o uso de um susceptor 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).

Os tratamentos térmicos de calcinação tem sido muito pouco investigados na microtecnologia de materiais. No entanto, com o advento da nanotecnologia em cerâmicas tem tornado evidente a necessidade de buscar técnicas de tratamentos térmicos que mantenham a integridade das nanopartículas (no caso dos pós) e da microestrutura (no caso das cerâmicas sinterizadas) (Nono, 2006).

A alumina é um dos materiais cerâmico mais requisitado para aplicações estruturais, preferencialmente na forma estável. Nas cerâmicas deste material os tamanhos de grãos pequenos aumentam as propriedades mecânicas como a dureza, a resistência à ruptura e a tenacidade à fratura. Outra motivação para desenvolver pós de alumina com partículas nanométricas vem do mercado crescente do uso de cerâmica porosa e o problema é a agregação na calcinação que complica a dispersão destes pós nano (Krell, 1999).

2 Procedimento experimental

Forno de microondas doméstico modificado. O equipamento consiste de uma série de modificações, o controle interno do microondas foi substituído por um controle externo que é feito através de um controlador de temperatura composto por sensor de temperatura, rampa de aquecimento e temporizador e a temperatura é monitorada via termopar onde esta acoplado na parte traseira do microondas, o porta amostra é constituído de alumina, onde irá o elemento absorvedor de microondas (susceptor) (Figura 1). Utiliza-se um protetor térmico (isolante) à base de sílica-alumina envolvendo o porta-amostra para reduzir a perda térmica para a cavidade do forno.

O elemento susceptor é constituído de carbeto de silício e tem a função de absorver a radiação microondas, transformar em energia térmica e transferir esta energia para a amostra. O direcionamento na transferência de calor do susceptor para amostra pode ser controlado colocando o material absorvedor de energia microondas em ambas as faces do monólito (Krell, 1999).

Síntese química e preparação do pó. O pó da alumina hidratada $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ foi sintetizada pela dissolução do nitrato de alumínio $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ em álcool etílico, onde foi precipitada numa solução de hidróxido de amônia (NH_4OH) e álcool etílico. Esta solução foi seca em vácuo, resultando num pó com tamanhos de partículas nas escalas nano e micrométricas. O pó foi caracterizado por difração de raios X (DRX) e no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

3 Resultados e discussões

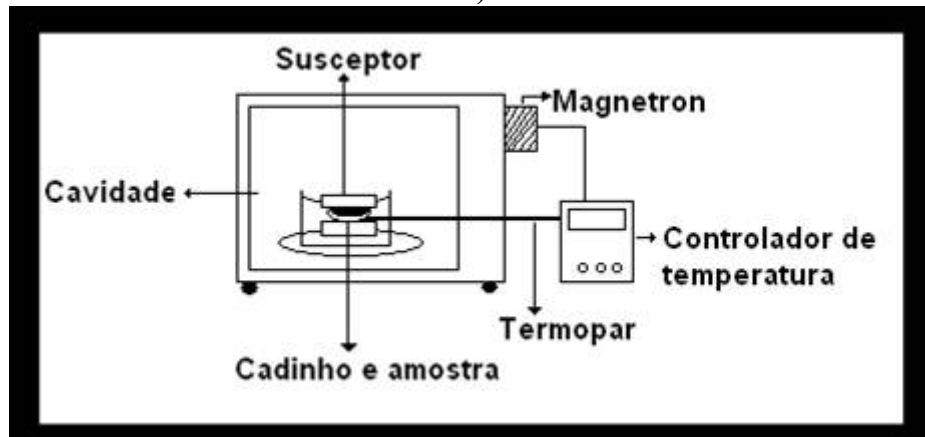
Na Figura 2 as imagens obtidas por MEV mostram que o pó de alumina hidratada obtido na síntese sol-gel, e os tratamentos térmicos em forno de microondas nas temperaturas de 250, 300, 350 e 400 °C resultou em materiais com melhores características morfológicas do que aqueles tratados em forno convencional em 400 °C.



a)



b)



c)

Fig.1 - Forno de microondas doméstico (potência 900 W e frequência de 2,45 GHz) modificado para tratamentos térmicos até 1000 °C: a) vista externa, b) vista interna e c) representação esquemática (LAS-INPE, Projeto FAPESP, nº 03/13373-8).

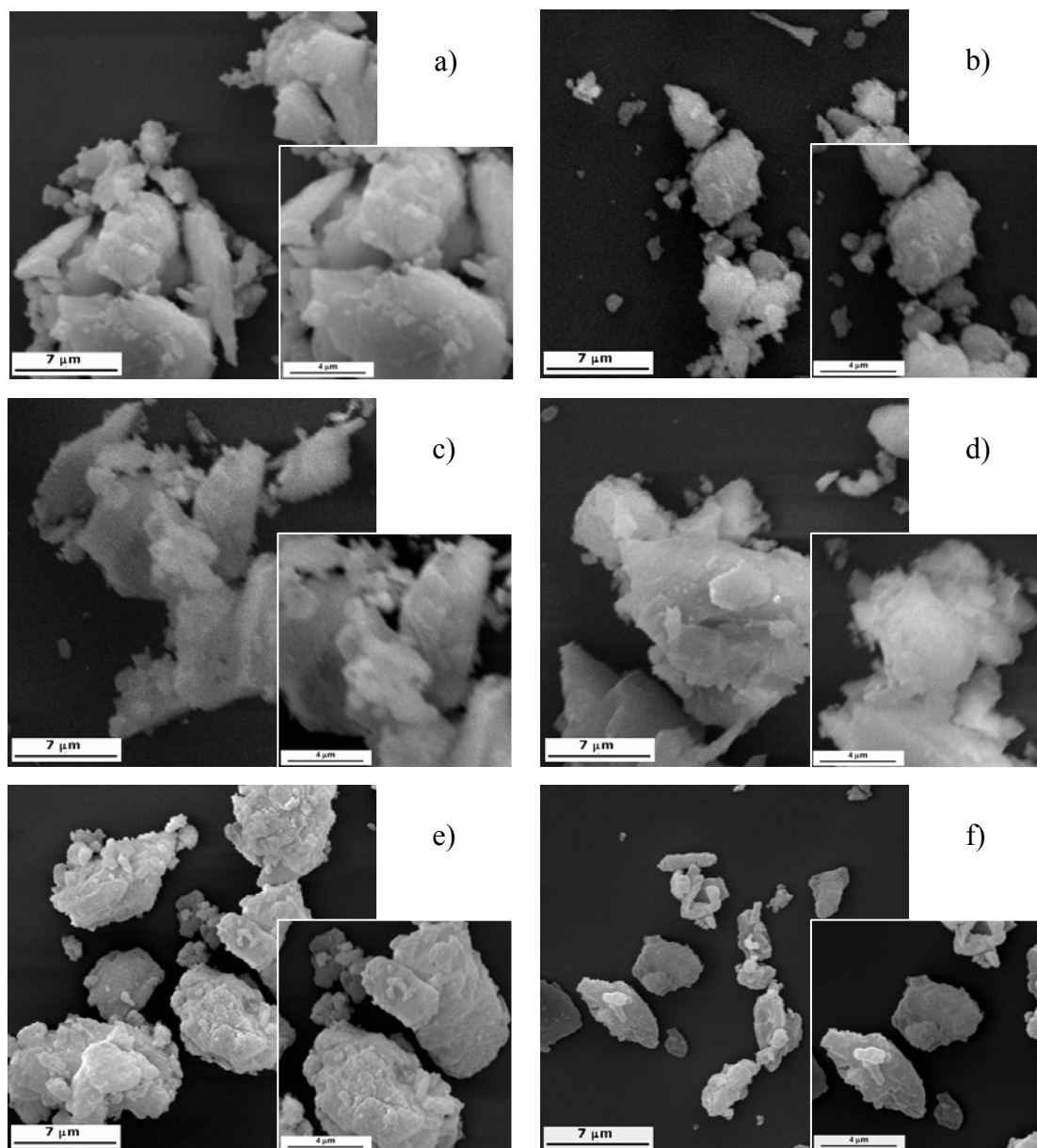


Fig. 2 – Imagens obtidas por MEV de: (a) pó de alumina hidratada, (b,c,d,e) submetidas a tratamentos térmicos em 250, 300, 350, 400°C em forno de microondas e (f) calcinada em 400°C em forno convencional.

Na Figura 3 São mostrados os difratogramas de raios X do pós de alumina hidratada tratados em forno de microondas em 250, 300, 350 e 400°C e o tratado em forno convencional em 400°C.

As análises indicam que é possível identificar a presença apenas da fase cristalinas de γ - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ no pó tratado em forno convencional, ou seja, a temperatura não foi suficiente para desidratar o material para se obter Al_2O_3 . No entanto, nos tratamentos térmicos em forno de microondas o material apresentou a presença de $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, γ - Al_2O_3 e η - Al_2O_3 . Deve-se considerar que como os picos de difração são largos, e a presença de fases cristalinas presentes no material é difícil de ser identificada. O alargamento dos picos de difração de raios X é um indicativo forte de que o material é

composto por cristais muito pequenos (com tamanhos na escala nanométrica ou nanopartículas).

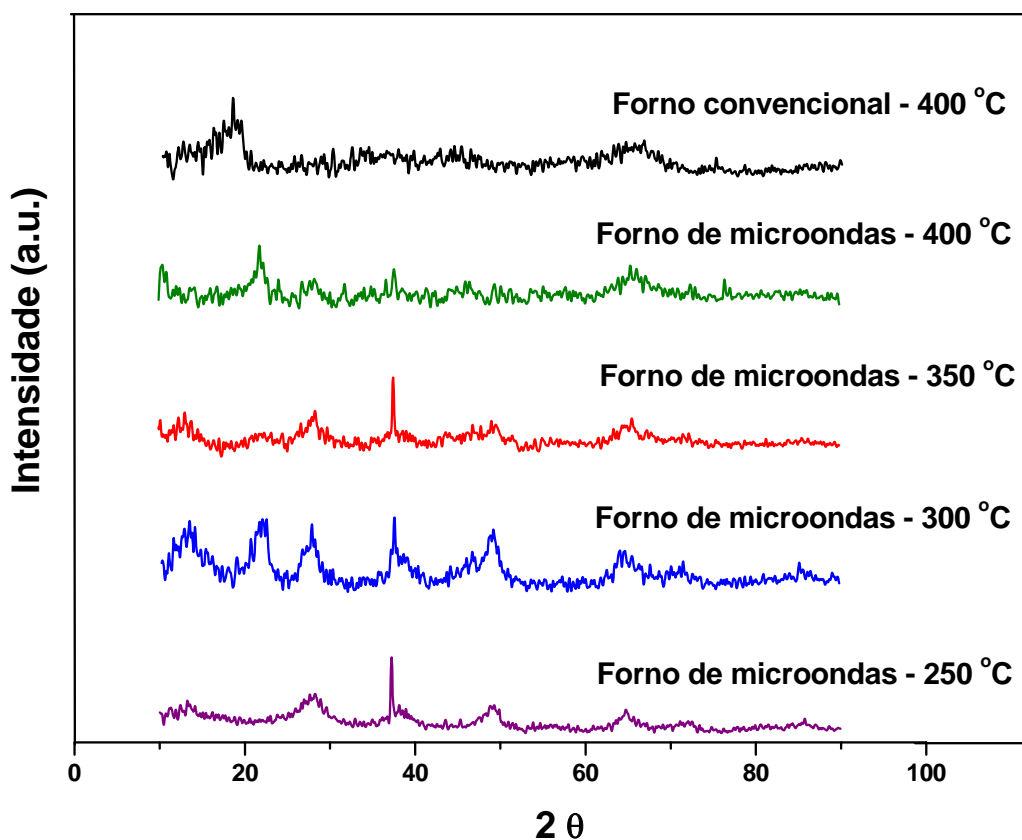


Fig. 3 – Difrátogramas de raios X dos pós de alumina hidratada submetidos a tratamentos térmicos em forno convencional e de microondas, por 15 minutos.

4 Conclusão

O tratamento térmico de pós por microondas envolve uma sofisticada tecnologia que requer conhecimento e em combinação com outras fontes de calor pode oferecer vantagens em processamento cerâmico. O tratamento térmico de calcinação do pó cerâmico por microondas mostrou ser possível em menor temperatura do que o convencional. Os pó tratados por microondas mostraram a tendência de formar aglomerados de nanopartículas. Desta forma, esta técnica tem potencial para uso em tratamentos térmicos de nanopós, preservando as características das nanopartículas.

5 Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES pelo suporte financeiro.

6 References

- D. E. Clark. and W. H. Sutton: *Microwave Processing Of Materials*, Reviews of Materials Science, Vol. 26 (1996), p. 299–331.
- J. D. Katz: *Microwave Sintering of Ceramics*, Annu Rev Mater Sci, Vol. 22 (1992), p. 153–170.
- J. J. G. P. Binner (editor): *Advanced Ceramic Processing and Technology*. Noyes Publications, volume 1, USA, (1990).
- M. C. A. Nono: *Compaction behavior study of powder composed by nanoparticles agglomerates and aggregates*. Materials Science Forum, v. 530, p. 461-466, 2006.
- M. Krell; H. Ma, *Nanocorundum – Advanced synthesis and Processing NanoStructured Materials*, Vol. 11 (1999), n. 8, p. 1141-1153.
- R. R. Menezes; P. M. Souto; R. H. G. A. Kiminami: *Microwave sintering of ceramics. Part I: Fundamental aspects*. Cerâmica, Vol. 53 (2007), p. 1-10.
- R. R. Menezes; P. M. Souto; R. H. G. A. Kiminami: *Microwave sintering of ceramics. Part III: Sintering of zirconia, mullite and alumina*. Cerâmica, Vol. 53 (2007), p. 218-226.
- S. T. Fonseca: *Processamento e caracterização de pós e de cerâmicas de alumina total e parcialmente nanoestruturadas*. Dissertação, INPE, São José dos Campos, SP, Brasil, 2007. 89 p. (INPE-15153 TDI/1285).
- W. H. Sutton: *Microwave Processing of Ceramic Materials*, Am. Ceram. Soc. Bull. Vol. 68 (1989), n. 2, p. 376-386.