

## Síntese de alumina pelo método sol-gel e caracterização acompanhada pelo tratamento térmico

Priscila da Costa C. de Jesus<sup>1</sup> (IC)\* e Herenilton P. Oliveira<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Depto. de Química, FFCLRP, USP – Av. Bandeirantes 3900, Ribeirão Preto, SP, 14040-900, Brasil

priscila.costacarvalho@gmail.com

Palavras Chave: óxido de alumínio, alumina, sol-gel, boemita, pseudoboemita.

### Introdução

O óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), referido comumente como alumina, é estruturalmente complexo, podendo existir em diversas fases cristalinas. Por ser uma substância muito inerte, do ponto de vista de sua superfície química, suas aplicações, tais como suporte em catálise heterogênea, assim como propriedades mecânicas e resistência à abrasão, são extensamente investigadas.[1]

Existem muitos métodos de obtenção de óxido de alumínio. Dentre os principais, podem ser citados o processo Bayer e os métodos sol-gel. Neste trabalho, a alumina estudada foi obtida pelo método sol-gel, a partir de uma reação com soluções aquosas de  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{NH}_4\text{OH}$ , formando um gel de coloração branca cuja fórmula  $\text{AlO(OH)} \cdot n\text{H}_2\text{O}$  é conhecida por pseudoboemita.

### Resultados e Discussão

Após filtração e lavagem, o gel formado foi mantido sob refluxo com ácido acético. O precipitado aquoso obtido foi levado à estufa, de aproximadamente 50°C, permanecendo por cerca de 24 horas. O resultado desse processo foi um pó de coloração branca, o qual foi caracterizado, primeiramente, por termogravimetria e análise térmica diferencial (TG/ATD) até 1400°C em ar e em atmosfera de nitrogênio.

O resultado das análises de TG mostrou que, em ambas as curvas, obteve-se uma perda de aproximadamente 66% da massa inicial, somente na região de 100-350°C. Pela análise de ATD verificou-se que esta perda de massa é, principalmente, devida à eliminação de água adsorvida no xerogel e à transformação para boemita, representadas pelo pico endotérmico. Além disso, foram observados 3 picos exotérmicos, em ambas as curvas; o primeiro, de maior intensidade, na região de 400°C, outro na região de 800°C e o último, de menor intensidade e mais largo, na região de 1200°C.

A fim de se observar o efeito da temperatura na cristalinidade, cada amostra foi aquecida, em forno mufla, até as temperaturas de 200°C, 400°C, 600°C, 800°C, 1000°C e 1100°C, respectivamente. Ao final, cada amostra aquecida foi submetida às análises de

difração de raios-X (DRX) e espectroscopia na região do infravermelho (IV-TF).

De acordo com a literatura, o pico em 12,8° é atribuído à reflexão 020 da fase pseudoboemita. Os picos em 22,8° e 36,4° podem ser relacionados com a fase óxido hidratado de alumínio. Comparando os difratogramas da amostra inicial e da amostra aquecida a 200°C observa-se que, com o aumento da temperatura, ocorre uma diminuição da cristalinidade do material demonstrada pela diminuição da intensidade dos picos. Os difratogramas realizados com as outras amostras não apresentaram picos o que mostra que, a partir de 400°C, o material analisado se tornou amorf. Contudo, em 1100°C observa-se a formação de uma fase cristalina.

O espectro de IV-TF da amostra inicial apresenta os modos vibracionais relacionados aos grupos OH em  $3466\text{cm}^{-1}$ , aos grupos NH, provenientes da amônia, em  $2930\text{-}3020\text{cm}^{-1}$ , às ligações C-O, provenientes do ácido acético, em 1589 e em  $1471\text{cm}^{-1}$  e às ligações Al-O em  $980\text{cm}^{-1}$ . Com o aquecimento acima de 400°C ocorre preferencialmente perda de água adsorvida no material e de grupos OH, refletida pela diminuição da intensidade das bandas referentes.

### Conclusões

Com base nos dados apresentados, sugere-se que em 400°C o aquecimento resulta na eliminação de grupos OH ligados fortemente à alumina e isso, simultaneamente, acompanha mudanças na sua matriz.[2] Além disso, investiga-se que em torno de 800°C e 1200°C ocorra mudanças de fase para  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  e  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , respectivamente.

Sendo assim, conclui-se então que até 400°C ocorre somente perda de água adsorvida no material e de grupos OH. A partir dessa temperatura observa-se uma transformação na superfície da alumina, o que corresponde às transições de fase.

### Agradecimentos

PIBIC/USP/CNPq

<sup>1</sup> Trombetta M.; Busca G.; Willey R.J, Journal of Colloid and Interface Science **1997**, 416–426, 190

<sup>2</sup> Ishizaka T., Journal of Physics and Chemistry of Solids **63**, 2002, 613-617