ESTUDO QUIMIOMÉTRICO APLICADO À FORMAÇÃO DE MICRO-CRISTAIS DE $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ EM MATRIZ DE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$

SILVA, Juliana Moraes¹; OLIVEIRA, Anselmo Elcana²

Palavras-chave: Micro-cristais Al_2O_3 , Espuma cerâmica, Quimiometria.

1. INTRODUÇÃO (justificativa e objetivos)

Nos últimos anos presenciou-se um grande desenvolvimento de partículas cerâmicas anisotrópicas, as quais podem ser utilizadas como reforço de materiais metálicos e cerâmicos para melhorar suas propriedades mecânicas. Normalmente as partículas são usadas na forma de *whiskers* (pequenas agulhas) e *platelets* (pequenas plaquetas). Propriedades mecânicas como dureza e resistência são consideravelmente melhoradas¹. O uso de *whiskers* cerâmicos, entretanto demanda algumas dificuldades na manipulação, por serem partículas muito pequenas e pontiagudas que podem acarretar problemas de saúde ocupacional provenientes da inalação dos mesmos. Partículas para reforço na forma de plaquetas vêm sendo utilizadas em substituição aos *wiskers*, por serem de fácil dispersão na matriz e exercerem o papel de reforço semelhante ao desempenhado pelos *wiskers*, com menores problemas relativos à manipulação. Um tipo de material utilizado como plaquetas para reforço em materiais é o óxido de alumínio, um material cerâmico refratário e de alta dureza, na forma de plaqueta cristalina de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (microcristais de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)^{1,2}. Diferentes matrizes, por exemplo: matriz metálica a base de alumínio³, vidros⁴, $(\text{Ce-ZnO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$ ⁵ e TiO_2 ⁶, reforçados por plaquetas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tem mostrado notável incremento nas propriedades mecânicas quando comparados com a fragilidade das matrizes. Plaquetas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ têm sido preparadas por diversas metodologias, entre essas o método de crescimento por fluxo, que consiste na precipitação da fase de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dentro de uma massa fundida saturada em Al_2O_3 ^{1,2}. Em trabalho realizado anteriormente no IQ-UFG constatou-se que é possível o crescimento de plaquetas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dentro de uma matriz vítrea de fosfato de alumínio e sódio. O tratamento térmico dos pós hidratados de fosfato de alumínio e sódio, na faixa de 900°C e 1000°C, induz a formação de plaquetas micrométricas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (~10 micrometros), que podem ser extraídas da matriz vítrea por dissolução com ácido clorídrico concentrado. Observou-se que o crescimento dos micro-cristais de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ é favorecido em matriz vitro-cerâmica com maiores teores de fósforo e sódio. Nas matrizes ricas em alumínio a quantidade de micro-cristais é inferior e a morfologia dos cristais é irregular⁷. Com base nesses dados foi elaborado o plano de trabalho previsto para esse relatório, que consiste em realizar um estudo sistematizado visando otimizar as condições experimentais de crescimento das plaquetas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ em matriz de fosfato de alumínio e sódio. O estudo sistematizado foi realizado utilizando as ferramentas da quimiometria como planejamentos fatoriais e análise de superfície de resposta.

2. METODOLOGIA

2.1 Síntese dos pós-precursores das espumas de fosfato de alumínio e sódio.

Foram preparadas nove amostras de pós de fosfato de alumínio e sódio, precursores de micro-cristais de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, denominadas: A-1, A-2, A-3, B-3, C-1, C-2, C-3, D-1, e D-3, com composições em termos de razões molares P/Al e Na/Al diferentes. As sínteses das amostras foram obtidas pela dispersão de hidróxido de alumínio amorfo em uma solução aquosa contendo íons fosfatos e sódio sob agitação e em temperatura ambiente. As dispersões permaneceram em repouso por um período de 24 horas e em seguida foram secas em estufa, pulverizadas e posteriormente peneiradas. Sabendo que os valores das razões molares P/Al e Na/Al não podem ser muito elevados, uma vez que não formam espumas e

consequentemente não forma micro-cristais realizou-se a partir do ponto onde se obteve maior rendimento de cristais, planejamento em rede simplex onde se preparou seis novas composições denominadas: E-1, E-2, E-3, E-4, E-5 e E-6.

2.2 Preparo das amostras sólidas para a determinação dos teores de fósforo, sódio, alumínio e os tipos de análises.

2.2.1 FÓSFORO

Para a análise de fósforo, preparou-se solução a partir de 0,1g de cada amostra sólida, a qual foi dissolvida em HCl concentrado diluída e homogeneizada para 100mL. O método utilizado para analisar o teor de fósforo foi o do azul de molibdênio, que determina a quantidade de fósforo na variação de 0,001-0,25% ; ou 0,005-0,05mg de fósforo em 100mL de solução quando se mede a absorvância em 825 nm do complexo de coloração azul, formado pelo fosfato e molibdênio. As leituras de absorvância foram feitas em espectrofotômetro UV-Visível que foram convertidos em mg de fósforo utilizando uma curva padrão onde a variação de fósforo nas soluções era de 0,005-0,05 mg/ 100 mL.

2.2.2 ALUMÍNIO E SÓDIO

Para determinação de alumínio e sódio, foram dissolvidos 0,1 g da amostra sólida em HCl concentrado e transferiu-se para balão volumétrico de 100 mL, completando em seguida o volume e homogeneizando a solução. As soluções foram enviadas para fazer a leitura do teor de sódio e alumínio por absorção atômica, na empresa Metago, empregando o equipamento Pekin Elmer 5000.

2.3 Formação dos micro-cristais de α - Al_2O_3 nas espumas cerâmicas

As diferentes composições dos pós-precursores foram inseridas em forno mufla. Programou-se a temperatura, sua respectiva taxa de elevação ($10^\circ\text{C}/\text{min}$) e tempo de permanência na temperatura desejada 30 s. Ao atingir temperatura ambiente, os cadinhos foram retirados do forno, e verificou-se a existência de micro-cristais de α - Al_2O_3 em cada amostra. Algumas amostras foram submetidas a diferentes temperaturas, para que se analisasse a interferência da temperatura sobre a formação dos micro-cristais nas suas respectivas espumas.

2.4 Extração e determinação quantitativa dos micro-cristais de Al_2O_3 presentes nas espumas cerâmicas

Para realizar a extração dos micro-cristais de α - Al_2O_3 , pesou-se cada amostra e sobre aquecimento, dissolveu-se cada espuma em HCl concentrado. Os cristais mesmo após a ebulição permanecem insolúveis, sendo assim separou-se os micro-cristais por centrifugação seguida de várias lavagens, até teste negativo de íons cloreto. Secou-se os micro-cristais em estufa e pesou-se para a determinação quantitativa e análise por microscopia óptica. Realizou-se cada extração em triplicata e retirou-se a média dos resultados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos mostram que só foi possível a formação de micro-cristais em duas das amostras analisadas com relação à variação de temperatura. Através de microscopia óptica observou-se que as micrografias dos micro-cristais formados a partir das amostras B-3, D-1 e D-3, quando em temperaturas distintas, apresentaram-se morfologias diferentes entre si. E o tamanho dos micro-cristais, são maiores em temperaturas mais elevadas, uma vez que apresentaram-se maior fluidez da amostra fundida. a composição C-1 formou vidro e as composições A-1, A-2 e D-3 não formaram espumas, conseqüente não formaram micro-cristais, uma vez que a formação de micro-cristais necessita de uma matriz vitro-cerâmica. Através do diagrama de fases, observa-se que os pontos referentes às composições A-1, A-2 e D-3 encontram-se em regiões distintas, diferente da região onde há a presença de micro-cristais.

O diagrama mostra que a região de formação de espumas cerâmicas e de micro-cristais é muito pequena, o que levou a formação do planejamento centróide rede simplex, em uma pequena região. Com o planejamento centróide simplex, pôde-se determinar os coeficientes do modelo cúbico central. A equação encontrada foi:

$$y = 9,42 x_2 + 2,87 x_3 - 8 x_1 x_2 + 17,7 x_1 x_3 + 17,3 x_2 x_3 + 24,12 x_1 x_2 x_3$$

4. CONCLUSÃO

Foi observada a formação de micro-cristais de α -Al₂O₃ através do tratamento térmico dos pós precursores, em dez composições distintas. Observou-se que a temperatura de tratamento térmico influenciou na quantidade de micro-cristais obtidos para uma mesma amostra e em sua morfologia. Com o planejamento centróide simplex, construiu-se um diagrama de fases, onde pode-se observar que a região a qual forma micro-cristais é muito pequena. Com a superfície de resposta pode-se confirmar a região onde há maior formação de micro-cristais, que é satisfatória.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FONTE DE FINANCIAMENTO – CNPq/PIBIC

¹ Bolsista de iniciação científica. Instituto de Química - Laboratório de Materiais,

ju_linsufg@yahoo.com.br

² Orientador/Instituto de Química/UFG, elcana@quimica.ufg.br