

## OBTENÇÃO DE MICROTUBOS DE ALUMINA A PARTIR DA SINTERIZAÇÃO DE MEMBRANAS À 1700°C

RENATO VICTOR TORRES DE MEDEIROS<sup>1\*</sup>, JOSÉ FLÁVIO TIMOTEO JÚNIOR<sup>2</sup>, CLAWSIO ROGÉRIOCRUZ DE SOUSA<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Acad. Ciência e Tecnologia, UFERSA, Pau dos Ferros-RN. Fone: (84) 98386548, renato-victor@hotmail.com

<sup>2</sup> Dr. Professor em Ciência e Tecnologia, UFERSA, Pau dos Ferros-RN. Fone: (84) 99646-3464, flavio.timoteo@ufersa.edu.br

<sup>3</sup> Dr. Professor em Ciência e Tecnologia, UFERSA, Pau dos Ferros-RN. Fone: (84) 99656-3009, clawsio.cruz@ufersa.edu.br

Apresentado no  
Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC' 2015  
15 a 18 de setembro de 2015 - Fortaleza-CE, Brasil

**RESUMO:** Este trabalho teve como objetivo a obtenção de microtubos de alumina a partir da sinterização de membranas por meio de tratamentos térmicos à 1700°C. Este material têm reconhecidas aplicações nas áreas eletrônicas, biomédicas, químicas e biológicas. Utilizando tratamentos térmico notou-se que a membrana sofreu mudanças morfológicas, conseqüentemente sofrendo alterações em sua estrutura microscópica. Desta maneira, sua utilidade seria de muita importância principalmente na utilização das mesmas como substrato ou molde para o processamento de nanofios e nanotubos para aplicações nobres.

**PALAVRAS-CHAVE:** Membrana de alumina anódica nanoporosa, microtubos, tratamento térmico.

### OBTAINING ALUMINA MICROTUBES FROM THE MEMBRANE SINTERING AT 1700°C

**ABSTRACT:** This study aimed to obtain alumina microtubes from the membranes by sintering heat treatments at 1700 ° C. This material has recognized applications in electronic, biomedical, chemical and biological areas. Using heat treatments was noted that the membrane suffered morphological changes, therefore suffered several changes in its microscopic structure. Thus, their usefulness would be of great importance particularly in the use of them as a substrate or mold for the processing of nanowires and nanotubes for noble applications.

**KEYWORDS:** Nanoporous anodic alumina membrane, microtubes, heat treatments.

### INTRODUÇÃO

Diante da escassez de recursos e matérias-primas, surgiu uma grande expectativa no desenvolvimento de novas tecnologias de baixo impacto ambiental e econômico. Pesquisas nas últimas décadas abriram as possibilidades para que novas áreas de pesquisas e métodos fossem utilizados para a obtenção de novos materiais derivados de sistemas formados por estruturas da ordem de nanômetros. E nos dias atuais, essa nova área se tornou uma nova ciência: a nanotecnologia.

De acordo com Ferreira (2006), na escala nanométrica o comportamento dos materiais pode não seguir as leis clássicas, deste modo, podendo divergir ou acentuar as propriedades químicas, mecânicas, físicas, biológicas, eletrônicas, ópticas e magnéticas dos materiais.

Partindo da inquietação sobre a obtenção microtubos derivados de membranas em estruturas cristalinas por meio de tratamentos térmicos em temperaturas elevadas, como também o estudo sobre o comportamento desses enrolamentos de membranas de alumina anódica.

Para este trabalho, um material – a alumina, considerando-se o conhecimento de suas propriedades tais como: dureza, ponto de fusão, módulo de Young, resistência a flexão e tenacidade a fratura os quais estão entre os mais elevados entre os compostos de óxido. Deste modo, tendo em vista tais características, foi realizado este experimento tendo como foco o estudo da obtenção de

microtubos de alumina a partir da sinterização de membranas de Alumina Anódica obtidas após a Sinterização à 1700°C.

## **MATERIAL E MÉTODOS**

O presente trabalho utilizou o método de obtenção de membranas inorgânicas através da anodização de alumínio, em duas etapas, onde na primeira é feita a anodização depois é retirada a camada de óxido de alumínio, via ataque químico com ácido ortofosfórico. E a segunda etapa é feita novamente a anodização e para finalizar é dissolvido o alumínio metálico com um ataque químico de ácido clorídrico e cloreto de cobre.

Para o desenvolvimento do experimento foram necessários estudos sobre processos de anodização, sendo adotado o método de anodização dura “*hard anodizing*” em dois estágios, no qual a camada de óxido formada alcança uma espessura superior e contém melhores propriedades físicas necessárias às membranas usadas no tratamento térmico a altas temperaturas.

Neste estudo foram usados materiais e equipamentos citados abaixo:

- Bomba de vácuo ULVAC/GP-1S;
- Forno resistivo tubular horizontal MAITEC FTE-1800/H;
- Cilindro de mistura especial; Hidrogênio-13% - Argônio;
- Cabeçotes liga de alumínio com “orings” de silicone resistente ao calor para vedação;
- Barquinhas de alumina;
- Luvas;

As amostras obtidas via anodização, foram inseridas no forno tubular e foi fechado o sistema de ventilação para controle do ambiente. Procedeu-se o empobrecimento de O<sub>2</sub> no interior do sistema. Para este processo, foi feito o vácuo abaixo de 100 Pa e o carregamento da mistura especial pelo sistema. Este experimento foi repetido três vezes, antes de se iniciar o aquecimento, visando minimizar ao máximo a quantidade de oxigênio dentro do tubo. Assim, devido a este estudo e a técnica usada, utilizou-se a temperatura de tratamento térmico da membrana de alumina anódica à 1700°C.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Os resultados confirmam a tendência de orientação da morfologia dos grãos na direção perpendicular ao plano do substrato. Assim, feito um exame mais detalhado da amostra pode-se verificar que na temperatura de 1700°C alguns conjuntos de grãos parecem se organizar e a estrutura da membrana apresenta uma porosidade característica.

A estrutura formada é cristalina, os grãos se densificaram, como era esperado, e por sua vez, tenderam a formar contornos de grãos mais orientados e salientes em relação ao plano da membrana, assemelhando-se a contornos anelares, envolvendo um conjunto de grãos mais finos. Desta forma, associando este comportamento aos processos de rearranjo estrutural, provocado pela perda de água química e estrutural, na primeira parte, e ao processo de cristalização, no segundo processo ou mesmo simultaneamente.

Os resultados indicam que devido ao aumento da temperatura as características de densificação e orientação da membrana estão aumentando, devido às paredes que contornam os poros estarem se coalescendo como consequência do fenômeno de sinterização, demonstradas nas figuras 1 e 2.

Figura 1: MEV aumento de 10.000X, tratamento térmico a 1700 °C.

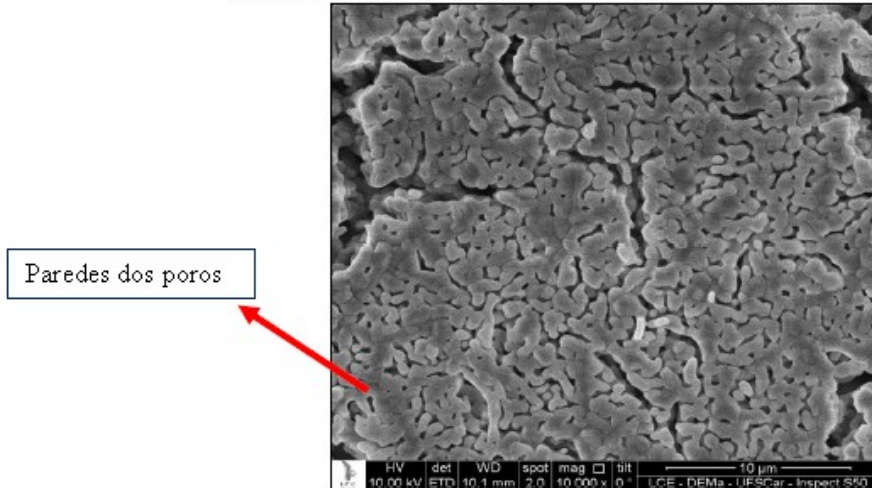
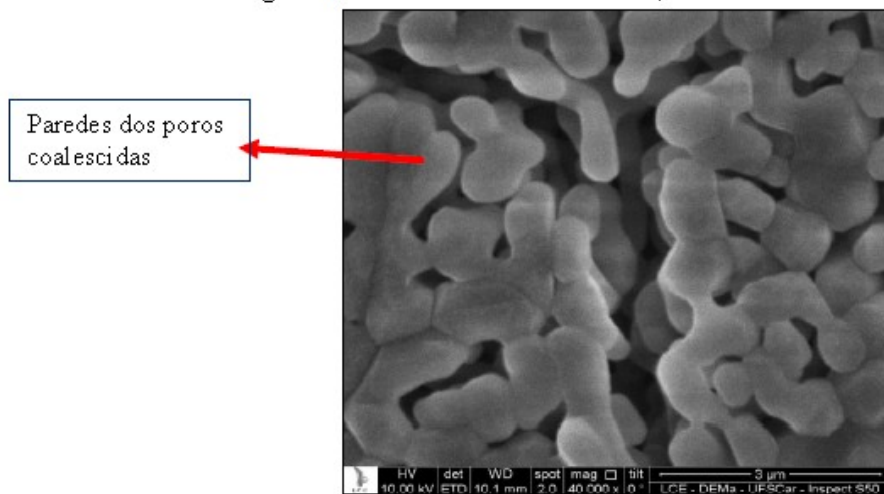


Figura 2 : MEV aumento de 40.000X, tratamento térmico a 1700 °C.

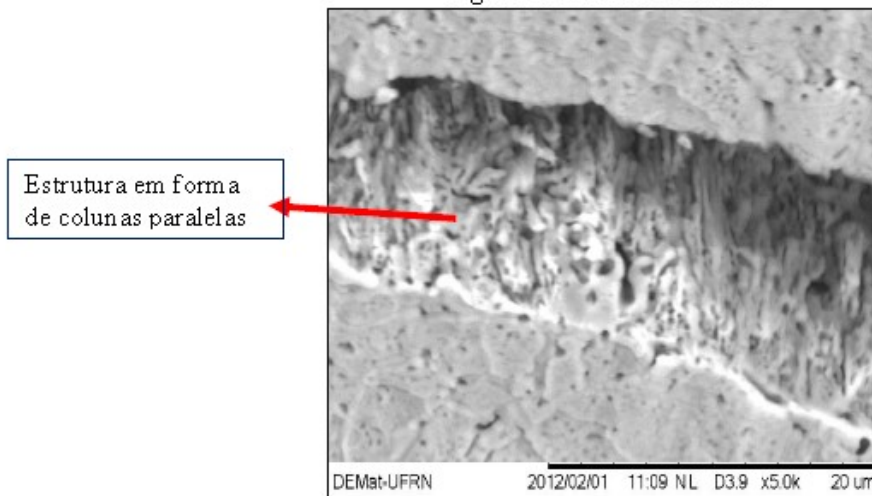


#### Microscopia eletrônica de varredura.

Obtendo membranas porosas que servirão como substrato ou molde na fabricação de nanofios ou microtubos para ser utilizada em áreas nobres.

O experimento também mostrou que a rede de poros intercomunicantes maiores foi eliminada nesta temperatura de 1700°C. Observou-se também que a redução dos poros finos é acompanhada por um aumento do tamanho dos grãos associados ao interior dos contornos de grãos anelares, indicando assim, a ocorrência de processos de sinterização, mostrado na figura 3.

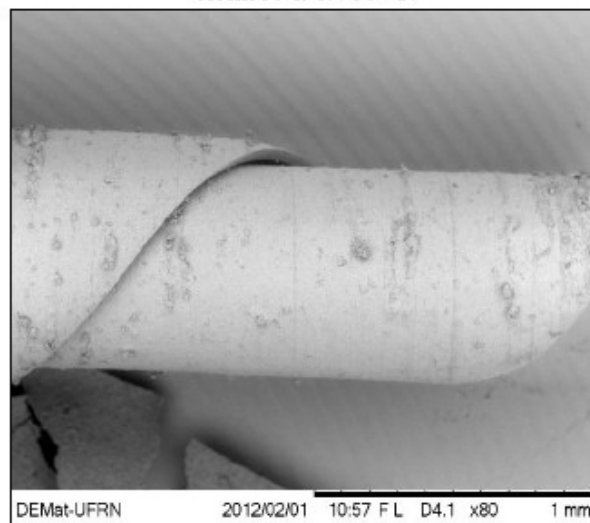
Figura 3 : MEV aumento de 5.000X tratamento térmico a 1700 °C trinca feita para mostrar a região interna de membrana.



Microscopia eletrônica de varredura

Na figura 4 como resultado deste experimento, o produto final que é o microtubo de alumina anódica decorrente do enrolamento da membrana como produto do tratamento térmico à 1700°C.

Figura 4: MEV aumento de 80 X, microtubo de alumina anódica decorrente de tratamento térmico a 1.700°C.



Microscopia eletrônica de varredura

## CONCLUSÕES

A membrana antes do tratamento térmico apresentava uma estrutura de nanoporos. Após o tratamento à 1700°C a membrana apresentaram uma superfície densa e extremamente porosa.

O resultado deste experimento possibilita o uso deste material em substratos ou filtros ou processos catalíticos, pela característica de aumento da resistência mecânica e manutenção da porosidade. Também na fabricação de microtubos por meio da porosidade da membrana. Desta forma, é muito importante continuar com o experimento na busca de melhores resultados e materiais mais práticos.

## **REFERÊNCIAS**

- Anadão, P. Ciência e Tecnologia de membranas, Ed. Artliber, São Paulo, p. 199, 2010.
- Ferreira, O. P. Nanotubos e nanobastões de óxido e sulfetos de metais de transição obtidos via sistemas bidimensionais (lamelares): preparação, caracterização e propriedades – TESE – UNICAMP – Campinas, SP: (SN), 2006.
- Kirchner, A. et al. Structural characterisation of heat-treated anodic alumina membranes prepared using a simplified fabrication process. *Journal of Membrane Science*, v. 287, p. 264-270, 2007.
- Martins, L. Apontamentos sobre anodização: Q.A.E. FEUP//DEEC. 2001.
- Timoteo Júnior, José Flávio. Membrana de alumina anódica: comportamento da microestrutura e estudos das propriedades ópticas após tratamento térmico / José Flávio Timóteo Júnior. - 2012. 116 f. : il.