

CARACTERIZAÇÃO DE DIFERENTES TIPOS DE SÍLICAS AMORFAS SINTÉTICAS (SAS's) PARA USO NA INDÚSTRIA CERÂMICA

L. Fernandes¹, C. C. de Arruda, A. D.V. Souza, R. Salomão²

G. Pesquisa “Soluções Integradas em Manufatura e Materiais Cerâmicos” (SIMMaC)
Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos,
Avenida Trabalhador São-carlense 400, 13560-970 São Carlos – SP.

(1) leanfernandes@usp.br; (2) rsalomao@sc.usp.br

RESUMO

Em materiais cerâmicos, sílicas têm sido amplamente utilizadas como auxiliar de sinterização e para a produção de outras matérias-primas, como a mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). Como a maior parte das fontes de sílica encontrados na natureza têm relativamente baixa pureza e homogeneidade de propriedades, para o uso em aplicações específicas como refratários e cerâmicas técnicas é necessário o uso de tipos sintéticos que apresentam melhor controle de pureza e de microestrutura. Este artigo descreve uma comparação sobre quatro tipos de sílicas amorfas sintéticas (SAS's) obtidas por diferentes métodos químicos (precipitação do silicato de sódio, pirólise do $SiCl_4$, extração da casca do arroz e precipitação de vapor de silício) visando a sua utilização em formulações cerâmicas técnicas. Os princípios envolvidos nos métodos estão relacionados com a caracterização físico-química, térmica e microestrutural. Verificou-se neste estudo que a condição de síntese influenciou fortemente a composição e propriedades físicas das diferentes SAS's testadas.

Palavras Chaves: Sílica (SiO_2), pirólise, precipitação, casca do arroz, microssílica.

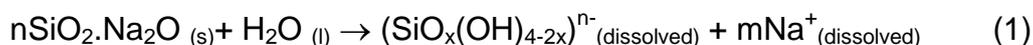
1. INTRODUÇÃO

Dióxido de silício ou sílica (SiO_2) é uma das matérias primas mais úteis para muitas indústrias devido a sua abundância, distribuição geográfica e custos competitivos. Quando finamente dividida, é empregada em semicondutores, compósitos, farmacêuticos, cosméticos, agroquímicos, alimentos e tintas [1,2]. Quanto à sua utilização na indústria cerâmica, sílica tem encontrado aplicações em tijolos refratários e cadinhos resistentes choque térmico, além de ser um componente das formulações triaxiais (com feldspato e argilas) e na produção de outras matérias primas como o vidro (com NaO, CaO, Al_2O_3 e outros óxidos), mulita ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), porcelana (com caulim e Al_2O_3) e carbetos de silício (SiC).

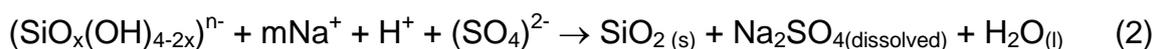
A pureza e as características das partículas de sílica (distribuição de tamanho, área superficial específica, porosidade interna e cor) são decisivas para a escolha de matéria-prima para uma determinada aplicação. Portanto, o uso de tipos sintéticos com melhor controle de pureza e de microestrutura é necessário em aplicações específicas, tais como refratários [3], eletrônica e cerâmicas técnicas [4,5]. Quatro principais métodos comerciais têm sido utilizados na produção de SAS's: a) precipitação do silicato de sódio, b) pirólise do tetracloreto de silício (SiCl_4), c) extração da biomassa (casca de arroz) e d) precipitação do vapor de silício metálico (Si). Eles são discutidos nas próximas seções, com especial atenção para a formação da microestrutura e da presença de impurezas no produto final.

1.1. Sílica precipitada a partir do silicato de sódio ou “vidro líquido” (PrPT)

A produção deste tipo de SAS's inicia-se com a reação do carbonato de sódio (Na_2CO_3) com quartzo (SiO_2 cristalina) finamente moído, em temperaturas entre 1400-1500°C para a produção de silicato de sódio ($n\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}$). Outra rota para a obtenção do silicato de sódio é através da dissolução da areia (SiO_2) com hidróxido de sódio (NaOH) em condições hidrotérmicas (Figura 1 a-c). Neste caso, uma etapa de filtração é necessária para a remoção de sílica não-dissolvida (Figura 1d-e). Em ambos os casos, a relação Na/Si pode variar significativamente, dependendo da aplicação. Para a produção de produtos mais solúveis, esta relação é mantida acima de 3 (ortossilicato, Na_4SiO_4), para o composto conhecido como metassilicato (Na_2SiO_3), é cerca de 2. O silicato de sódio dissolvido em água gera o ácido silícico [6,7]:



Partículas de sílica ou nanopartículas são precipitadas pelo tratamento da solução do ácido silícico com ácidos fortes (H_2SO_4 ou HNO_3 , Figura 1f):



Os íons sódio podem ser removidos pela filtração, diálise ou centrifugação (Figura 1g-h), enquanto que as partículas sólidas de SiO_2 são filtradas, secas (Figura 1i-j) e moídas (Figura 1l-m).

Geralmente, quanto mais rápida a precipitação, mais intensa é a nucleação e a agregação das nanopartículas, que geram estruturas porosas e grosseiras. A secagem da suspensão de nanopartículas também afeta a sua morfologia final [8]. Como mostrado nas seções seguintes, estas partículas precipitadas tendem a formar grandes aglomerados que são reduzidas por moagem mecânica e geram formas angulosas. As etapas de purificação realizadas após a precipitação não removem completamente os íons de sódio (Na^+) e outros íons utilizados no processo. Por conseguinte, os níveis de pureza abaixo de 98% são tipicamente encontrados na literatura.

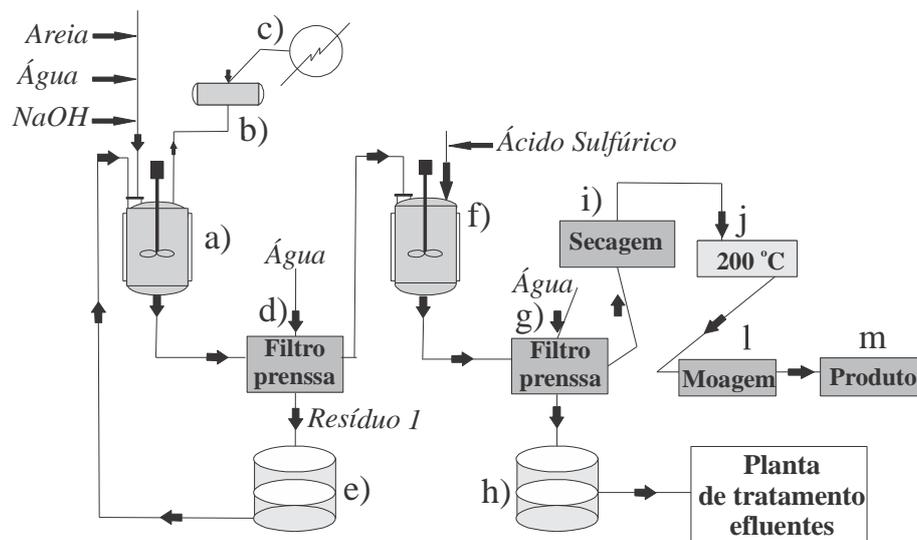


Figura 1: Método de precipitação de sílica amorfa via solução de silicato de sódio (Tipo: PrPT). a) reator hidrotérmico; b-c) sistema de lavagem de gases; d) filtração de areia que não reagiu; e) coletor de resíduos; f) reator de precipitação; g) separação do precipitado; h) tratamento de efluentes; i-j) secador; l) moinho; m) produto final.

1.2. Pirólise do Tetracloreto de Silício SiCl_4 (SPIR)

Ao contrário do método de precipitação de silicato de sódio, as partículas de SAS's podem ser produzidas continuamente pela pirólise com alto rendimento e elevada pureza. A matéria-prima para este processo é o tetracloreto de silício (SiCl_4), o qual é produzido pela reação do silício ou ferrosilício com gás cloro (Cl_2) [9]. O SiCl_4 é queimado por chama de hidrogênio-oxigênio $\text{H}_2\text{-O}_2$ (1500°C) (Figura 2). As elevadas temperaturas envolvidas no processo de sinterização dos conjuntos de partículas, formam agregados com elevada área superficial específica (valores típicos entre $100\text{-}400\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$). Estas partículas são produzidas de forma contínua e

apresentam elevados teores de sílica como 99,9%, devido à elevada pureza dos reagentes empregados nos primeiros passos do processo. Os principais parâmetros de controle neste caso são vazão do SiCl_4 , temperatura da chama e poder oxidante (relação entre oxigênio/hidrogênio).

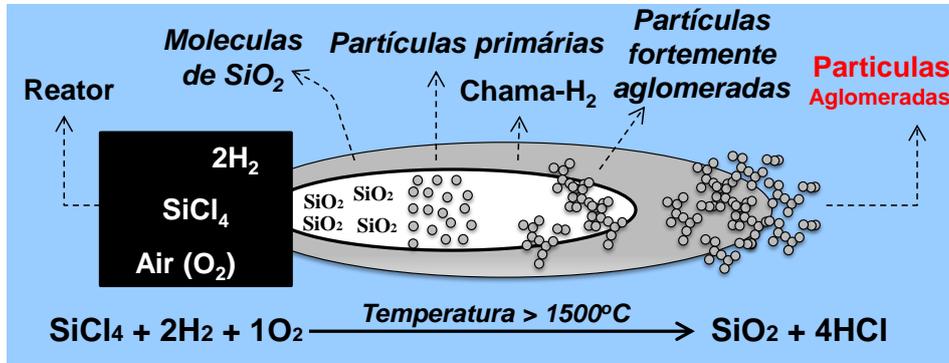


Figura 2: Obtenção de SAS's via pirólise do SiCl_4 (Tipo: SPIR).

1.3. Sílica extraída da biomassa (casca do arroz) (SCAr)

Muitos organismos vivos utilizam nanoestruturas de sílica como elementos estruturais [10]. Como um método geral, as cascas de arroz “*in natura*” (Figura 3a) são inicialmente lixiviadas com uma solução ácida (acético ou ácido cítrico 10% (m:m), Figura 3b) em um reator hidrotérmico (condições típicas são pressão entre $1,0\text{-}1,5 \text{ Kgf.cm}^{-2}$, $100\text{-}127^\circ\text{C}$) (Figura 3c). Este tratamento sob pressão expande as fibras celulósicas das cascas e solubiliza parte da lignina, com isso permite acesso do ácido de forma rápida e eficaz nas impurezas, como o sódio, cálcio e ferro (aproximadamente 3% m/m, Figura 3d). Depois da etapa de neutralização (Figura 3e), a polpa da casca é filtrada sob vácuo e seca. As cascas secas são calcinadas ($500\text{-}700^\circ\text{C}$, Figura 3f), para a remoção da matéria orgânica. Níveis de área superficial específica entre $120\text{-}400 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$, com pureza relativa acima de 99% e eficiência de processo acima de 90% pode ser obtido (Figura 3g) [11].

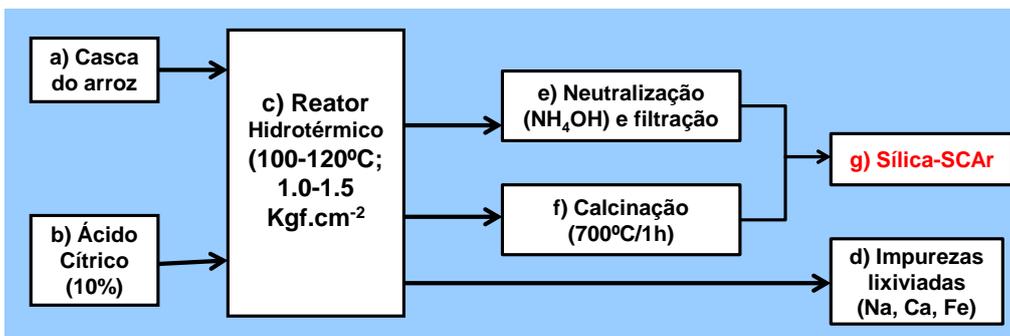
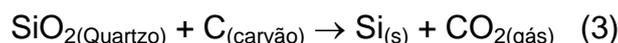


Figura 3: Obtenção de SAS's da casca do arroz (Tipo SCAr).

1.4 Deposição física do vapor de silício (MCRS)

A combinação de sílica natural (quartzo), carvão e filetes de madeira são usados para produzir silício (Si), ferro-silício e suas ligas. Tal mistura de reagentes é introduzido num forno elétrico, onde são aplicadas as temperaturas acima de 2000°C. Sob esta condição, o carbono reage com o oxigênio para produzir silício de sílica, de acordo com a expressão [12]:



Devido às elevadas temperaturas envolvidas, quantidade significativa de vapor de óxidos de silício geram partículas de sílica amorfa conhecidas como sílica pirogênica ou microssílica. Uma importante característica destas partículas é que elas são esféricas e densas, praticamente sem mesoporosidade e macroporosidade. Em comparação com outros tipos de SAS's, microssílica normalmente exhibe menor área superficial específica (~ 10-30 m².g⁻¹), e menor pureza (90-95% em massa de SiO₂) e maior tamanho médio das partículas (50-200 nm).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Quatro tipos de sílicas amorfas sintéticas foram testadas (Tabela 1): a) precipitada a partir do silicato de sódio (PrPT) (Tixosil[®] 38A, Rhodia-Solvay, Brasil); b) obtido pela pirólise do tetracloreto de silício-SiCl₄ (SPIR) (Cab-O-Sil M5, Cabot Corporation, USA); c) precipitada a partir do vapor de silício (MCRS, 971D Microsilica, Elkem, Norway) e d) extraída da casca do arroz (SCAr). A sílica SCAr foi obtida pelo tratamento de 50 g de casca do arroz em 450 mL de solução de ácido cítrico (5% m:m; Synth, Brasil) sob condições hidrotérmicas (127 ± 5°C, 1,5 ± Kgf.cm⁻²) por tempo de 1 h. A casca do arroz foi lavada com água destilada até sua total neutralidade, seca a 110°C por 12 h e calcinada a 700°C (taxa de aquecimento de 10°C.min⁻¹, 2 h de patamar). A descrição desta preparação encontra-se na referência [11].

A composição química das amostras foram determinadas pela espectroscopia dispersiva de raios X (Shimadzu, EDX 720, Japan) e sua estrutura cristalina foi examinada pelo difração de raios X (Rotaflex RV 200B, Rigaku-Denki Corp., Tokio, Japan) com radiação K α = Cu (λ = 0,15406 nm). As densidades das amostras foram

determinadas pela picnometria de hélio (Quantachrome Ultrapycnometer 1200e, Quantachrome Instruments, USA). Antes de cada medição, as amostras foram secas a 120°C por 12 h. Cada medida de densidade é o resultado da média de 5 (cinco) medidas consecutivas. A área superficial específica (ASE), volume total de poros (VTP) e diâmetro de poros (DP) foram determinadas pelo método BET (Quantachrome Autosorb 1200e, Quantachrome Instruments, USA). As amostras foram previamente degasadas a 200°C, por 24 h, sobre atmosfera de vácuo. Foram usadas durante a isoterma de adsorção pressões relativas (P/P_0 , P_0 é a pressão atmosférica) de 0,05 até 1, com N_2 de alta pureza (99,999 %) para a investigação sobre a presença de microporos (diâmetro de poros abaixo de 2 nm), mesoporos (2-50 nm) e macroporos (aproximadamente de 50 nm) [13].

Tabela 1: Caracterização Físico-Química das amostras de SAS's testadas.

Amostra	SiO ₂ (%m)	Perda por ignição (%m:m, 5h em 900°C)	Densidade real (g.cm ⁻³)	Volume de Poro (cm ³ .g ⁻¹)	Diâmetro do poros (nm)	Área superficial específica (m ² .g ⁻¹)
<i>PrPT</i>	97,70	4,90	2,3650 ± 0,0027	0,49	13	152
<i>SPIR</i>	99,90	3,70	2,0628 ± 0,0076	0,40	8,6	186
<i>SCAr</i>	99,80	7,70	2,2099 ± 0,0033	0,22	5,0	178
<i>MCRS</i>	92,50	0,76	2,3930 ± 0,0028	0,05	8,6	24

Para a realização da calorimetria exploratória diferencial (DSC 404, Netzsch, Germany) foram utilizados 20 mg de massa de amostra, colocados em um cadinho de platina, submetido a taxa de aquecimento de 10°C.min⁻¹ e temperatura de até 1250°C, em ar atmosférico sintético. Para as observações por microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (FEG-SEM, FEI 7500F, USA) e microscopia eletrônica de transmissão (TEM, FEI TECNAI G² F20, USA; imagens obtidas a 200 kV), as amostras foram dispersa em álcool isopropílico por 60 min, e gotejadas sobre uma grade metálica recoberta com filmes finos de ouro e de carbono.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Todas as SAS's exibiram um perfil de difração característico de materiais com baixa cristalinidade (Figura 4), com um largo halo de difração de baixa intensidade em $2\theta = 22^\circ$. Este resultado confirma os gráficos de difração de elétrons obtidos pela microscopia eletrônica de transmissão (MET) (Figura 5), em que halos difusos são

observados em todas as amostras.

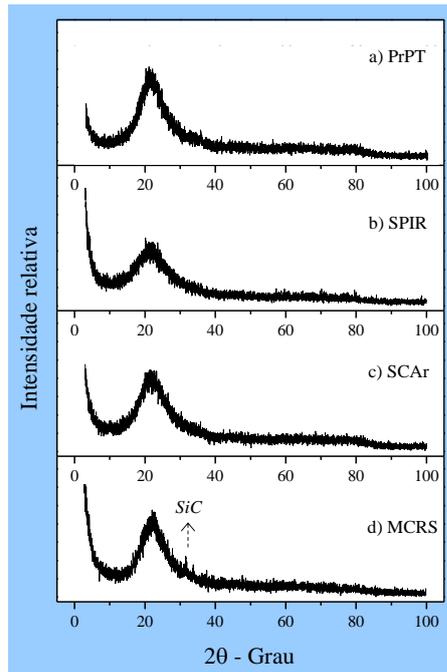


Figura 4: Difração de raios X (DRX) para as amostras de sílica testadas: a) sílica precipitada (PrPT), b) sílica pirogênica (SPIR), c) sílica da casca do arroz (SCAr) e d) microssílica (MCRS).

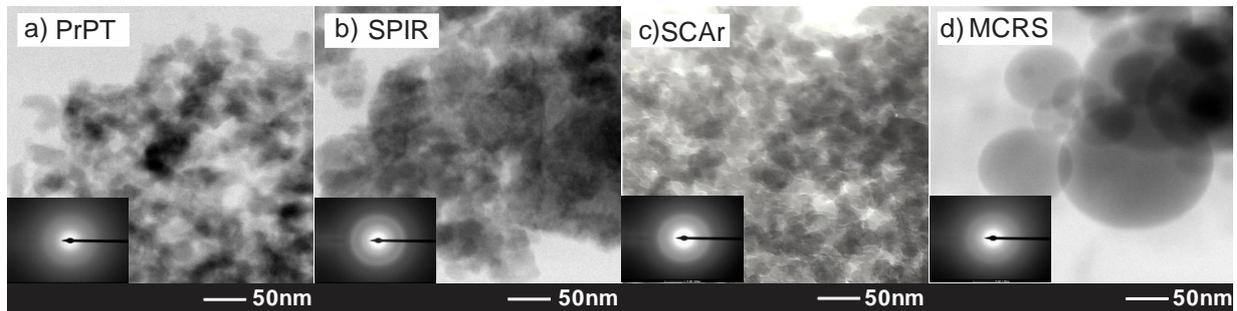


Figure 5: Microscopia eletrônica de transmissão (MET) e difração de elétrons para as amostras de: a) sílica precipitada (PrPT), b) sílica pirogênica (SPIR), c) sílica da casca do arroz (SCAr) e d) microssílica (MCRS).

A SAS's do tipo PrPT mostrou grande faixa de distribuição de tamanho de partículas e com forma angular (Figura 6a). Sobre uma maior magnificação MEV-FEG (Figura 6b) e usando MET (Figura 5a), podem ser vistas estruturas lamelares com camadas de nanopartículas empilhadas sucessivamente. De forma similar, as partículas de SCAr e SPIR ficaram juntas e exibiram uma estrutura formada por agregados (3-10 μm) com pequenas unidades (menores que 80 nm) e fortemente ligadas umas as outras (Figuras 6e, 6f, 5c, 5b, respectivamente). MCRS é formada por partículas individuais e esféricas (Figuras 6g e 6h). Diferentemente dos casos anteriores, estas nanopartículas são altamente densas e com nenhuma

interpenetração entre partículas (Figura 5d). Como indicado pela morfologia, durante a síntese, cada partícula é nucleada e cresce individualmente quanto mais vapor de silício é oxidado mais é depositado em sua superfície.

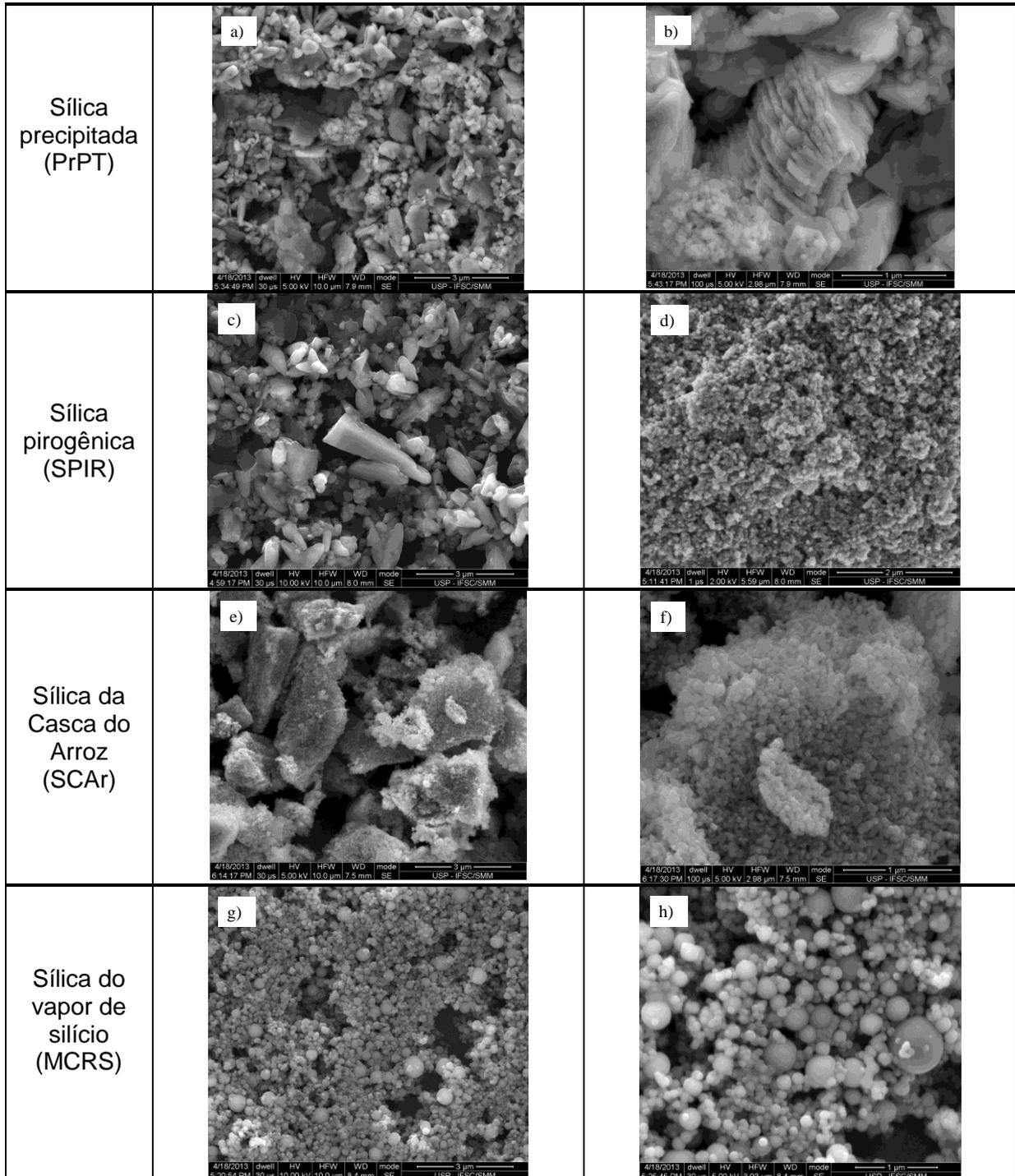


Figura 6: Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG).

A microssílica exibiu uma grande quantidade de contaminantes (92,5 % de

sílica) [14]. Pode ser produzida em temperaturas superiores a 1800°C, é razoável supor que, durante este processo, estes contaminantes sejam fundidos e assimilados na estrutura, com aumento da densidade (acima de 2,39 g.cm⁻³) e reduzindo o volume total de poros (VTP) (0,05 cm³.g⁻¹) e ASE (24 m².g⁻¹) (Tabela 1). Eles também são responsáveis pela presença de um pequeno pico de difração de SiC, observado em 38° (arquivo JCPDS nº 29-1128, Figura 4d). Por outro lado, a elevada pureza da sílica do SPIR (SiO₂ maior que 99,90%-m:m) pode ser atribuída à qualidade da matéria prima precursora (SiCl₄ >99,9%) usada na produção. Neste caso, a menor nível de densidade pode ser atribuída à presença de grupos silanol adsorvidos na superfície das partículas e nos microporos, como demonstrado na literatura [10,21]. Os tipos PrPT e SCAr apresentaram pureza média entre (99,7 até 99,8% em massa, respectivamente) devido ao uso de reagentes na sua síntese com pureza intermediária.

Em relação ao comportamento térmico (Figura 7), não foram observadas mudanças típicas de fases cristalinas na sílica (tais como a mudança de fase cristobalita-tridimita a 540°C [10]).

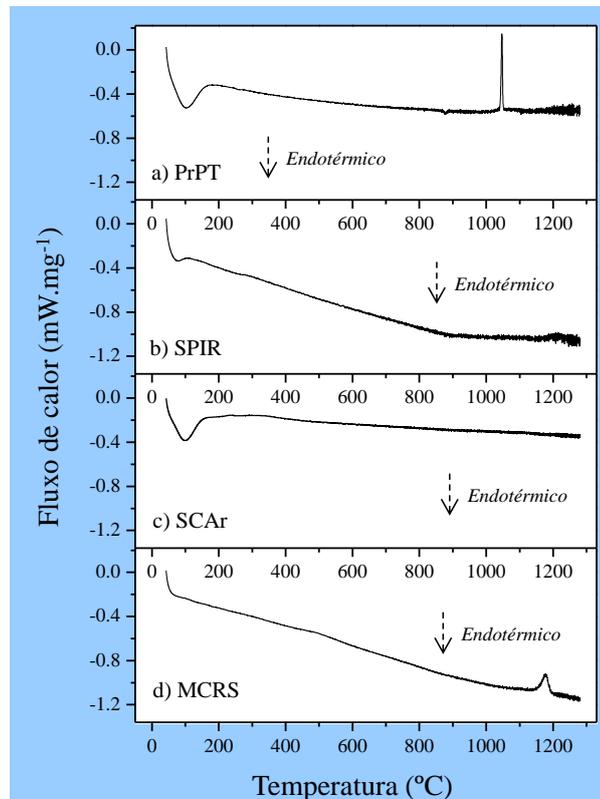


Figura 7: Isotermas de adsorção/desorção de N₂: a) sílica precipitada (PrPT), b) sílica pirogênica (SPIR), c) sílica da casca do arroz (SCAr) e d) microssílica (MCRS). Os tipos PrPT e MCRS exibiram eventos em 1125°C e 1187°C (Figuras 7a e

7d), respectivamente. Como essas duas amostras também mostraram o menor nível de pureza (Tabela 1), esses eventos podem estar relacionados com a cristalização auxiliada por compostos de baixo ponto de fusão. Tais resultados podem causar um importante efeito tecnológico: quando sílicas cristalinas são usadas em estruturas prensadas, tais como os tijolos refratários, o aquecimento inicial deve ser cuidadosamente realizado para prevenir a expansão volumétrica que seguem estas mudanças de fase. Substituindo estas fontes de sílica cristalinas por SAS's, esta etapa poderia ser facilmente realizada.

As isotermas de adsorção/dessorção de nitrogênio (Figura 8 e Tabela 1) revelaram que os tipos PrPT, SPIR e SCAr exibiram uma grande fração de microporos e mesoporos no interior de suas partículas, bom como altos valores de ASE [15,16]. Como demonstrado pelas imagens de MEV-FEG, estes poros resultantes a partir da agregação de partículas de menores tamanhos. A histerese observada nas Figuras 8a, 8b e 8c foram típicas do tipo IV para materiais porosos, como indicado pela nomenclatura da IUPAC. O tamanho médio dos poros foram similares aos observados na literatura (12,2 nm, 8,6 nm e 5,0 nm, respectivamente) [17,21]. A MCRS, por outro lado, mostrou volume de poros e ASE menor, que podem ser explicados pela morfologia esférica e densa das partículas [19,20,21].

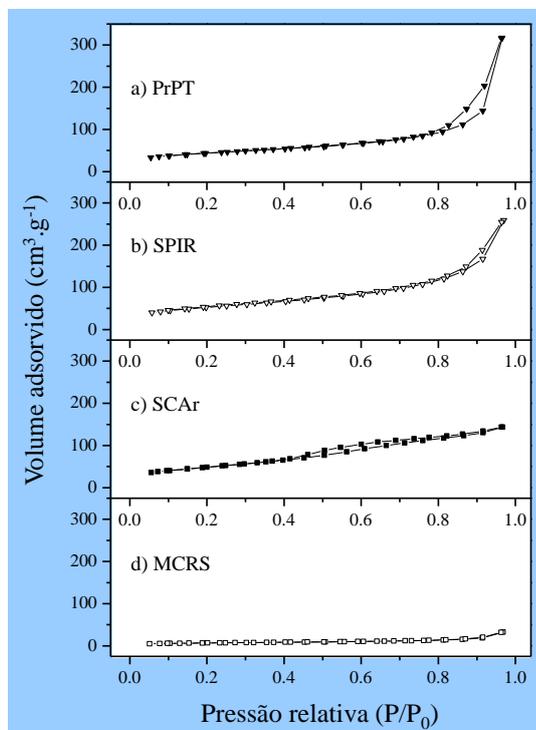


Figura 8: Curvas de para as amostras de sílica: a) sílica precipitada (PrPT), b) sílica pirogênica (SPIR), c) sílica da casca do arroz (SCAr) e d) microssílica (MCRS).
4. CONCLUSÕES

As condições de síntese foram determinantes nas propriedades físicas, químicas, e na pureza dos tipos de SAS's usadas neste estudo. Todos os métodos utilizados para produzir esta classe de materiais estão baseados na geração a partir da instabilidade termodinâmica (por exemplo, uma solução supersaturada ou pirólise de um composto orgânico) seguido por uma redução da energia livre do sistema, representado pela precipitação das nanopartículas de SiO₂ (nucleação) e espessamento adicional (crescimento). Todos os tipos testados exibiram estruturas amorfas e a pureza da SiO₂ variou de 92,50% a 99,90%, dependendo da pureza da matéria-prima inicialmente utilizados. As tipos de partículas de PrPT, SPIR e SCAR são formadas por grandes aglomerados que estão fortemente ligados a pequenas unidades contendo um alto volume de microporos e mesoporos (Tipo IV da IUPAC) e níveis de área superficial específica de aproximadamente 150 m².g⁻¹. Por outro lado, o tipo MCRS tem partículas individuais esféricas e densas de pequena porosidade interna e área superficial específica. Sob aquecimento acima de 1000°C, os tipos com menor pureza (PrPT e MCRS) mostraram algum grau de cristalização, provavelmente induzida pela presença de compostos de baixo ponto de fusão. Estes resultados sugerem que, se tais tipos forem empregados como fonte de SiO₂ em uma mesma formulação cerâmica, diferentes comportamentos em relação ao empacotamento, dispersão, reologia e sinterização poderão ser afetados.

5. AGRADECIMENTOS

FAPESP, CNPq, Rhodia Brasil S/A (Grupo Solvay), Elkem (Noruega), Cabot Corporation S/A. Ao Prof. Dr. João M. D. Rollo e Pedro L. Di Lorenzo (SMM/EESC).

6. REFERÊNCIAS

1. HAHN, B. R.; JOHNSON, E. L.; MELAIYE, A. M.; JIANG, B.; KINSEY, R. A. (The Goodyear Tire & Rubber Company-US) US 8.44.750 B2, 14 mai 2013
2. SHAAL, S.; CORAN, A. Y.; MOWDOOD, S. K. (Pirelli Pneumatici S.P.A.-IT) WO 01/64782 A1, 07 september 2001
3. MENEZES, R.R.; FAGURY-NETO, E.; FERNANDES, M.C.; SOUTO, P.M.; KIMINAMI, R.H.G.A. Cerâmica, v.54, p. 245-252, 2008.
4. SCHNEIDER, H.; SCHREUER, J.; HILDMANN, B. Journal of the European Ceramic Society, v.28, p. 329–344, 2008.
5. LIU, N.; HUO, K.; McDOWELL, M. T.; ZHAO, J.; CUI, Y. Scientific Reports, v.3, n.1919, p.1-7, 2013.
6. REINHARDT, H.; ABITZSCH, G. (Henkel Kommanditgesellschaft Auf Aktien.-DE), 0 306 828 A3, 01 September 1988
7. NOVOTNY, R.; HOFF, A.; SCHUERTZ, J. (Henkel Kommanditgesellschaft Auf Aktien.-DE), WO 90/08733, 9 August 1990

8. MA, X.; ZHOU, B.; GAO, W.; QU, Y.; WANG, L.; WANG, Z.; ZHU, Y. Powder Technology, v.217, p.497–501, 2012.
9. MOERTERS, M.; JACOBSEN, H.; SCHUMACHER, K. (Degussa AG, Duesseldorf-DE), US Patent 7 541 014 B2, 2 June 2009.
10. ILER, R. K. The colloid chemistry of silica and silicate. New York: Edit. Ithaca; 1979.
11. REAL, C.; ALCALÁ, M. D.; CRIADO, J.M. Journal of American Ceramic Society, v.79, n.8, p.2012–2016, 1996.
12. DASTOL, M.; TVEIT, H.; DINGSOYR, E.O.; RONNING, P.; HARSAKER, S. (Elkem A/S-NO), PI patent 9407106-3A, 19 July 1994.
13. RAHAMAN, M.N. Ceramic Processing and Sintering, 2th Ed., Marcel Dekker, Inc: New York; 2003.
14. PLANK, J.; SCHROEFL, C.; GRUBER, M.; LEATI, M.; SIEBER, R. Journal of Advanced Concrete Technology, v,7, n.1, p.5-12, 2009.
15. LOWELL, S.; SHIELDS, J. E. Powder Surface Area and Porosity, 3rd Ed., Chapman & Hall, London, 1991.
16. International Union of Pure and Applied Chemistry IUPAC. Reporting data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. Pure Appl Chem 1985; 57(4): 603–19.
17. QUERCIA, G.; LAZARO, A.; Geus, J.W.; BROUWERS, H.J.H. Cement & Concrete Composites, xxx (2014) xxx–xxx (Article in press).
18. SUN, L.; GONG, K. Industrial Engineering Chemistry Research, v.40, p.5861–5877, 2001.
19. CHANDRASEKHAR, S.; PRAMADA, P. N.; RAGHAVEN, P.; Satyanarayana, K. G., Gupta, T. N. Journal of Materials Science Letters, v.21, p. 1245–1247, 2002.
20. LIM, H. M.; LEE, J.; JEONG, J. H.; OH, S. G.; LEE, S. H. Engineering, v.2, p.998–1005, 2010.
21. SALOMÃO, R.; SOUZA, A.D.V.; FERNANDES, L.; ARRUDA, C.C. American Ceramic Society Bulletin, v.92, n.7, p.22-28, 2013.

CHARACTERIZATION OF SYNTHETIC AMORPHOUS SILICA (SAS) GRADES FOR USE IN CERAMIC INDUSTRY

ABSTRACT

Silica (SiO₂) is one of the most important inputs for industries of food, pharmaceuticals, polymer composites and inks. In ceramic materials, fine silica particles have been widely used as a packing and sintering aid and to produce other raw materials, like mullite (3Al₂O₃.2SiO₂) and silicon carbide (SiC). As most of the silica sources found in the nature have relatively low purity and homogeneity of properties, the use of synthetic grades is necessary in specific applications which require a better control of composition and microstructure, such as refractories and technical ceramics. This paper reports on a systemic comparison among four grades of synthetic amorphous silica (SAS) attained by different methods (sodium silicate precipitation, SiCl₄ pyrolysis, extraction from rice husk and physical deposition of silicon), aiming at their use in technical ceramics formulations. The principles involved in the methods are related to their physic-chemical and thermal and microstructural characterization. It was verified in this study that the synthesis condition strongly influenced the composition and physical properties of the SAS's grades tested.

Key-words: Silica (SiO₂), pyrolysis, precipitation, rice husk, microsilica.