

OBTENÇÃO DE ESPINÉLIO CoAl_2O_4 PARA APLICAÇÃO COMO PIGMENTO CERÂMICO AZUL

A.F. Costa¹, P. M. Pimentel², D. K. S. Gomes¹, F.M Aquino³, D. M. A. Melo¹
Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais,

¹Universidade Federal do Rio Grande do Norte, CEP 59072-970, Natal, Brasil

²Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Campus Angicos, CEP 59515-000,
Angicos- RN, Brasil

³Universidade federal da Paraíba, João Pessoa, PB, Brasil.
asenete@yahoo.com.br

RESUMO

Os espinélios encontram ainda hoje um grande emprego industrial já que apresentam ótimas propriedades, capacidade de coloração e baixo custo, as tecnologias para a produção de pigmentos cerâmicos estão sendo constantemente desenvolvidas. Neste trabalho espinélio com composição CoAl_2O_4 foi sintetizado pelo método que utiliza a gelatina como precursor orgânico visando sua aplicação como pigmento cerâmico azul. A síntese via gelatina é rápida, simples e tem um custo relativamente baixo. O pó obtido foi calcinado a diferentes temperaturas durante 4 horas, e caracterizados por difração de raios X, espectroscopia de infravermelho e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram picos característicos da estrutura espinélio com uma boa cristalinidade, O método de síntese provou ser muito eficaz para a obtenção de uma espinélio monofásico em uma temperatura relativamente baixa.

Palavras chave: Gelatina, Espinélios, Pigmentos cerâmicos.

INTRODUÇÃO

A alumina é comercialmente produzida a partir da bauxita a baixo custo, mas a pureza e morfológica das partículas não são apropriadas para muitas aplicações. Intensas pesquisas têm sido conduzidas para compreender e estabilizar as diversas fases da alumina. Acredita-se que a alumina exista a mais de 15 diferentes fases cristalográficas [1,2] O Aluminato de cobalto, tem recebido atenção como um pigmento avançado devido à sua importância tecnológica e por isso, vários estudos têm sido desenvolvidos para a sua empregabilidade na indústria cerâmica de pigmentos. [3,4] No entanto, a obtenção e aplicação destes materiais estão diretamente relacionadas ao conhecimento dos métodos de preparação e/ou obtenção.

Óxidos do tipo espinélio normal possuem fórmula química geral AB_2O_4 , onde A representa um cátion de metal divalente que usualmente ocupa um sítio tetraédrico e B representa cátions de metal trivalente, que normalmente ocupam sítios octaédricos da rede cúbica [5]. Segundo Bondioli [6], os óxidos e as estruturas espinélios contendo metais de transição são muito utilizados na indústria de pigmentação porque apresentam ótimas propriedades, capacidade de coloração e baixo custo. As estruturas espinélios são altamente estáveis com grande resistência a ácidos e a álcalis e possuem altos pontos de fusão; possuem boa inércia química e térmica. Por essas características, os espinélios se destacam na aplicação como pigmentos cerâmicos. Diante do que foi exposto o presente trabalho tem como principal objetivo a obtenção de pigmentos inorgânicos estáveis termicamente estrutura tipo espinélio, utilizando um método que faz uso da gelatina como direcionador orgânico. A cor intensa, característica do aluminato de cobalto, é consequência da existência de um sítio tetraédrico para o íon metálico, o qual remove a restrição da regra de seleção de Laporte presente nas simetrias octaédricas.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a síntese do composto CoAl_2O_4 foram utilizados gelatina e os nitratos metálicos de cobalto e alumínio como reagentes de partida. Em um béquer de 1000 mL, sob aquecimento e agitação, foi dissolvida a gelatina em água destilada. O sistema permaneceu em aquecimento a aproximadamente 70°C. Após a dissolução da gelatina, acrescentou-se lentamente o nitrato de cobalto e posteriormente o nitrato de alumínio. A temperatura foi aumentada para a evaporação da água e formação de uma resina polimérica, a qual foi calcinada a temperatura de 350°C por 2 h para a remoção da matéria orgânica e formação do pó precursor. Os pós-precursores foram calcinados a 500, 800 e 1000°C e então caracterizados pelas técnicas de difração de raios X (DRX), espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Foram realizadas análises de difração de raios X em um equipamento Shimadzu XRD-6000 com radiação $\text{CuK}\alpha$, numa faixa de 2θ entre 20 e 80°. Os espectros de absorção na região do infravermelho foram obtidos em espectrofotômetro Shimadzu IR Prestige-21. A análise morfológica dos pós calcinados foi obtida por microscopia eletrônica de varredura em um equipamento Philips XL-30 ESEM. A determinação dos parâmetros estruturais foi realizada pelo método de refinamento estrutural de Rietveld, através do programa maud.

RESULTADOS

Os difratogramas de raios X dos pós calcinados a 500, 800 e 1000°C são mostrados na Figura 1.

De acordo com a caracterização estrutural, por difratometria de raios X, o CoAl_2O_4 calcinado a 500°C por 4 horas mostrou uma estrutura amorfa, já o material a 800°C apresentou uma única fase cristalina de simetria cúbica, identificada pela ficha JCPDS: 38-0814, correspondente a fase espinélio, A obtenção do CoAl_2O_4 calcinado a temperatura de 1000°C revelou a formação da estrutura espinélio cúbica com 93% da fase majoritária, e 7% correspondente a formação da fase secundária Al_2O_3 com simetria trigonal.

Todos os indicadores estáticos de qualidade do refinamento estrutural obtidos para o espinélio apresentaram valores satisfatório, mostrando que o modelo estrutural adotado é adequado, Os parâmetros de rede e volume de cela obtidos para o CoAl_2O_4 a 800°C foi de $a=b=c= 7,945 \text{ \AA}$ e $V= 501,512 \text{ \AA}^3$, para o material calcinado a 1000°C a fase Al_2O_3 - $a=b=4,767 \text{ \AA}$ $c=12,988 \text{ \AA}$ e para a fase CoAl_2O_4 , $a=b=c=7,960$ e $V=504,358$ os quais são próximos aos encontrados na literatura para esse material.

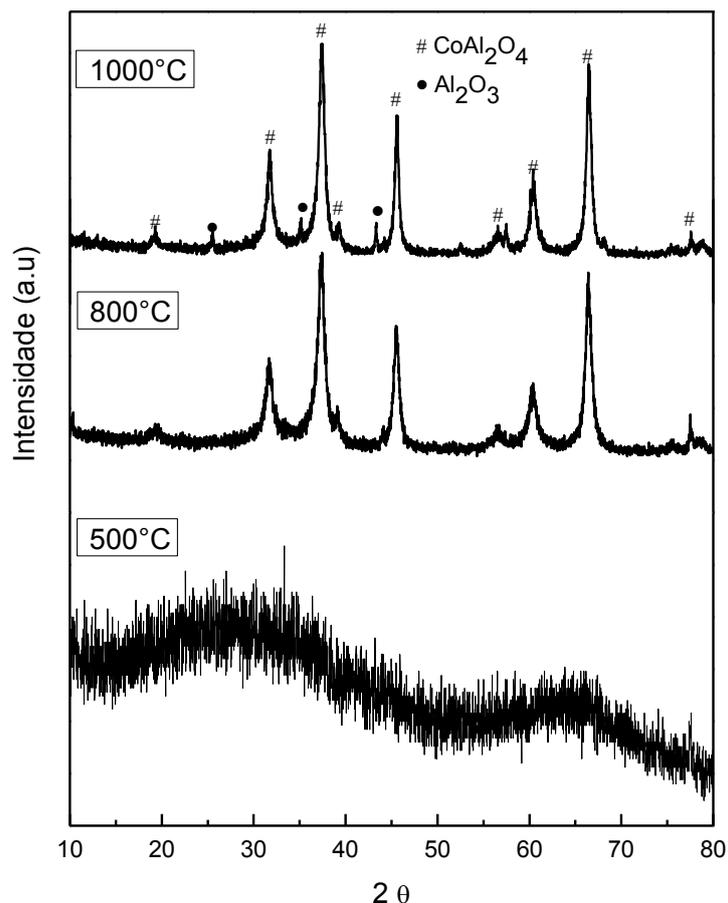


Figura1. Representação das difratometrias do aluminato de cobalto calcinados a 500, 800°C e 1000°C.

Os resultados das análises de infravermelhos (Figura 2) revelou a formação de bandas assimétricas e amplas típicas da estrutura espinélio, em relação à vibração Me – O, observou-se a presença de uma banda de vibração entre 700 e 500 cm⁻¹, Essa banda de vibração foi atribuída aos modos vibracionais do espinélio. Allen et. al realizaram estudos sobre espectroscopia de infravermelho de vários compostos com estrutura espinélio, sendo que todos se encontra em uma região de 1000 a 200 cm⁻¹.

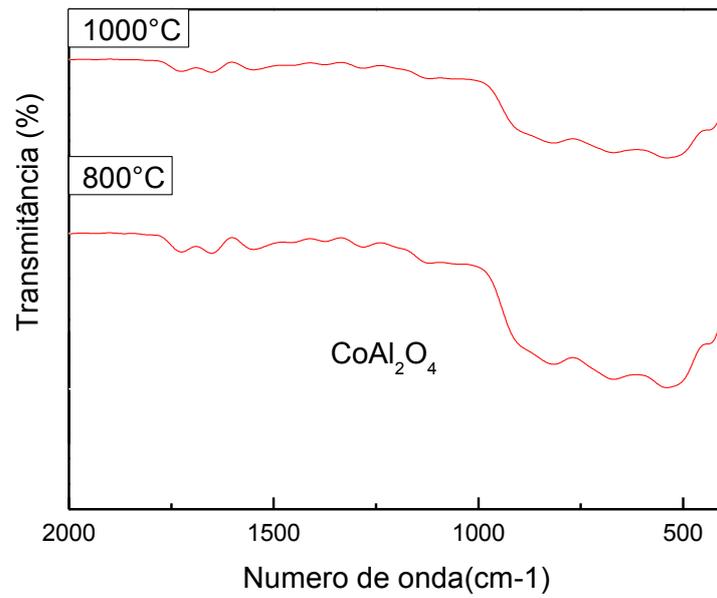


Figura 2 - Espectros na região do infravermelho do espinélio CoAl_2O_4 em função da temperatura de calcinação.

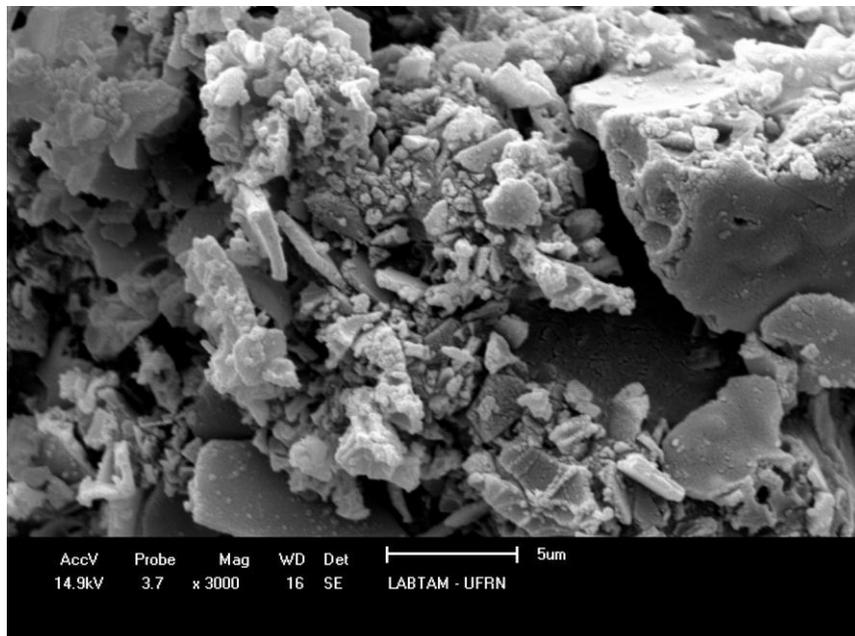


Figura 3. Microscopia eletrônica de varredura do pó do aluminato de cobalto calcinados a 1000°C.

A Micrografia para os pó calcinado a 1000°C pode ser observada na Figura 3. A imagem apresenta a formação de cristais no material, características da estrutura espinélio, aglomerados e poros, com morfologia irregular. Essa porosidade ocorre em decorrência da evolução dos gases proveniente da decomposição da gelatina,

CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, A síntese utilizando gelatina como agente direcionador, mostrou-se um processo favorável para obtenção dos pós de aluminato de cobalto, Os difratogramas de raios-X mostram a presença da fase espinelio após tratamento térmico a 800°C, a 1000°C o material apresentou a formação da fase secundária Al₂O₃, em função da temperatura de tratamento. O aumento da temperatura de sinterização proporciona o aumento nos valores de tamanho de cristalito bem como do volume de célula. Como a gelatina é um material de baixo custo e não-tóxico faz com que ela se torne um material promissor para síntese de óxidos mistos.

REFERÊNCIAS

1. DAS, R.N BANDYOPADHYAY, A., BOSE, S., Nanocrystalline α -Al₂O₃ using sucrose, *J. Am. ceram. soc.* 84, 2421-2423, 2001.
2. LEVIN, I., BRANDON, D., Metastable alumina polymorphos crystal structure and transition sequences, *J. Am. Ceram. Soc.* 81, 1995-2013, 1998.
3. WANG, Cuiyan; LIU, Shaomin; LIU, Lihong; BAI, Xuan. Synthesis of cobalt-aluminate spinels via glycine chelated precursors. *Materials Chemistry and Physics*. V.96, p.361-370, 2006.
4. UMMARTYOTIN, S.; SANGNERN, S.; KAEWVILAI, A.; KOONSAENG, N; MANUSPIYA, H; LAOBUTHEE, A.; Cobalt Aluminate (CoAl₂O₄) Derived from Co-Al-TEA Complex and Its Dielectric Behaviors. *Journal of Sustainable*
5. L. GAMA et. al., *Journal of Alloys and Compounds*. 483, (2009) 453-455.

6. BONDIOLI, F.; MANFREDINI, T.; OLIVEIRA, A.P.N. Pigmentos Inorgânicos: Projeto, Produção e Aplicação Industrial. *Cerâmica Industrial*, 3 (4-6) Julho/Dezembro, 1998.

7. ALLEN, G. C., PAUL, M., Chemical characterization of transition metal spinel- type oxides by infrared spectroscopy, *Appli. Spect*, 49 : 451, 1995.

OBTAINING OF CoAl_2O_4 SPINEL FOR APPLICATION AS BLUE CERAMIC PIGMENT

ABSTRACT

The spinels are still a major industrial employment since they have excellent properties, coloring ability and low cost, the technologies for production ceramic pigments are constantly being developed. This work of composition spinel CoAl_2O_4 was synthesized by the method using gelatin as organic precursor for their application as blue ceramic pigment. The gelatin route synthesis is quick, simple and has a relatively low cost. The obtained powder was calcined at different temperatures for 4 hours, and characterized by X-ray diffraction, infrared spectroscopy and scanning electron microscopy, and colorimetric coordinates. The results showed characteristic peaks of the spinel structure with good crystallinity, the synthesis method has proved to be very effective for obtaining a spinel phase at a relatively low temperature.

Keywords: Gelatin, spinels, ceramic pigments.