



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0501884-6 A**

(22) Data de Depósito: 10/05/2005  
(43) Data de Publicação: **02/05/2007**  
(RPI 1895)



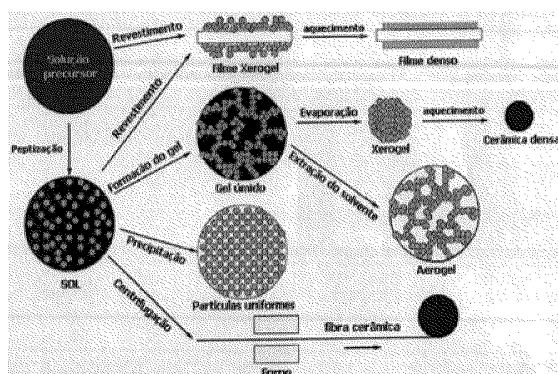
(51) *Int. Cl.:*  
**C01F 7/02 (2007.01)**  
**C04B 35/10 (2007.01)**  
**C04B 35/111 (2007.01)**

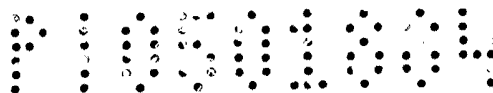
(54) Título: **PROCESSO DE SÍNTESE DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO E PRODUTOS**

(71) Depositante(s): Universidade Federal do Rio Grande do Sul (BR/RS)

(72) Inventor(es): Carlos Perez Bergmann, Annelise Kopp Alves, Felipe Amorim Berutti

(57) Resumo: Processo de síntese de óxido de alumínio e produtos A presente invenção versa sobre um processo de obtenção de micro fibras policristalinas de alumina alfa com baixo custo de fabricação e manutenção. Adicionalmente a presente invenção descreve a obtenção de um produto que se caracteriza por ser uma fibra policristalina de alumina alfa obtido por um processo simples e de baixo custo.





## Relatório Descritivo

### Processo de síntese de óxido de alumínio e Produtos

#### Campo da Invenção

5 A presente invenção descreve um processo de síntese de óxidos de alumínio que visa à obtenção de fibras cerâmicas de alumina alfa. Mais particularmente a invenção trata da obtenção de micro fibras policristalinas de alumina.

#### Antecedentes da Invenção

10 Óxidos inorgânicos são especialmente importantes na Tecnologia Cerâmica e têm sido estudados por muitos anos para diferentes aplicações. Tipicamente, os óxidos são cominuídos a granulometrias muito baixas, conformados e sinterizados, freqüentemente a temperaturas acima de 1500°C.  
15 Este processamento consome elevada quantidade de energia e leva à obtenção de materiais não homogêneos (presença de impurezas e defeitos) que resultam em propriedades abaixo das esperadas e, quanto ao seu desempenho em serviço, baixa confiabilidade final do produto cerâmico.

Uma alternativa ao processamento convencional de óxidos cerâmicos  
20 surgiu em meados de 1970, através do processo conhecido como sol-gel, envolvendo a transição de um sistema líquido ou sol, em um sistema sólido denominado gel. Para tanto, são usados precursores, alcóxidos metálicos ou sais inorgânicos, que passam por reações de hidrólise e polimerização para formar um sistema coloidal ou sol. O ajuste do pH do meio e/ou a desidratação  
25 deste sistema leva à formação de um gel (pectização).

Em 1972, Yoldas utilizou pela primeira vez este método para reparo em  
materiais refratários porosos. Ele usou como precursores silanos tetrafuncionais e, através de hidrólises e condensações, obteve um polímero  
siliconado. Este material não era um sol nem um gel, mas um material  
30 precursor que foi usado mais tarde para a confecção de sols e géis. A relevância desses primeiros resultados foi a comprovação da possibilidade de

usar uma rota líquida para a obtenção de óxidos metálicos, levando a sólidos em um estágio subsequente.

As vantagens da rota sol-gel no processamento de óxidos cerâmicos são muitas: i) permite a obtenção de produtos homogêneos pelo fato dos materiais precursores serem líquidos e a mistura de líquidos é mais fácil que a mistura de sólidos; ii) é econômico do ponto de vista do consumo energético: a obtenção do gel ocorre a baixas temperaturas; iii) é possível a obtenção de produtos de elevada pureza dependendo da pureza dos precursores e, caso contrário, é possível destilar ou purificar o precursor na etapa de preparação do sistema sol; iv) permite a obtenção de produtos de morfologia variada: pós, filmes, fibras, corpos porosos ou de alta densificação.

As dificuldades do processo sol-gel estão presentes principalmente na etapa de secagem do gel. Uma retração não uniforme durante esta etapa produzirá tensões residuais que muitas vezes causam trincas e deformações nas peças.

Y. Kurokawa, por sua vez, obteve um gel transparente de alumina, preparado a partir de um sol aquoso pela hidrólise do cloreto de alumínio ( $\text{AlCl}_3$ ). Este gel foi depositado sobre uma superfície na forma de um filme fino com características amorfas. O gel formado apresentava em sua estrutura ligações do tipo  $\text{Al-O-Al}$  e  $\text{Al-OH}$ , constituindo uma rede tridimensional. Após o processo de secagem e calcinação, formou-se o óxido de alumínio.

Uma busca nos documentos de patente relacionados ao assunto revelou a existência de vários deles, dos quais destaca-se abaixo os seguintes:

O pedido brasileiro PI 8603166-0, de titularidade de Kennecott Corporation, descreve um processo para formar fibras de cerâmica bem como um isolante térmico que é formado por meio de aspersão simultânea de fibras de cerâmica e de um aglutinante em uma superfície a ser coberta por um aglutinante.

O pedido brasileiro PI 0203876-5, de titularidade da Universidade Federal de Sergipe, descreve um processo de preparação de pós nanoparticulados o qual consiste essencialmente na formação de um sol composto da dissolução de sal inorgânico ou orgânico em água de côco

processada (acp) que se transforma em um gel e em seguida em pós nanoparticulados através de aquecimento.

5 O pedido brasileiro PI 0000162-7, de titularidade da Samsung Eletronics Co. LTD, revela uma composição para produção de vidro de sílica usando um processo de sol gel incluindo partículas de sílica, um agente dispersante, um agente de aglutinação sendo um produto obtido pela polimerização da solução de pré mistura contendo um monômero polimerizável para formação de resina acrílica, e um agente de reticulação dissolvido em água destilada e um solvente.

10 O pedido brasileiro PI 9913580-9, de titularidade de Novara Technology S.R.L, revela processo para preparação de filmes vítreos espessos de sílica ou a base de sílica conforme a técnica de sol gel, e filmes espessos assim obtidos.

15 O pedido brasileiro PI 8203073-1, de titularidade de Minnesota Mining and Manufacturing Company, revela um processo para formar um grão de abrasivo a partir de um sol gel que contem óxido de alumínio mono-hidratado. Neste processo o alto teor de sódio e cálcio é permitido devido ao rápido aquecimento do sol gel após secagem através de uma faixa de temperatura de menos de 800°C até acima de 1200°C antes da sinterização do gel secado a  
20 uma temperatura acima de 1200°C. Este processo permite a obtenção de grãos abrasivos em especial de alfa alumina sinterizados em que a alfa alumina apresenta um diâmetro de 5000 a 200 000Å.

25 Entretanto, como se pode observar, nenhum dos documentos acima encontrados contorna as dificuldades da técnica e/ou ensina um processo para obtenção de fibras policristalinas de alumina partindo-se de cloreto de alumínio hexahidratado, ácido acético e hidróxido de amônio, os quais são todos materiais baratos e de fácil aquisição.

30 Portanto, o presente documento de patente, visando suprir esta lacuna da técnica, descreve os resultados obtidos do estudo do uso do cloreto de alumínio hexahidratado ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) na formação de um gel que permitisse, por calcinação, a formação do óxido de alumínio, sob diversas morfologias como fibras, pós de granulometria reduzida e peças de porosidade elevada.

Além disso, apresenta os resultados relacionados à variação de parâmetros processuais, principalmente quanto à formulação e secagem, e sua influência na morfologia dos produtos finais.

Os corpos cerâmicos obtidos foram caracterizados por análise térmica termogravimétrica e análise térmica diferencial, análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura, distribuição granulométrica por difração a laser e análise cristalográfica por difração de raios X.

### **Sumário da invenção**

10 A presente invenção descreve um processo de síntese de óxidos de alumínio que visa à obtenção de fibras cerâmicas de alumina alfa. Mais particularmente, o processo de síntese utiliza como precursores o  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , água deionizada, álcool etílico anidro, solução de hidróxido de amônio e solução de ácido acético.

15 Um objeto adicional da presente invenção é a obtenção de um produto que se caracteriza por ser uma fibra policristalina de alumina obtido por um processo simples e de baixo custo.

### **Breve Descrição das Figuras**

20 A Figura 1 apresenta alguns dos produtos obtidos através da tecnologia sol-gel.

A Figura 2 apresenta um fluxograma do procedimento experimental adotado.

25 A Figura 3 ilustra de uma maneira simplista as reações que podem ocorrer durante o processo de síntese.

A Figura 4 apresenta um diagrama que retrata a distribuição de tamanho de partículas obtidas após a secagem do gel viscoso, a  $110^\circ\text{C}$  por 12 horas.

30 A Figura 5a apresenta produtos de óxido de alumínio hidratado na forma de gel pré-desidratado, obtidos através da secagem ao ar livre, a uma temperatura variando entre  $25$  e  $30^\circ\text{C}$ .

A Figura 5b retrata os corpos porosos obtidos após a calcinação à  $800^\circ\text{C}$  do gel pré-desidratado.

A Figura 6b apresenta a morfologia das fibras não calcinadas obtidas por microscopia eletrônica de varredura – MEV.

A Figura 7 proporciona imagens de um maior detalhamento das fibras não calcinadas.

5 A Figura 8 apresenta um difratograma que comprova a presença da fase cristalina do complexo acetato hidróxido de alumínio na constituição das fibras não calcinadas.

A Figura 9 apresenta um diagrama das concentrações dos diferentes íons do sistema investigado em função do pH da solução.

10 A Figura 10 apresenta os resultados da análise termogravimétrica (ATG) e da análise termodiferencial (ATD) dos materiais sintetizados.

A Figura 11 apresenta o difratograma das amostras calcinadas a 800°C, indicando a formação da fase alumina-  $\delta$ .

15 A Figura 12 apresenta o difratograma das amostras calcinadas a 1000°C, indicando a formação da fase alumina-  $\eta$ .

Figura 13 apresenta o difratograma das amostras calcinadas a 1200°C, indicando transformação da fase  $\eta$  para duas novas fases  $\alpha$  (coríndon) e  $\upsilon$ .

### **Descrição Detalhada da Invenção**

20 O processo de síntese de óxidos de alumínio ora descrito utiliza como precursores o  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , água deionizada, álcool etílico anidro, solução de hidróxido de amônio e solução de ácido acético. Este processo visa à obtenção de fibras cerâmicas de alumina alfa.

25 Como se poderá verificar dos procedimentos experimentais, a técnica aqui descrita partiu de reagentes baratos e de fácil manipulação, adotando um procedimento simples que não requer equipamentos complexos.

### **Procedimento Experimental**

#### **1. Materiais**

O processo aqui descrito utilizou como precursor o cloreto de alumínio hexahidratado com grau de pureza analítico (p.a) - 99,9% em peso. O critério da escolha do mesmo foi a alta pureza e concentração do íon de alumínio.

Para o ajuste do pH foi empregado uma solução 30% de ácido acético glacial p.a., uma solução aquosa com 30% de amônio p.a. e água deionizada para diluição. O álcool etílico anidro p.a. foi utilizado também para a diluição e como agente acelerador da secagem.

## **2. Métodos**

O procedimento experimental baseou-se na hidrólise de cloreto de alumínio hexahidratado ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), obtendo-se uma solução límpida. Esta solução foi neutralizada a pH 7, através da adição de solução de hidróxido de amônio 30%, para a obtenção de hidróxido de alumínio, na forma de um precipitado branco gelatinoso. A Figura 2 apresenta um fluxograma do procedimento adotado.

O precipitado foi filtrado após 24 horas de repouso, lavado com água deionizada e armazenado. A filtração teve como objetivo a separação do precipitado dos demais compostos (amônia residual, cloretos e íons solúveis contaminantes da matéria-prima), além de diminuir a umidade do precipitado para facilitar a armazenagem.

A etapa seguinte foi a peptização do precipitado com solução de ácido acético 30%, sob aquecimento ( $60\text{-}70^\circ\text{C}$ ) e agitação (através de agitador magnético), sendo o precipitado primeiramente misturado com solvente, composto de uma mistura 1:1 de água deionizada e álcool etílico anidro.

O pH foi mantido em torno de 3,0 durante esta etapa, com o auxílio de adições de quantidades suficientes de uma solução de ácido acético 30%. Neste pH, há formação de uma solução límpida, sem partículas visíveis, homogênea e pouco viscosa.

Após, a solução assim obtida, foi sub-dividida em três partes, cada uma com pH ajustado diferentemente:

- (i) pH ácido – entre 3,0; 4,0 e 5,0;
- (ii) pH neutro – entre 6,0 e 7,0; e

(iii) pH básico – entre 8,0.

Seis formulações foram investigadas, diferenciadas pelo pH final da mesma. A variação do pH da solução teve por objetivo a avaliação das condições do meio sobre a estrutura do gel formado.

5 Para a formação do gel, procedeu-se a remoção do solvente (água e álcool etílico) o que torna o meio progressivamente mais viscoso até finalmente transformar-se em um gel. Com a vaporização do solvente da solução, as partículas coloidais aproximam-se e começam a construir uma rede tridimensional de Al-OH e Al-O-Al. As reações que podem ocorrer durante o  
10 processo de formação do gel podem ser visualizadas de forma simplista através da Figura 3.

A obtenção do gel ocorre, então, pela pré-evaporação do solvente sob aquecimento (70 a 80°C) e agitação. Após o ajuste de pH, a temperatura é elevada e a evaporação do solvente ocorre até a redução do volume a um  
15 quarto do volume inicial.

Desta forma, forma-se um gel branco e viscoso que é colocado em um molde. O molde, utilizado para a secagem final e solidificação do gel, constituiu-se de um cilindro de polietileno de alta densidade com volume de 40mL. A secagem ocorreu espontaneamente à temperatura ambiente.

20 Após um período de 15 dias de secagem, fibras constituídas de hidróxi-acetato de alumínio - [Al(OH)(CH<sub>3</sub>COOH)], passaram a se desenvolver na superfície do gel. Estas fibras crescem por um período de 30 dias. Após este período seu crescimento pára e se inicia um processo de degradação da estrutura da fibra devido ao excessivo tempo de secagem.

25 Logo, a secagem com prévia evaporação do solvente, leva à obtenção de fibras compostas por hidróxi-acetato de alumínio, cujo comprimento variou entre 5 e 20 mm, dependendo do período de secagem.

### **3. Resultados**

30 A utilização do processo sol-gel para a obtenção de alumina resultou em diferentes produtos que variaram quanto ao tamanho e forma, de acordo com os parâmetros processuais praticados. Assim, por exemplo, a secagem do gel



viscoso a 110°C por 12 horas levou à obtenção de um pó, cuja distribuição de tamanho de partículas – sem calcinação – é apresentada no diagrama da Figura 4, com tamanho médio de aproximadamente 2 µm.

A Figura 5a apresenta produtos de óxido de alumínio hidratado na forma de gel pré-desidratado, obtida após 15 dias através da secagem ao ar livre a uma temperatura variando entre 25 e 30°C. A perda de volume foi de cerca de 5% posterior a secagem. Com a calcinação do gel a 800°C, foram obtidos corpos porosos, apresentados na Figura 5b.

A secagem com pré-evaporação do solvente levou à obtenção de fibras com comprimento variando entre 5 e 20 mm. A figura 6a apresenta as fibras sem calcinação. A Figura 6b, obtida por microscopia eletrônica de varredura - MEV, apresenta a morfologia das fibras. Um maior detalhamento das fibras não calcinadas é proporcionado pelas imagens da Figura 7, através de micrografias obtidas por MEV com aumentos de 125, 1000 e 4000 vezes de fibras achatadas e bem mais espessas que as da Figura 6b.

Observou-se que a obtenção de alumina hidratada na forma de fibras está associada ao pH das soluções, isto é, soluções muito ácidas ou muito básicas não propiciaram a formação de fibras; estas se desenvolveram a partir de soluções com pHs intermediários (6,0 e 7,0). Isto se deve, possivelmente, à presença da fase cristalina do complexo acetato hidróxido de alumínio na solução. De fato, como se pode constatar no difratograma da Figura 8, esta fase está presente nas fibras como obtidas sem calcinação. A fase cloreto de amônio, identificada no difratograma, deve-se a traços dos reagentes originais.

A presença da fase acetato hidróxido de alumínio está relacionada à concentração do íon acetato hidróxido de alumínio  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  na solução. O diagrama da Figura 9 apresenta as concentrações dos diferentes íons do sistema investigados em função do pH da solução. Por esse diagrama, pode-se observar que a concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  mantém-se praticamente constante até cerca de pH 3,2.

### **3.1. Concentrações dos Íons X Função do pH**

Conforme relatado, soluções muito ácidas ou muito básicas não propiciaram a formação de fibras, as quais se desenvolvem a partir de soluções com pHs intermediários. Isto se deve, possivelmente, à presença da fase cristalina do complexo acetato hidróxido de alumínio  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  na solução. O diagrama da Figura 9 apresenta as concentrações dos diferentes íons do sistema investigado em função do pH da solução. Por esse diagrama, pode-se observar que a concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  se mantém praticamente constante até cerca de pH 3,2.

1) Na faixa de pH abaixo de 3, há presença preponderante dos íons  $\text{Al}^{+3}$  em solução e uma concentração muito baixa de hidróxido de alumínio. Nesta faixa de pH, mesmo com um longo tempo de secagem, o gel apresentou o aspecto de uma solução límpida e viscosa, não havendo uma precipitação significativa de hidróxido de alumínio.

2) Acima do pH 3, a concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  cai quase linearmente com o aumento do pH. A obtenção de fibras ocorre, então, a partir da cristalização lenta e orientada deste íon – na forma de acetato hidróxido de alumínio, precipitando a partir da solução.

A secagem aqui concorre para a diminuição da concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  em solução, pela diminuição da fase líquida no sistema. Porém, à medida que o pH da solução aumenta, estabelece-se uma concorrência entre a formação de fibras e a formação de um corpo poroso, como resultado da diminuição da concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  e aumento da concentração do íon  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ . A maior mobilidade deste íon aumenta a cinética de cristalização, sendo o inverso para o íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  na formação do acetato hidróxido de alumínio.

De fato, a morfologia variou de fibras a corpos porosos, passando pela formação híbrida de fibras a partir da superfície de corpos porosos, no intervalo de pH entre 3,2 e 6,9.

3) Já em soluções básicas, observou-se nos géis a formação de uma solução branca e bastante viscosa. Acima do pH 6,9 a espécie preponderante é o hidróxido de alumínio  $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ . Nesta faixa de pH, a dissociação do íon  $[\text{Al}(\text{OH})(\text{CH}_3\text{COO})]^+$  já é bastante efetiva, devido a sua baixa concentração na

solução, dando origem aos íons  $[\text{CH}_3\text{COO}]^-$  e  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ . É nesta faixa de pH que há uma formação de pó, caracterizando uma cristalização rápida e não orientada de hidróxido de alumínio.

### 5 **3.2. Análises Gráficas**

Os gráficos das análises termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD) dos produtos obtidos são apresentados na Figura 10. Independente do produto final obtido e das variações de formulação, as curvas de ATG e ATD apresentaram o mesmo comportamento.

10 As formulações apresentaram pequenos picos endotérmicos em 100, 130 e 150°C. Estes picos estão acompanhados por perdas de massa muito pequenas, sendo caracterizados, portanto, como perda de água (água de hidratação). Percebe-se em torno de 300°C um grande pico endotérmico  
15 explicado pela destruição das ligações Al–O–Al e Al–OH do gel amorfo, que constituem suas principais ligações químicas, além da perda de constituintes residuais de amônia.

Em torno de 500°C, acompanhado por uma pequena perda de massa, observa-se um pico exotérmico. Este pico pode ser atribuído à combustão dos  
20 componentes orgânicos adicionados à formulação, tais como o ácido acético e o álcool etílico.

Para avaliar o controle da formação de fases com o tratamento térmico, deve-se comparar a evolução das fases formadas a partir do difratograma apresentado anteriormente pela Figura 8, da amostra sem calcinação. Estas  
25 amostras foram obtidas pela secagem do gel em estufa a 110°C por 12 horas, e posterior desagregação por moagem manual. Por esse difratograma, detectam-se fases cristalinas de sais de amoníaco (cloreto de amônio). A outra fase cristalina identificada é o acetato hidróxido de alumínio. Esta fase surge pela reação entre o gel (formado basicamente por ligações do tipo Al–OH) e o  
30 ácido acético adicionado para a peptização do gel. Não foi possível detectar a presença de outras fases cristalinas contendo alumínio.

Acima de 600°C, não há mais perda significativa de massa, indicando que os picos a 850°C e outro em torno de 1150°C na curva de ATD representam transformações de fase.

5 O espectro de difração de raios X da amostra calcinada a 800°C, apresentado na Figura 11, não constata mais a presença de cloreto de amônio e acetato hidróxido de alumínio. Estes compostos possivelmente entraram em combustão a cerca de 500°C – ATG na Figura 10 – dando lugar a uma fase metaestável (alumina  $\delta$ ). Esta fase transforma-se em alumina- $\alpha$  através de reação levemente endotérmica acima de 1000°C. Pelo difratograma da Figura 10 11, pode-se supor que estas transformações estão incompletas, pois os picos possuem bandas amplas, indicando baixa cristalinidade.

A amostra calcinada a 1000°C, cujo difratograma é apresentado na Figura 12, indica uma transformação de fase, de alumina- $\delta$  para alumina- $\eta$ . Esta transformação pode ser observada na ATD (Figura 10) como sendo o 15 pico exotérmico em torno de 850°C.

A calcinação a 1200°C levou à formação de alumina- $\alpha$ . A fase  $\eta$  de óxido de alumínio transformou-se em alumina- $\upsilon$  e coríndon (Figura 13). A presença de alumina- $\upsilon$  é um indicativo da calcinação incompleta da alumina na 20 amostra.

### Conclusão

Os resultados aqui descritos permitem inferir as seguintes conclusões:

- é possível se obter diferentes produtos pela síntese de óxido de alumínio a partir de reações sol-gel utilizando como precursor  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ;
- 25 - os produtos obtidos variam sua morfologia de corpos porosos e pós a fibras cerâmicas que, após calcinação acima de 1000°C, apresentam as fases alumina  $\eta$ , alumina  $\upsilon$  e alumina- $\alpha$  (coríndon);
- a morfologia do produto obtido é função do pH da fase sol. No intervalo de pH entre 3,2 e 6,9, a morfologia varia de fibras a corpos porosos, passando 30 pela formação híbrida de fibras a partir da superfície de corpos porosos. À medida que o pH da solução aumenta nesse intervalo, estabelece-se uma

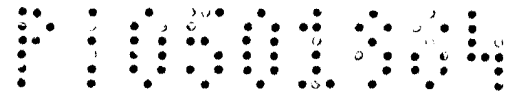
concorrência entre a formação de fibras e a formação de um corpo poroso, como resultado da diminuição da concentração do íon  $[Al(OH)(CH_3COO)]^+$  e aumento da concentração do íon  $[Al(OH)_4]^-$ ;

5 - alumina na forma de pó, com  $D_{50}$  igual  $2,0 \mu m$ , é obtida a partir de pH 6,9, onde a espécie preponderante é o  $[Al(OH)_3]$ , o que promove uma cristalização rápida e não orientada de hidróxido de alumínio.

Pode-se dizer que com a utilização do processo aqui descrito, para se produzir fibras policristalinas de alumina são necessários, como precursores: cloreto de alumínio hexahidratado ( $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ ) que apresente grau de pureza analítico; água deionizada; álcool etílico anidro; solução de hidróxido de amônio 30% (preparado a partir de amônia grau de pureza analítico); e solução de ácido acético 30% (preparado a partir de ácido acético glacial).

15 Portanto, conclui-se que o processo de produção de fibras policristalinas de alumina, aqui descrito, apresenta inúmeras vantagens, dentre as quais destaca-se:

- o fato do mesmo utilizar reagentes baratos e de fácil aquisição;
- ser o procedimento simples pelo fato de não requer equipamentos complexos;
- as fibras produzidas após a calcinação apresentarem fase cristalina composta exclusivamente por alumina alfa, não contendo sílica, sódio e seus compostos, magnésio e seus compostos ou qualquer outro dopante ou aditivo;
- o processo de formação das fibras pode ser controlado através das condições de formulação, pH e secagem; não haver etapa de extrusão das fibras nem freeze drying; o gel não precisar passar por peneiras ou por qualquer outro tipo de conformação, como spinning ou outro tipo de moldagem;
- 25 isso tudo gerando uma economia de custos em relação ao pós-processamento; e ainda
  - não haver processo de moagem e/ou fusão, o que reduz os gastos energéticos significativamente.



## Reivindicações

### Processo de síntese de óxido de alumínio e Produtos

1. Processo de síntese de óxido de alumínio, caracterizado pelo fato de partir de reações sol-gel que utilizem como precursores:  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  com grau de pureza analítico, água deionizada, álcool etílico anidro, solução de hidróxido de amônio 30% e solução de ácido acético 30%.  
5
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de apresentar etapas de: precipitação; filtração; peptização; pré-  
10 evaporação; secagem e calcinação.
3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de obter como produtos fibras cerâmicas de alumina alfa, mais particularmente micro fibras policristalinas de alumina alfa.
4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, 2 ou 3 caracterizado  
15 pelo fato do processo de formação das fibras ser controlado através das condições de formulação, pH e secagem; por não haver etapa de extrusão das fibras nem freeze drying; pelo gel não precisar passar por peneiras ou por qualquer outro tipo de conformação, como spinning ou outro tipo de moldagem; e por não haver processo de moagem e/ou fusão.
- 20 5. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de não ser um método de produção de um material compósito reforçado com fibras, mas sim um método de produção de fibras propriamente dito.
6. Processo, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo  
25 fato de a obtenção de alumina hidratada na forma de fibras estar associada ao pH das soluções.
7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de a obtenção de alumina hidratada na forma de fibras se desenvolver em soluções com pH neutro.
- 30 8. Processo, de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de ser um procedimento simples e barato.

9. Produtos obtidos através de um processo de síntese de óxido de alumínio, caracterizados pelo fato de serem fibras cerâmicas de alumina alfa, mais particularmente micro fibras policristalinas de alumina alfa.

5 10. Produtos, de acordo com a reivindicação 9, caracterizados pelo fato de variarem a morfologia, passando de corpos porosos e pós a fibras cerâmicas.

11. Produtos, de acordo com a reivindicação 10, caracterizados pelo fato de se apresentarem sob forma de fibras, pós de granulometria reduzida e peças de porosidade elevada.

10 12. Produtos, de acordo com a reivindicação 10, caracterizados pelo fato de as fibras produzidas após a calcinação apresentarem fase cristalina composta exclusivamente por alumina alfa, não contendo sílica, sódio e seus compostos, magnésio e seus compostos ou qualquer outro dopante ou aditivo

15 13. Produtos, de acordo com a reivindicação 10, caracterizados pelo fato de a morfologia ser função do pH da solução.

14. Produtos, de acordo com a reivindicação 10, caracterizados pelo fato de no intervalo de pH entre 3,2 e 6,9 a morfologia variar de fibras a corpos porosos, passando pela formação híbrida de fibras a partir da superfície de corpos porosos.

20 15. Produtos, de acordo com a reivindicação 9, caracterizados pelo fato de serem alumina na forma de pó, com  $D_{50}$  igual 2,0  $\mu\text{m}$ , obtida a partir de pH 6,9.

Figura 1

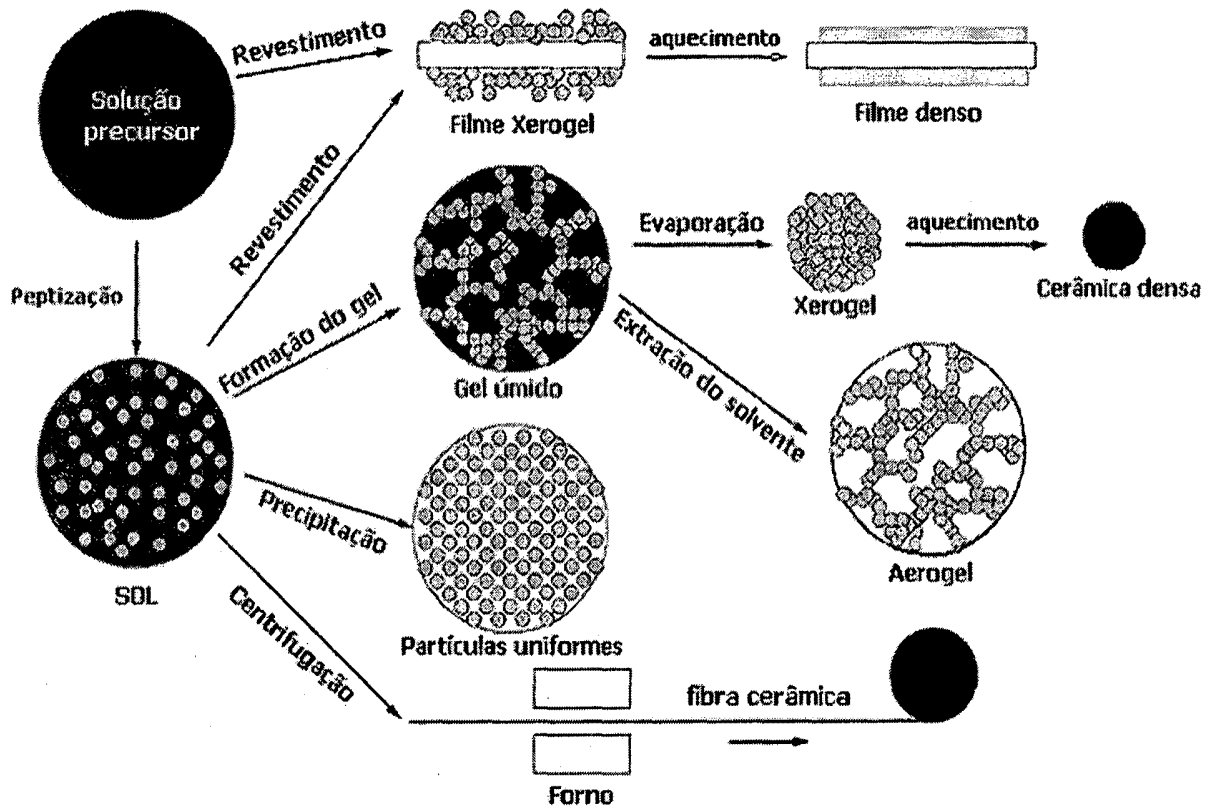




Figura 2

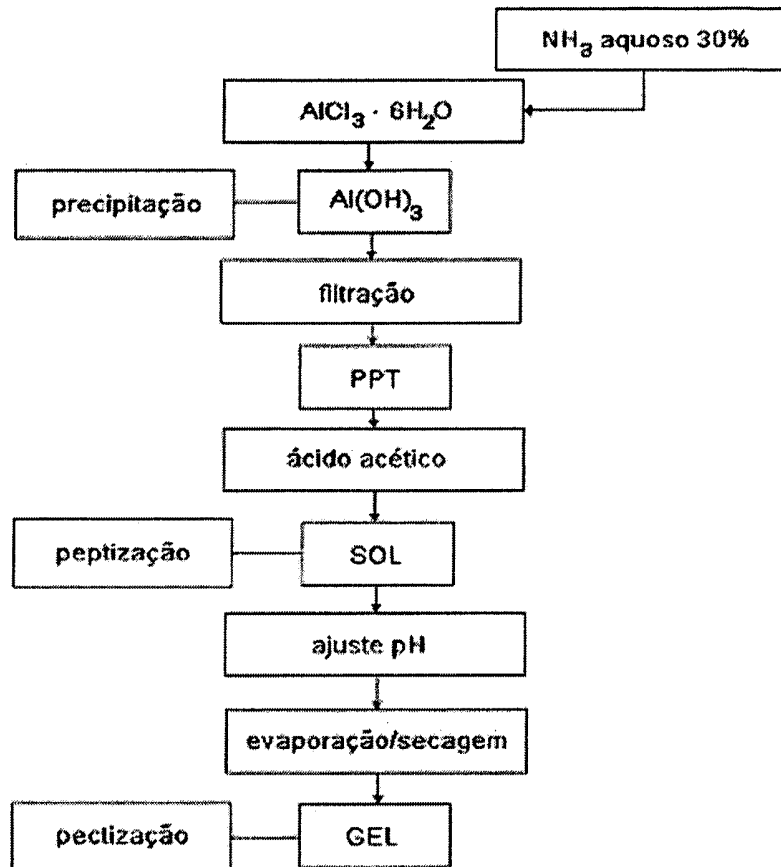


Figura 3

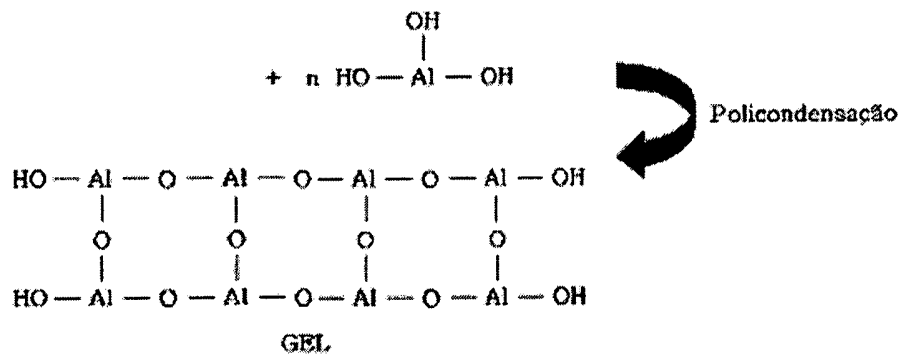
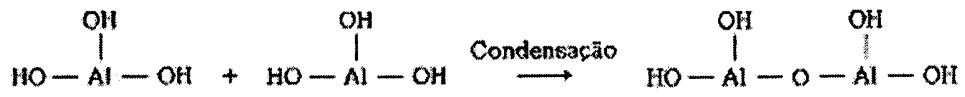
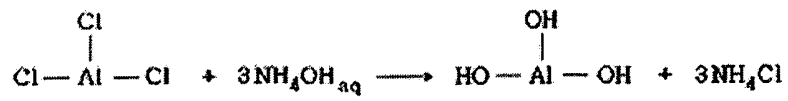


Figura 4

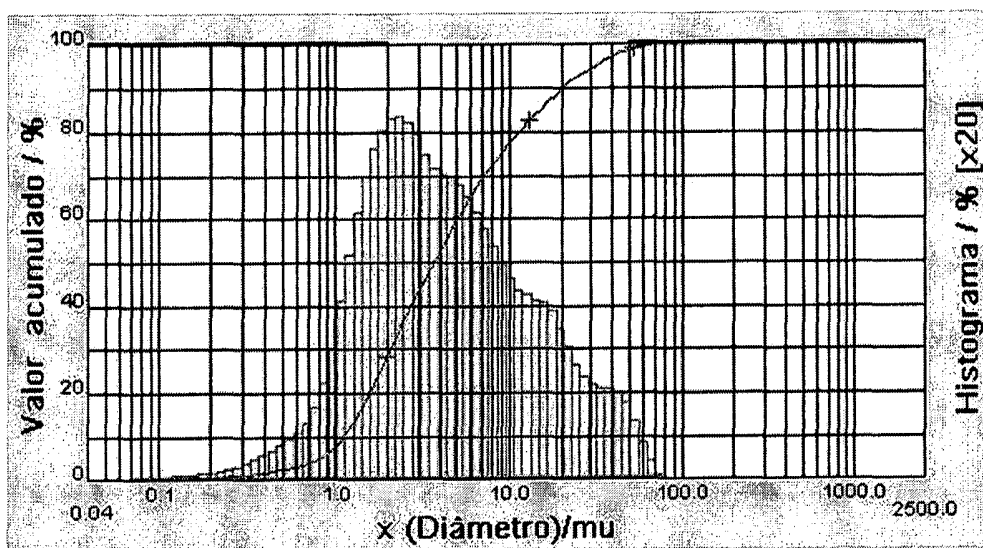


Figura 5a

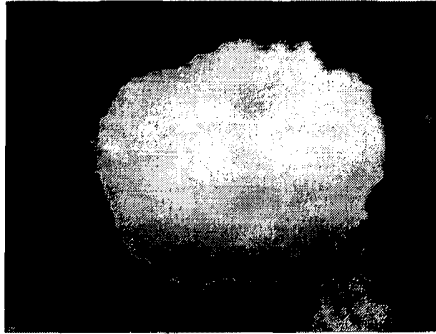


Figura 5 b

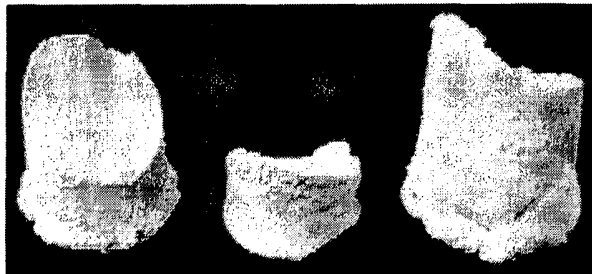


Figura 6a

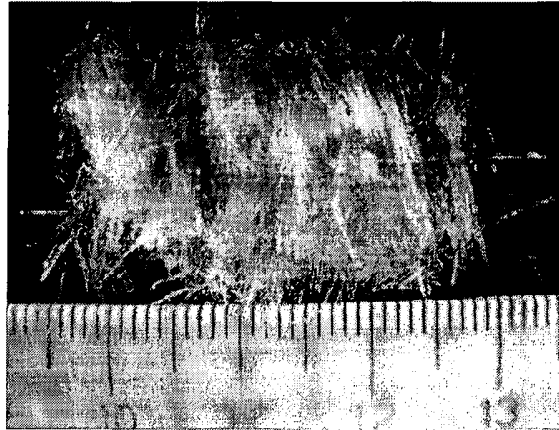
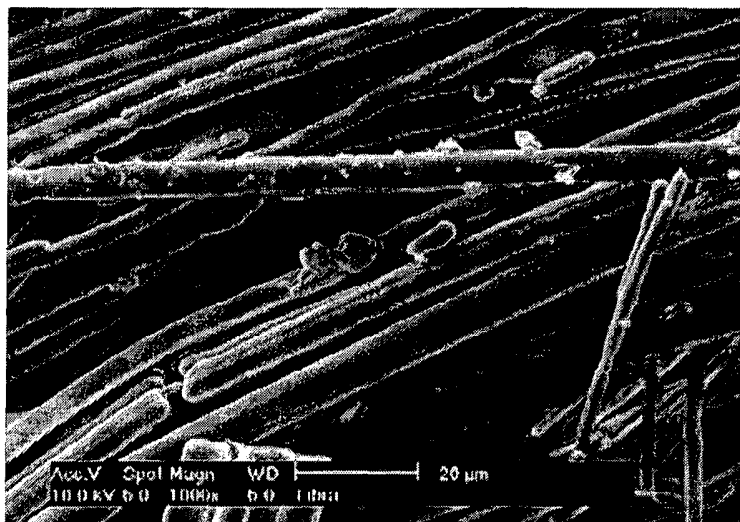
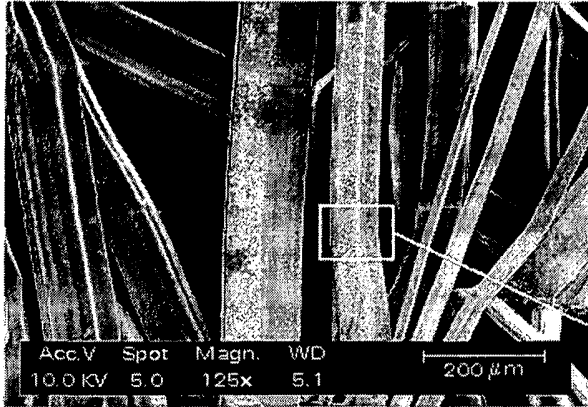


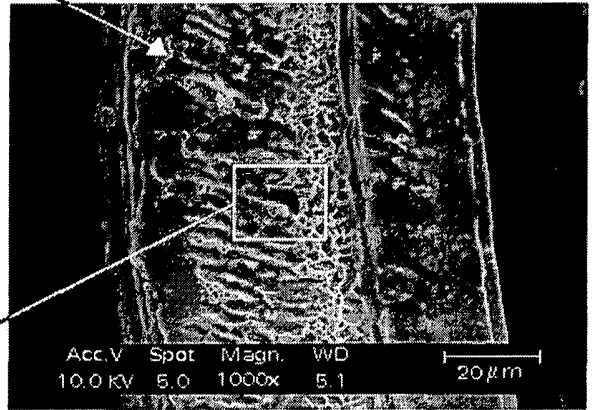
Figura 6b



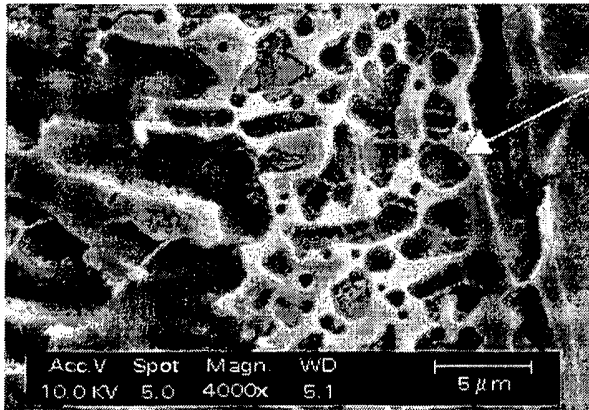
Figuras 7



a



b



c

Figura 8

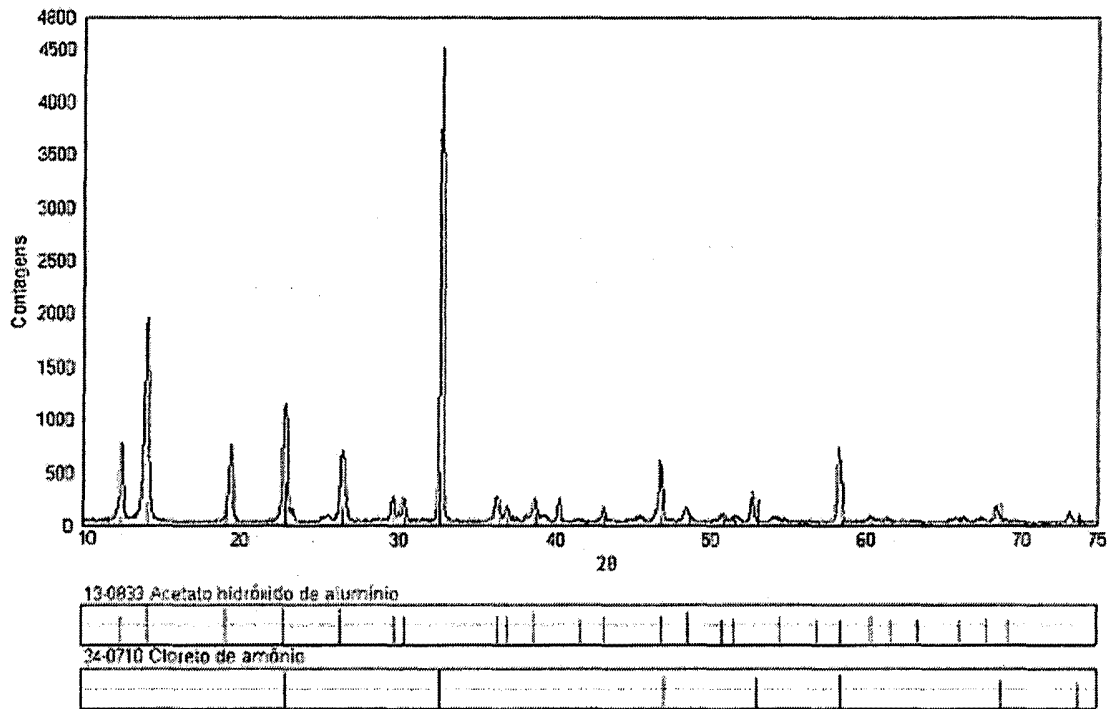


Figura 9

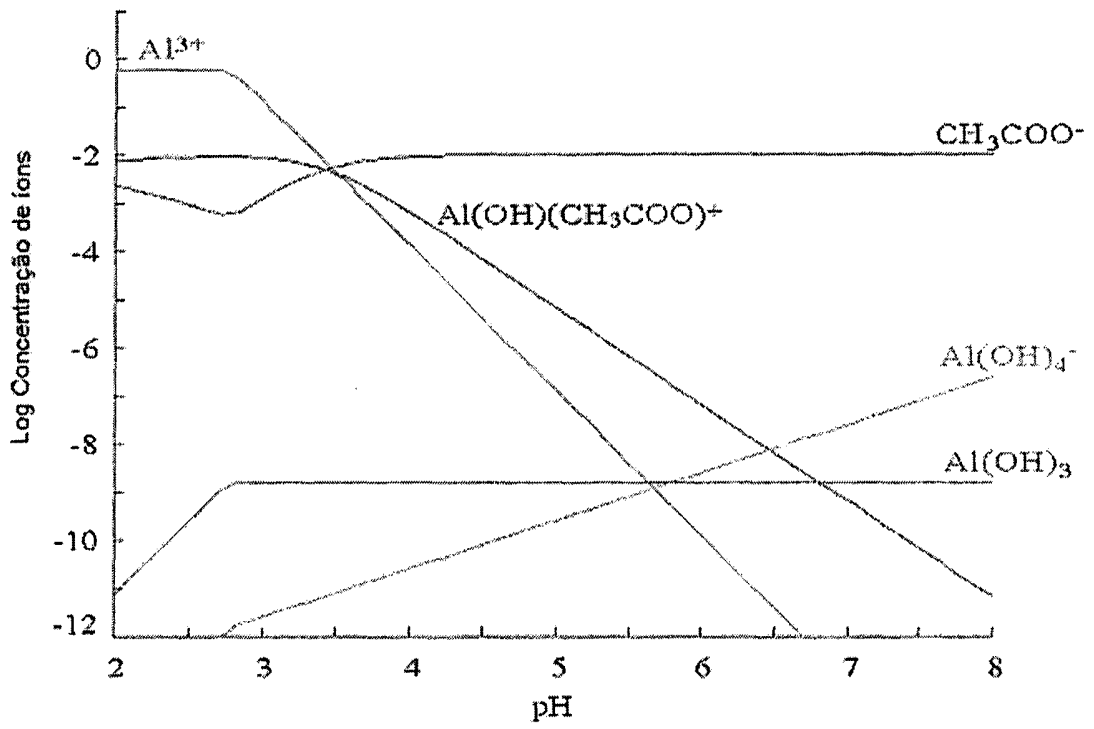




Figura 10

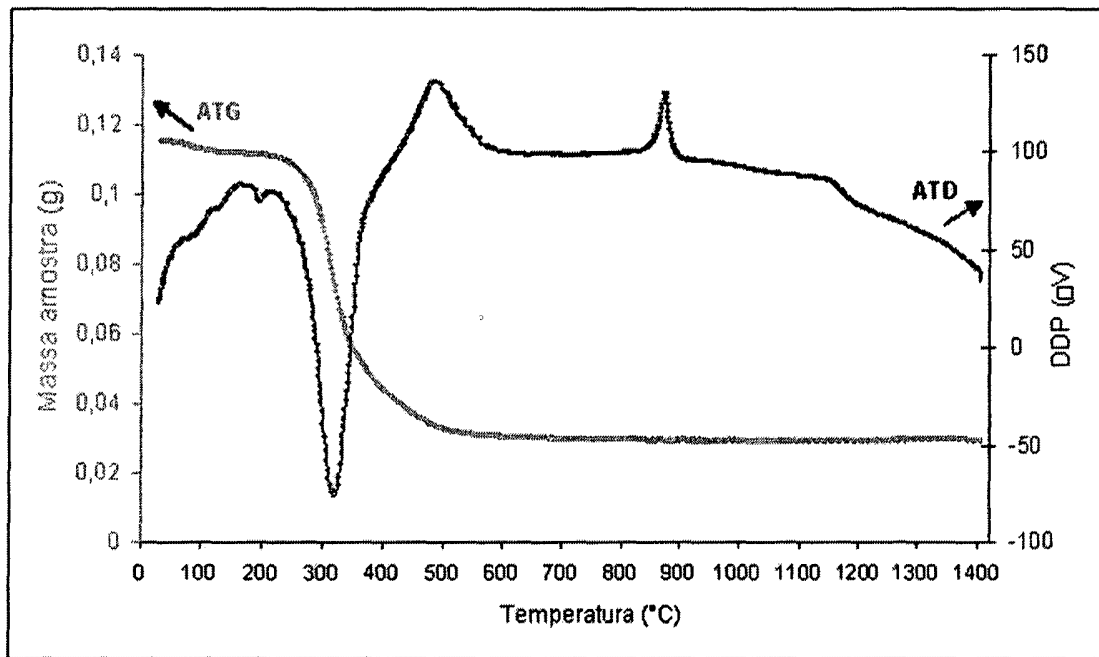


Figura 11

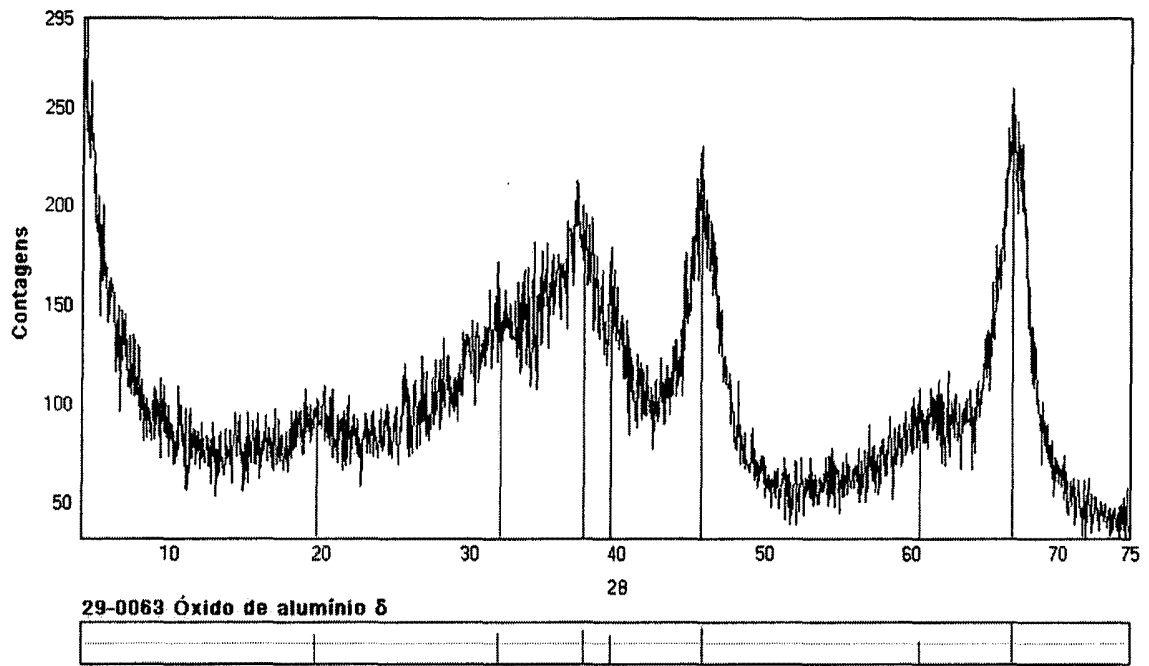


Figura 12

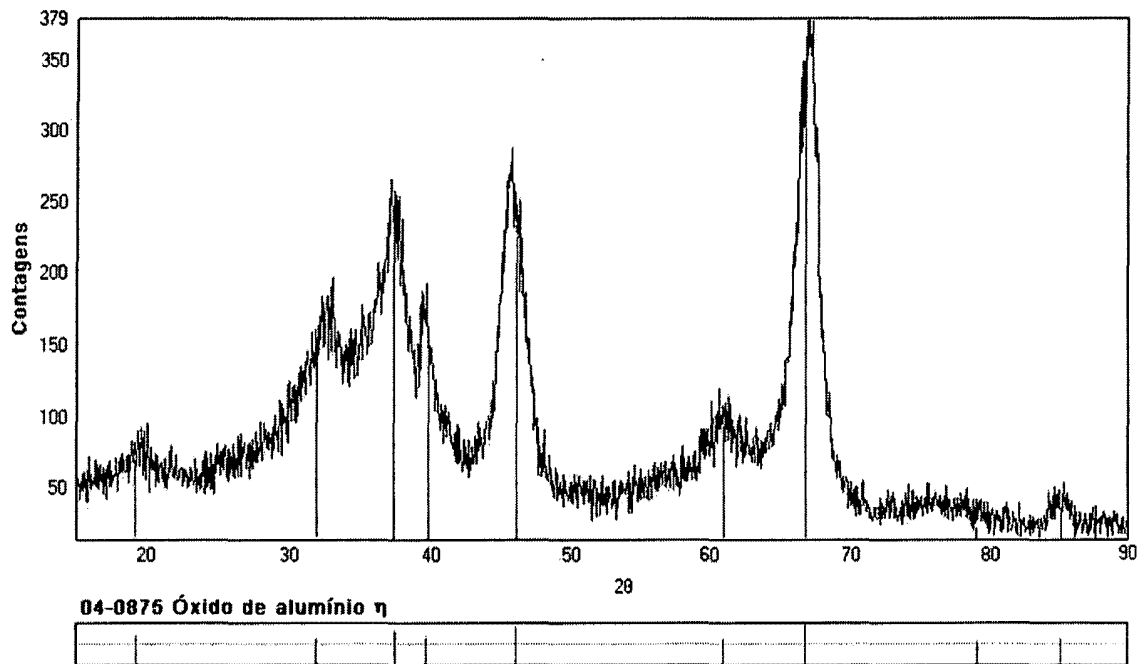
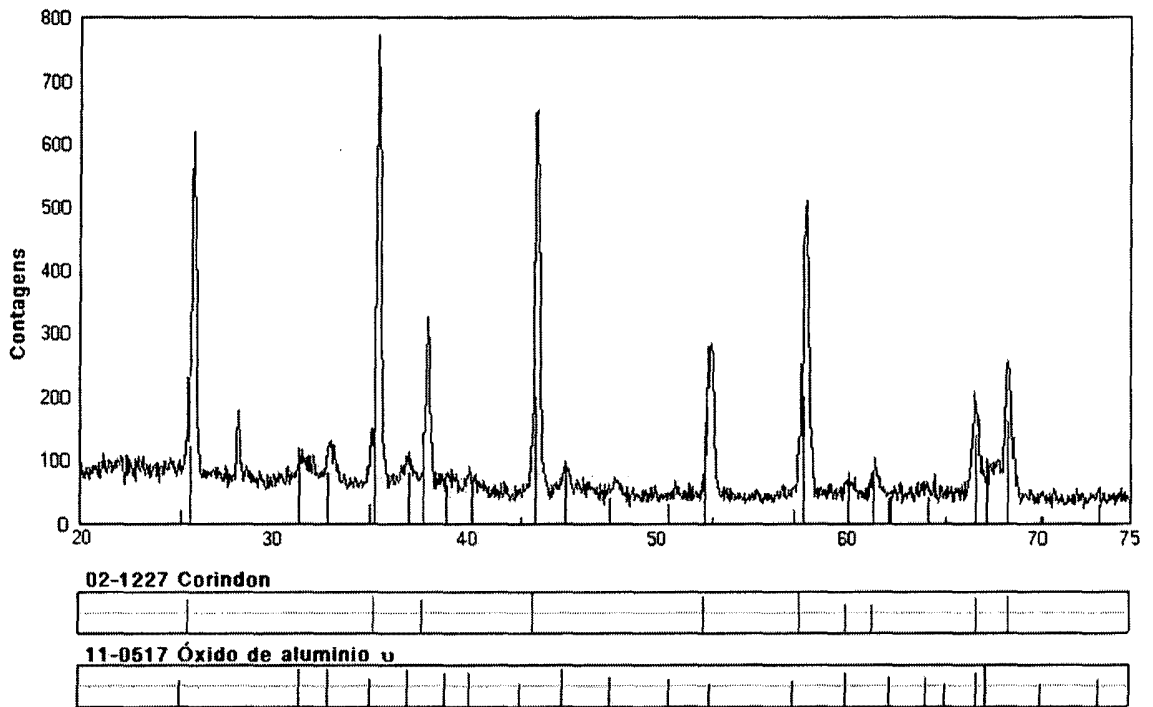


Figura 13



**Resumo****Processo de síntese de óxido de alumínio e Produtos**

A presente invenção versa sobre um processo de produção de fibras cerâmicas de alumina alfa. Mais particularmente a invenção versa sobre um processo de obtenção de micro fibras policristalinas de alumina alfa com baixo custo de fabricação e manutenção.

Adicionalmente a presente invenção descreve a obtenção de um produto que se caracteriza por ser uma fibra policristalina de alumina alfa obtido por um processo simples e de baixo custo.