

**PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PSEUDOBOEMITA COM AGENTE
DESAGREGANTE: APLICAÇÃO DA TÉCNICA DE ESPALHAMENTO DINÂMICO
DE
LUZ (DYNAMIC LIGHT SCATTERING, DLS) E POTENCIAL ZETA**

Universidade Presbiteriana Mackenzie

Coordenadoria de Fomento à Pesquisa - Pró-reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação

Laura Soares da Silva Souza ¹
Apoio: *PIBIC Mackpesquisa*

Patricia Candioto Migliari De Oliveira²

Escola de Engenharia ¹

Escola de Engenharia ²

<10419399@mackenzista.com.br>
<patricia.oliveira@mackenzie.br>

RESUMO

A nanociência consiste no estudo e aplicação de tecnologias e desenvolvimentos de soluções em que a matéria seja estudada em escala nanométrica. Por englobar um nível de complexidade muito grande, como a tendência à aglomeração, é comum encontrar a estabilidade como desafio. A utilização da Pseudoboemita – um material cerâmico nanoestruturado – possibilita otimizar soluções como a de liberação controlada de fármacos, adsorção de compostos e manutenção em estruturas de materiais para melhorias em suas propriedades. Dentre as diversas técnicas utilizadas para realizar a síntese do material, o presente estudo analisa seu comportamento frente à adição do agente poliacrilato de sódio, com o objetivo de dispersar as aglomerações inerentes do processo. Para a avaliação de sua eficácia, tamanho de partícula e grau de dispersão foi utilizado o DLS (Dynamic Light Scattering) e o potencial zeta. Contudo, as análises não indicaram que a adição de poliacrilato de sódio promoveu a desaglomeração das partículas.

Palavras-chave: Nanotecnologia; Pseudoboemita; Dispersão; Análise

ABSTRACT

Nanoscience consists of the study and application of technologies and solution developments in which matter is examined at the nanometric scale. Due to its high level of complexity, such as the tendency to agglomerate, stability is often encountered as a challenge. The use of Pseudoboehmite—a nano-structured ceramic material—enables the optimization of solutions such as controlled drug release, compound adsorption, and the maintenance of material structures to improve their properties. Among the various techniques used for the synthesis of the material, the present study analyzes its behavior in response to the addition of the sodium polyacrylate agent, aiming to disperse the inherent agglomerations in the process. To evaluate its effectiveness, particle size and dispersion degree were measured using DLS (Dynamic Light Scattering) and zeta potential. However, the analyses indicated that the addition of sodium polyacrylate did not promote the deagglomeration of the particles.

Keywords: Nanotechnology; Pseudoboehmite; Dispersion; Analysis

1. INTRODUÇÃO

Para a realização de melhorias em propriedades da matéria e agregação de novas aplicações, a nanotecnologia mostra-se extremamente eficaz devido sua ciência ser aplicada em escalas atômica, molecular e macromolecular – e assim, as propriedades que em sua maioria dependem do tamanho da partícula, passam a ser rearranjadas e desenvolvem-se soluções extremamente específicas e enriquecedoras para a comunidade científica.

Apesar de apresentar-se como uma ciência próxima da perfeita quando tratamos dos resultados, o desenvolvimento e construção de novas aplicações e linhas de estudos englobam uma complexidade elevada. Uma das principais variáveis é o fator de aglomeração de partículas que, ao acontecer, o material deixa de acrescentar grande parte de suas propriedades – e então torna-se não compatível à nanociência. Acompanhar essa tangente nos possibilitou a percepção da necessidade de aprimorar a garantia de resultados esperados, já pode haver muito investimento tratando apenas na síntese do material nanométrico, sem considerar seus testes de aplicações posteriores.

A Pseudoboemita, como material cerâmico nanométrico, gera um amplo campo de aplicações em diversas áreas como medicina, engenharias ambiental e civil, porém possui grande tendência de aglomeração. Nesse contexto, foi adicionado o dispersante poliacrilato de sódio para que os seus efeitos fossem estudados e comprovados como eficientes ou não.

Portanto, o estudo visa avaliar o tamanho de partícula de um nanomaterial em diferentes porcentagens de dispersante. Além da avaliação final desejada, a Pseudoboemita deve ser sintetizada – com e sem adição de dispersante – e então analisar o tamanho de partícula e o grau de dispersão utilizando DLS (Dynamic Light Scattering) e o potencial zeta.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. NANOMATERIAIS

Para a realização de melhorias em propriedades da matéria e agregação de novas aplicações, a nanotecnologia mostra-se extremamente eficaz devido sua ciência ser aplicada em escalas atômica, molecular e macromolecular – e assim, as propriedades que em sua maioria dependem do tamanho da partícula, passam a ser rearranjadas e desenvolvem-se soluções extremamente específicas e enriquecedoras para a comunidade científica.

Em seu encadeamento, os nanomateriais são de interesse potencial aos efeitos induzidos pelo tamanho da área superficial, uma vez que o aumento de sua área representa um significativo aumento de sua reatividade desempenhando importante papel nos processos químicos. (DURAN; MATTOSA; MORAIS, 2006).

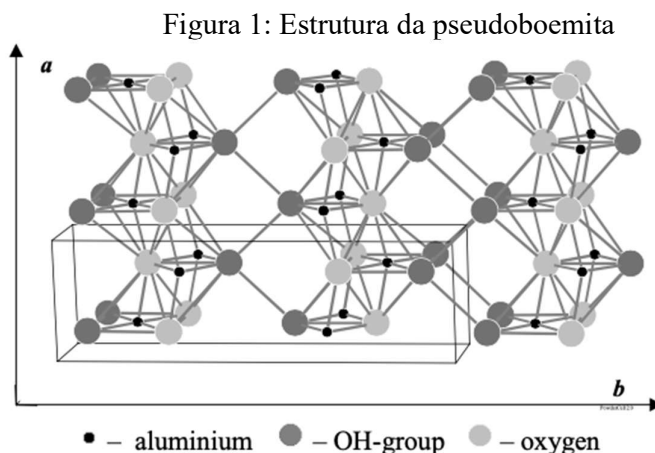
Apesar de apresentar-se como uma ciência próxima da perfeita quando tratamos dos resultados, o desenvolvimento e construção de novas aplicações e linhas de estudos englobam uma complexidade elevada. Uma das principais variáveis é o fator de aglomeração de partículas que, ao acontecer, o material deixa de acrescentar grande parte de suas propriedades – e então torna-se não compatível à nanociência. Acompanhar essa tangente nos possibilitou a percepção da necessidade de aprimorar a garantia de resultados esperados, já pode haver muito investimento tratando apenas na síntese do material nanométrico, sem considerar seus testes de aplicações posteriores.

2.2. PSEUDOBOEMITA

A pseudoboemita é um polímero inorgânico (material cerâmico) constituído de uma rede de óxido inorgânico e possui semelhanças com a estrutura da boemita. (BARBOSA, 2019). Segundo Dos Santos e Munhoz Jr. (2020) a pseudoboemita ($\text{AlOOH} \cdot x\text{H}_2\text{O}$) é um oxi-hidróxido de alumínio, sendo um dos precursores da alumina.

Segundo Santos, Viera e Camada (2009 apud BARBOSA, 2019), a pseudoboemita é um material sintético com estrutura semelhante à da boemita (figura 1). Rocha (2013 apud BARBOSA, 2019) cita que a pseudoboemita é composta por partículas de morfologia fibrilar não encontrada na natureza, constituindo assim, um material sintético.

A pseudoboemita possui uma estrutura constituída de duas camadas de octaedros de oxigênio preenchidas com cátions de alumínio, sendo ortorrômbica ($a = 0,36936 \text{ nm}$, $b = 1,2214 \text{ nm}$, $c = 0,28679 \text{ nm}$) (KLOPROGGE et al., 2006).



Fonte: MOROZ et al. 2006

A boemita, assim com a pseudoboemita, é classificada como material cerâmico. Materiais cerâmicos são materiais inorgânicos e não metálicos, compostos por silicatos, óxidos, nitretos e carbetos. Dentro deste grupo são identificados os óxidos de alumínio (Al_2O_3), dióxido de silício (SiO_2), carbetos de silício (SiC) e nitreto de silício (Si_3N_4). (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018).

Dos Santos e Munhoz Jr. (2020) citam que a pseudoboemita pode ser obtida pelo processo sol-gel, utilizando alcóxidos, cloreto ou nitrato de alumínio. Estes autores citam que a pseudoboemita obtida por este processo apresenta dimensão nanométrica, proporcionando maior homogeneidade nas dimensões dos poros e grande área específica.

A pseudoboemita ($\gamma\text{-AlOOH}$), embora seja um nanomaterial cerâmico atrativo devido à sua alta área superficial, facilidade de formação de compósitos e filmes, e aplicabilidade em catálise, apresenta elevada tendência à aglomeração. Estudos anteriores demonstraram que a síntese e o tratamento da pseudoboemita com NaPA resultam em partículas menores, mais uniformes e com potencial zeta de maior magnitude, indicando maior estabilidade eletrocinética (YANG et al., 2014).

Portanto, o estudo visa avaliar o tamanho de partícula de um nanomaterial em diferentes porcentagens de dispersante. Além da avaliação final desejada, a Pseudoboemita deve ser sintetizada – com e sem adição de dispersante – e então analisar o tamanho de partícula e o grau de dispersão utilizando DLS (Dynamic Light Scattering) e o potencial zeta.

2.3. POLIACRILATO DE SÓDIO

As partículas em escala nanométrica apresentam tendência natural à aglomeração. Para sua aplicação em processos industriais, torna-se imprescindível obter uma dispersão estável, ou seja, que impeça a formação de agregados. A dispersão de partículas sólidas em um meio líquido requer a superação das forças responsáveis pela separação entre as fases sólida e líquida. (SOARES, 2009).

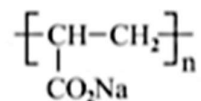
Um sistema composto por partículas sólidas suspensas em meio líquido, as forças que atuam são a força gravitacional, que tende a decantar as partículas; a força viscosa, que representa a resistência ao movimento das mesmas; e a energia entre as partículas e moléculas que causa o movimento Browniano (movimento aleatório das partículas) (SOARES, 2009).

As partículas sólidas em um meio líquido podem ser dispersas de três maneiras: dispersão eletrostática, estérica e eletroestérica. (ABREU, 2011).

O mecanismo eletrostático baseia-se na geração de cargas na superfície das partículas, promovendo sua repulsão mútua. No mecanismo estérico, a estabilização ocorre por meio da adsorção de aditivos poliméricos, que formam uma camada de proteção ao redor das partículas. O mecanismo eletroestérico envolve a adsorção de polímeros ionizáveis (catiônicos ou aniônicos) na superfície particulada, resultando na formação de uma dupla camada responsável pela repulsão elétrica adicional. (PINTO, 2019; ABREU, 2011).

Os poliacrilatos estão entre os dispersantes mais utilizados na estabilização de suspensões cerâmicas de α -alumina. O ácido poliacrílico, comercialmente tem seus grupos ácidos neutralizados com hidróxido de sódio, resultando no poliacrilato de sódio. (ABREU, 2011). A figura 2 apresenta a estrutura química do poliacrilato de sódio.

Figura 2 - Estrutura química do Poliacrilato de Sódio



Fonte: ABREU (2011)

Polieletrólitos dispersantes, como o poliacrilato de sódio (NaPA), têm sido amplamente empregados na prevenção da aglomeração em sistemas coloidais. Seu mecanismo de atuação está associado, principalmente, à repulsão eletrostática, promovida por camadas adsorvidas à superfície das partículas, que atuam na membrana eletrocinética e dificultam a aproximação excessiva entre elas. Em suspensões aquosas de hidróxido de magnésio, a adição de NaPA

demonstrou redução da viscosidade e manutenção da estabilidade por períodos prolongados, conforme evidenciado pelas análises de Espalhamento Dinâmico de Luz (DLS) e de potencial zeta. (GUO et al., 2016).

2.4. PROCESSO SOL-GEL

O processo sol-gel é uma rota sintética, realizadas em baixas temperaturas, onde se forma uma rede polimérica inorgânica por reações de geleificação. (DE PAULA 2023).

Segundo Masson e Belino (2021), no processo sol-gel ocorre a formação de uma suspensão de partículas de tamanho coloidal dispersas num líquido (sol), e sua transformação numa rede contínua (gel). Em condições apropriadas, este processo dá origem a um gel úmido, e que passando por etapas de envelhecimento, secagem e densificação, resultará um produto sólido.

Barbosa (2019) cita que o processo sol-gel é facilmente reconhecido por se tratar de uma rota de síntese de materiais onde ocorre em determinado momento a transição do sistema sol para o sistema gel.

Segundo De Paula (2023), o termo sol é empregado para definir uma suspensão de partículas coloidais (dimensão entre 1 a 100 nm) estável em um fluido. Já o termo gel, é considerado uma agregação de partículas coloidais gerando uma estrutura rígida de partículas coloidais que imobiliza a fase líquida nos seus interstícios.

Esta mesma autora cita que o processo sol-gel pode ser dividido em estágios sequenciais, onde o pH é um fator dependente, incluindo a hidrólise de precursor, a policondensação do monômero, a formação de partículas sólidas e na sequência, o crescimento e agregação de partículas para produzir gel.

2.5. ESPALHAMENTO DINÂMICO DE LUZ (DYNAMIC LIGHT SCATTERING)

Na técnica de análise de espalhamento dinâmico de luz (Dynamic Light Scattering-DLS ou análise correlação de fótons), as partículas dispersas em um fluido têm suas posições relativas, pois mudam em solução devido ao movimento browniano e quando uma partícula é iluminada por uma fonte de luz, como um laser, espalhará luz em todas as direções. Portanto, essa análise fornece informações sobre o movimento das partículas, movimento este que é a causa das flutuações da intensidade. (NOMURA et al., 2013).

O(s) coeficiente (s) de difusão de nanopartículas é então calculado ajustando a função de autocorrelação e usado para determinar o diâmetro hidrodinâmico (ou raio) das partículas

através da equação de Stokes Einstein (equação 1) para o cálculo do diâmetro efetivo (D_{ef}), das partículas em equilíbrio térmico com o solvente:

$$D_{ef} = \frac{k_B T}{3\pi\eta D_T} \quad (1)$$

Sendo k_B a constante de Boltzmann, T a temperatura e η a viscosidade do solvente. Para o diâmetro efetivo, conta-se o diâmetro da partícula associada a contra-íons e camadas de hidratação que difundem junto com a partícula. A análise assume que o objeto medido é de forma esférica. (CAPUTO et al., 2019).

A intensidade da luz espalhada pelas partículas depende do tamanho das mesmas e, portanto, as maiores se dispersam intensamente em menores ângulos e partículas menores se espalham com menor intensidade em ângulos mais amplos (BHATTACHARJEE, 2016). Se as moléculas/partículas mudarem suas posições relativas por uma distância da ordem de metade do comprimento de onda da fonte de luz a intensidade vai mudar significativamente. (GENDAL, 2019, apud ARAÚJO, 2019).

A técnica de Espalhamento Dinâmico de Luz (DLS) é amplamente empregada para a determinação do tamanho de proteínas, ácidos nucleicos, micelas e carboidratos, além de possibilitar a medição de partículas com dimensões inferiores a um nanômetro. Adicionalmente, o método pode ser utilizado para estimar o peso molecular das partículas e identificar diferentes tipos de moléculas presentes em uma mesma solução. (FIELDS, 2018). O conhecimento do tamanho de partículas é um parâmetro importante para a indústria e diversas aplicações devido à relação existente entre o tamanho de partícula e as propriedades dos materiais.

Nos materiais cerâmicos, verifica-se que o tamanho das partículas afeta fortemente a microestrutura e força, uma vez que, com a diminuição do tamanho das partículas, a porosidade aparente diminui gradualmente, levando a um aumento na resistência à compressão. (ALI et al., 2017).

A caracterização desses sistemas é fundamental para compreender seu comportamento coloidal. O DLS é amplamente empregado para estimar o diâmetro hidrodinâmico e a distribuição de tamanho de partículas (PSD) em suspensão, a partir da análise da difusão de luz provocada pelo movimento browniano (BERNE; PECORA, 2000). De forma complementar, a medida do potencial zeta fornece informações sobre a carga superficial e a estabilidade das dispersões, sendo que valores absolutos elevados estão associados a sistemas mais estáveis

(HUNTER, 2001). A aplicação conjunta dessas técnicas oferece um panorama abrangente sobre a eficiência do dispersante e a estabilidade do sistema ao longo do tempo.

2.6. POTENCIAL ZETA

Os fenômenos elétricos estão relacionados ao movimento de partículas carregadas ao longo de um movimento em uma superfície carregada. Este efeito causado pela formação de cargas na interface de potencial é chamado de Zeta. O potencial Zeta é, portanto, é utilizado para a diferença de potencial entre a superfície de cada colóide e sua suspensão líquida, usada em operações de rotina, medidas de controle de qualidade e departamentos de pesquisa. (JEFFERSON et al., 2004). O potencial Zeta não pode ser medido diretamente, por isso é calculado rastreando o movimento de partículas carregadas em um campo de tensão, conhecido como mobilidade eletrostática (EM). As medições do EM podem ser expressas em micron por segundo, que é uma medida de velocidade, ou em volts por centímetro, que é um indicador da intensidade do campo elétrico. Portanto, a mobilidade elétrica é uma medida relativa de quão rápido uma partícula se move em um campo elétrico. Os potenciais zeta podem ser calculados a partir de medições eletro cinéticas e os resultados podem ser expressos em milivolts, embora esta seja uma estimativa aproximada porque representa estabilidade coloidal. (JEFFERSON et al., 2004).

As partículas em suspensão em um líquido migram sob a influência de um campo elétrico aplicado. A migração ocorre porque as partículas são carregadas negativamente ou positivamente, dependendo da configuração do sistema.

Na prática, uma suspensão coloidal diluída é introduzida em um recipiente com dois eletrodos e uma voltagem é aplicada à suspensão. Partículas com uma carga líquida se movem em direção ao eletrodo de carga oposta, quanto maior sua carga, maior o campo elétrico aplicado e maior a velocidade. Para nanopartículas em faixa de pH de 5 ± 8 , o potencial zeta é geralmente de -14 a -30 mV. (JEFFERSON et al., 2004). A introdução do agente coagulante atua na desestabilização, que é a diminuição do potencial zeta, pois o eletrólito reduz as forças repulsivas permitindo que a ação das forças atrativas de van der Waals promovam a agregação e conseqüentemente a formação dos aglomerados. Ou seja, a adição do coagulante aumentará o potencial zeta até zero e diminuirá as forças de repulsão.

3. METODOLOGIA

Para a realização deste trabalho, a metodologia foi dividida em duas etapas: a obtenção da pseudoboemita com e sem dispersante, e a caracterização das nanopartículas de pseudoboemita. Todos os procedimentos foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

3.1. SÍNTESE DA PSEUDOBOEMITA SEM DISPERSANTE

O primeiro procedimento realizado foi a obtenção da pseudoboemita, conforme a reação química a seguir (Equação 2).



A pseudoboemita foi sintetizada pelo processo sol-gel, conforme descrito por Pacheco (2020). Os reagentes utilizados para esta síntese são apresentados na Tabela 01.

Tabela 1: Reagentes utilizados na síntese da pseudoboemita

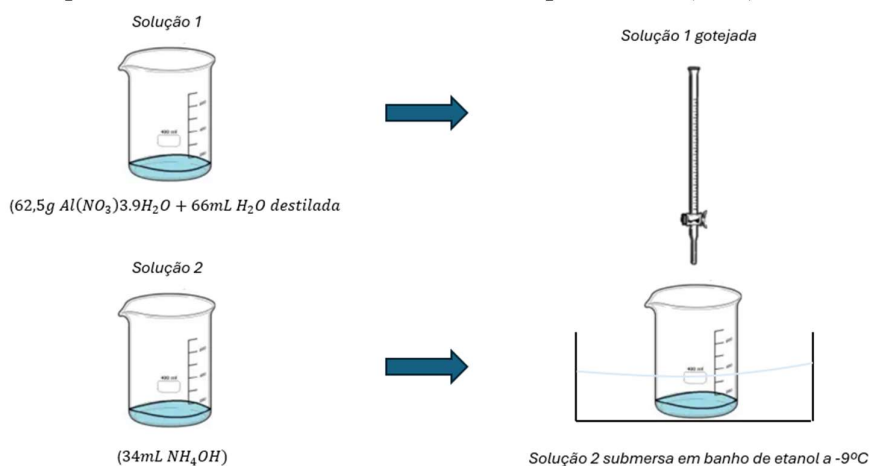
Reagente	Concentração
Nitrato de Alumínio ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)	950 g/L
Hidróxido de Amônio (NH_4OH)	28%

Fonte: De autoria própria

A partir da reação representada na equação 2, realizou-se então, os cálculos estequiométricos para a obtenção da massa de pseudoboemita necessária para a realização dos ensaios (10 g).

A figura a seguir representa o processo de obtenção da pseudoboemita.

Figura 3 - Esquema da obtenção de Pseudoboemita a partir de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e NH_4OH



Fonte: De autoria própria

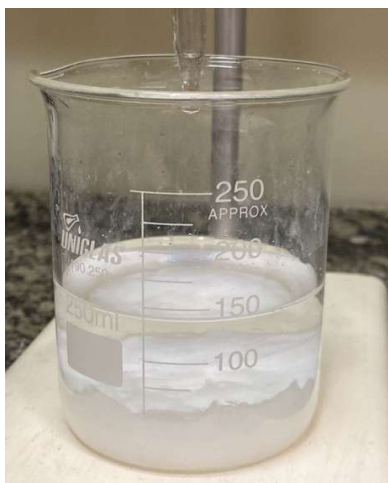
A solução 1 (figura 3), contendo nitrato de alumínio e água, que inicialmente apresentou-se numa cor branca leitosa, foi agitada utilizando um agitador magnético, até a solução ficar transparente.

A solução de nitrato de amônio foi acondicionada em um banho preparado com uma solução de etanol a -9°C . Então, utilizando uma bureta, a solução de nitrato de alumínio (solução 1) foi gotejada sobre a solução de hidróxido de amônio (solução 2) (figura 3)

Foi realizado o controle de pH, para manter o pH básico.

A figura a seguir apresenta as etapas da obtenção da pseudoboemita.

Figura 4 - Solução de nitrato de alumínio (bureta) sendo gotejada na solução de hidróxido de amônio.



Fonte: De autoria própria

Ao término da adição do nitrato de alumínio (gota a gota) sobre a solução de hidróxido de amônio, o precipitado de pseudoboemita foi obtido.

A figura 5 apresenta a pseudoboemita obtida.

Figura 5 – Precipitado de pseudoboemita obtido.



Fonte: De autoria própria

Em seguida, a solução de pseudoboemita foi lavada e filtrada, utilizando uma bomba a vácuo, com água destilada, até pH neutro. Esse processo de lavagem foi executado com água destilada para a remoção do excesso de hidróxido de amônio, deixando o pH neutro.

Figura 6: Processo de filtração



Fonte: De autoria própria

A figura a seguir apresenta o precipitado obtido após ser lavado e filtrado (figura 7).

Figura 7: Precipitado após a filtração



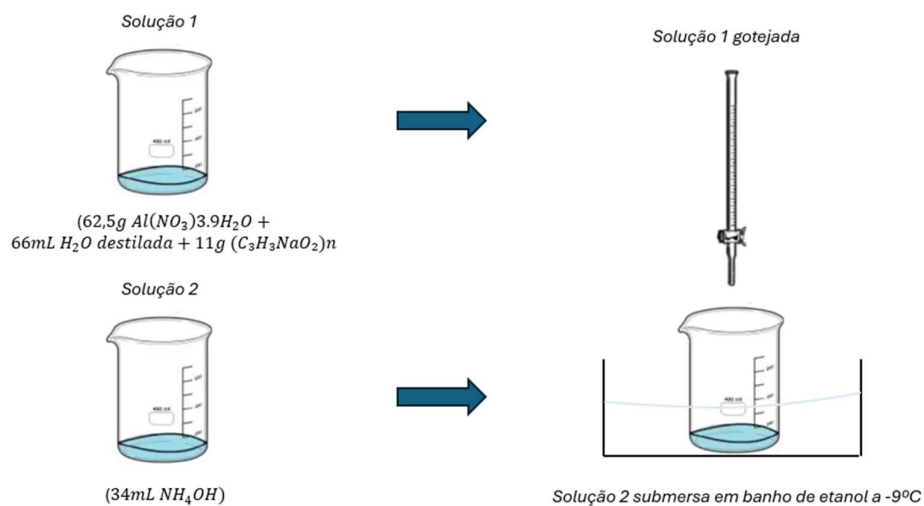
Fonte: De autoria própria

O precipitado obtido apresentado em textura de gel, foi separado em duas partes: uma reserva do gel foi realizada e, o restante, foi acondicionado em placas de Petri e congelados por 24 horas para posterior liofilização em Liofilizador LS 3000, marca Terroni, disponível no Laboratório de Caracterização de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie. Com a amostra liofilizada, iniciou-se os procedimentos para caracterização da pseudoboemita.

3.2. SÍNTESE DA PSEUDOBOEMITA COM DISPERSANTE

Para a obtenção da Pseudoboemita com dispersante, o processo se mantém similar, porém ao realizar a da solução de nitrato de alumínio (solução 1), foram adicionadas 11g de Poliacrilato de sódio na mistura.

Figura 8 - Esquema da obtenção de Pseudoboemita a partir de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e NH_4OH e Poliacrilato de sódio



Fonte: De autoria própria

O procedimento se segue com as mesmas etapas que a obtenção sem poliacrilato, sendo uma parte reservada em gel e a segunda, congelada por 24 horas em placas de Petri e assim, liofilizada em Liofilizador LS 3000, marca Terroni, disponível no Laboratório de Caracterização de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

3.3. CARACTERIZAÇÃO DA PSEUDOBOEMITA

A pseudoboemita foi caracterizada por meio das técnicas de espectroscopia de correlação de fótons (Dynamic Light Scattering – DLS) e potencial zeta, além de difração de raios X (DRX) e análise térmica. Para as análises de DLS e potencial zeta, utilizou-se a amostra na forma de gel, a partir da qual foram preparadas soluções com diluição de 1g de Pseudoboemita com 75mL de água destilada, tornando a solução adequada para leitura nos respectivos equipamentos.

Estas amostras foram levadas para balões de fundo chato e ficaram sob aquecimento em seu ponto de ebulição por 24 horas, conforme apresentado na figura 9.

Figura 9 - Processo de aquecimento durante 24h



Fonte: De autoria própria

Ao final do período estabelecido, as amostras foram caracterizadas quanto ao tamanho de partícula (DLS) e ao grau de dispersão (potencial zeta). As análises foram conduzidas em temperatura ambiente, mantendo-se as amostras sob agitação ultrassônica em banho ELMASONIC P durante 30 minutos. Posteriormente, análise seguiu utilizando o equipamento analisador de partículas ANTON PAAR LITESIZER 500, disponível no Laboratório de

Caraterização de Materiais da Universidade Presbiteriana Mackenzie, onde as medidas foram obtidas.

4. RESULTADO E DISCUSSÃO

A seguir são apresentados os resultados dos ensaios realizados para a caracterização da pseudoboemita sintetizada.

4.1 SÍNTESE DA PSEUDOBOEMITA

Para a síntese da pseudoboemita é importante observar que o gotejamento lento da fase ácida na fase básica é necessário para se manter o pH constante e alcalino (aproximadamente 8), uma vez que o pH em valores ácidos irá proporcionar a síntese de outros materiais indesejados. Sendo assim, o acompanhamento e ajuste do pH quando necessário foi realizado.

4.2 POTENCIAL ZETA e DLS

Na tabela 2 são observados os resultados para a taxa de dispersão, potencial Zeta e diâmetro hidrodinâmico para cada síntese realizada.

Tabela 2 - Resultados do potencial zeta e tamanho de partícula.

Amostra	Massa de Poliacrilato de Sódio (g)	Potencial Zeta (mv)	Diâmetro Hidrodinâmico (nm)
1	0	50,29	141,19
2	1	-29,20	406,23
3	2	-33,18	478,37
4	3	-34,07	405,86
5	5	-30,07	376,34
6	7	-28,59	467,26
7	9	-29,79	540,56
8	11	-25,77	856,26

Fonte: De autoria própria

A indicação de como as partículas suspensas interagem entre si é feita pelo potencial zeta. Cargas opostas se atraem e cargas iguais se repelem (DINGER, 2005 apud PERES, 2020). De acordo com ALEXANDRINO (2013), sistemas contendo partículas com potencial zeta mais altos tendem a uma dispersão mais estável e então, partículas com menores valores de potencial zeta apresentam tendência em formar flocos, caracterizando o sistema como instável. O quadro 01 a seguir, relaciona o potencial zeta com a estabilidade do sistema

Quadro 1: Efeito do potencial zeta na estabilidade do sistema

Potencial zeta (mV)	Estabilidade	Floculação ↓ Dispersão
0 à ± 5	rápida coagulação	
± 10 à ± 30	estabilidade baixa	
± 30 à ± 40	estabilidade moderada	
± 40 à ± 60	estabilidade alta	
Acima de ± 61	Estabilidade excelente	

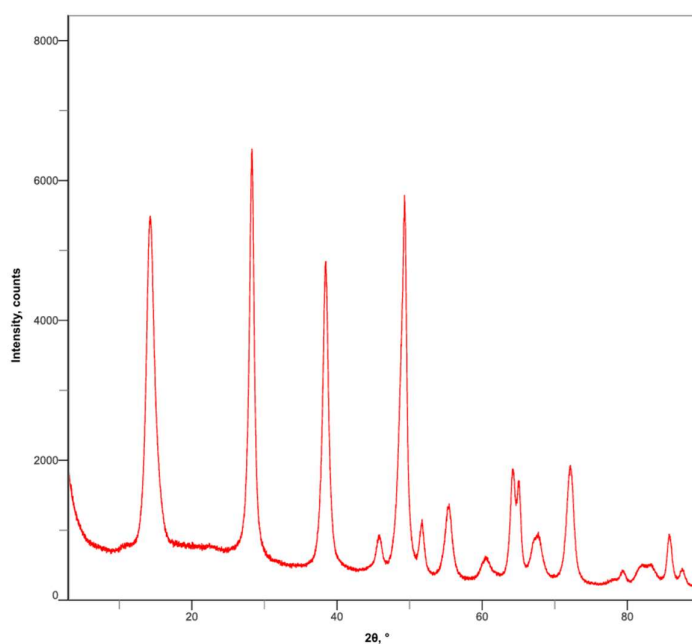
Fonte: CARLSON (2010 apud ALEXANDRINO 2013)

Analisando os resultados obtidos para o potencial zeta e comparando com os dados apresentados por CARLSON (2010 apud ALEXANDRINO 2013) no quadro 1, verificou-se que todas as amostras analisadas se enquadram como sistemas particulados com tendência à dispersão.

A técnica DLS utiliza-se do espalhamento de luz para determinar o tamanho de partícula em materiais aglomerados. O resultado corresponde ao tamanho do aglomerado, e não ao tamanho da partícula em si. Essa constatação é muito importante, pois torna a técnica útil em estudos de dispersão (SOARES, 2009). De acordo com os resultados obtidos, observa-se o aumento do diâmetro hidrodinâmico com o aumento no poliacrilato de sódio. Ou seja, o material encontra-se mais aglomerado.

A difração de raios-X da amostra de pseudoboemita sintetizada (amostra 1 da Tabela 3) é apresentada na Figura 10. O padrão de difração de raios X da amostra de pseudoboemita mostra os picos característicos da estrutura da pseudoboemita de acordo com o cartão do Centro Internacional de Dados de Difração ICDD 00-021-1307. Não foram observadas outras fases cristalinas além da fase da pseudoboemita.

Figura 10. DRX da amostra de pseudoboemita sintetizada.



5. CONCLUSÃO

O presente trabalho possibilitou a síntese e caracterização da pseudoboemita obtida pelo processo sol-gel, com e sem a adição do poliacrilato de sódio como agente dispersante. Analisando o resultado de difração de raios-X da amostra de pseudoboemita sintetizada conclui-se que a amostra sintetizada possui alta pureza e não apresenta outras fases cristalinas além da pseudoboemita.

Analisando os dados obtidos por DLS e potencial Zeta, conclui-se que a adição de poliacrilato de sódio não promoveu a dispersão das partículas de pseudoboemita.

Assim, o estudo contribui para o entendimento do comportamento da pseudoboemita e abre caminho para futuras aplicações do material em processos industriais e tecnológicos.

6. REFERÊNCIAS

ABREU, A. **Dispersão de partículas sólidas: mecanismos e aplicações**. 2011.

ALI, A. et al. **Effect of particle size on the microstructure and strength of ceramic materials**. 2017.

ALEXANDRINO, L. **Estabilidade de dispersões coloidais: análise do potencial zeta**. 2013.

ARAUJO, L. (apud GENDAL, R.). **Fenômenos de espalhamento de luz em soluções coloidais**. 2019.

BARBOSA, R. **Síntese e caracterização da pseudoboemita: aplicações em materiais cerâmicos**. 2019.

BERNE, B.; PECORA, R. **Dynamic light scattering: with applications to chemistry, biology, and physics**. New York: Dover, 2000.

BHATTACHARJEE, S. **DLS and zeta potential – What they are and what they are not?** Journal of Controlled Release, 2016.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2018.

CAPUTO, F. et al. **Measuring particle size using dynamic light scattering**. 2019.

CARLSON, A. (apud ALEXANDRINO, L.). **Potencial zeta e estabilidade de suspensões coloidais**. 2010.

DE PAULA, C. **Síntese de materiais pelo processo sol-gel: fundamentos e aplicações**. 2023.

DINGER, D. (apud PERES, R.). **Coloides cerâmicos e estabilidade**. 2005.

DOS SANTOS, A.; MUNHOZ JR., J. **Síntese da pseudoboemita pelo método sol-gel**. 2020.

DURAN, N.; MATTOSO, L.; MORAIS, P. **Nanotecnologia: introdução, preparação e caracterização de nanomateriais**. São Paulo: Artliber, 2006.

FIELDS, R. **Dynamic light scattering for molecular characterization**. 2018.

GUO, Y. et al. **Stabilization of magnesium hydroxide suspensions with sodium polyacrylate**. 2016.

HUNTER, R. J. **Zeta potential in colloid science: principles and applications**. London: Academic Press, 2001.

JEFFERSON, D. et al. **Zeta potential and its applications in colloid science**. 2004.

KLOPROGGE, J. T. et al. **Structure of boehmite and pseudoboehmite**. 2006.

MASSON, P.; BELINO, M. **Processo sol-gel e aplicações tecnológicas**. 2021.

MOROZ, V. et al. **Structural properties of pseudoboehmite**. 2006.

NOMURA, T. et al. **Principles of photon correlation spectroscopy in nanoparticle systems**. 2013.

PACHECO, A. **Síntese da pseudoboemita pelo método sol-gel**. 2020.

PINTO, L. **Mecanismos de estabilização coloidal em dispersões aquosas**. 2019.

ROCHA, F. (apud BARBOSA, R.). **Síntese de pseudoboemita: morfologia e estrutura.** 2013.

SANTOS, V.; VIEIRA, A.; CAMADA, D. (apud BARBOSA, R.). **Estudo estrutural da pseudoboemita.** 2009.

SOARES, M. **Dispersão de partículas coloidais: fundamentos e aplicações industriais.** 2009.

YANG, H. et al. **Synthesis and stabilization of pseudoboehmite with sodium polyacrylate.** 2014.