



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**AEROGÉIS DE ALUMINA OBTIDOS A PARTIR DE
ALUMÍNIO RECICLADO PARA APLICAÇÃO EM
SUPERCAPACITORES**

Hemily da Costa Guedes

Florianópolis

Novembro/2024

Hemily da Costa Guedes

**AEROGÉIS DE ALUMINA OBTIDOS A PARTIR DE ALUMÍNIO
RECICLADO PARA APLICAÇÃO EM SUPERCAPACITORES**

Monografia apresentada ao Departamento de Química
da Universidade Federal de Santa Catarina,
como requisito parcial para a obtenção do
título de Bacharel em Química.

Orientador: Prof. Dr. Elias Paiva Ferreira Neto

Co-orientadora: Dra. Joseane Caroline Bernardes

Florianópolis

Novembro/2024

Guedes, Hemily da Costa

Aerogéis de alumina obtidos a partir de alumínio reciclado para aplicação em supercapacitores / Hemily da Costa Guedes ; orientador, Elias Paiva Ferreira Neto, coorientador, Joseane Caroline Bernardes, 2024.

60 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) -
Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Graduação em Química - Bacharelado, Florianópolis, 2024.

Inclui referências.

1. Química - Bacharelado. 2. Aerogéis . 3. Latinha recicladas. 4. Supercapacitor. 5. Sol-Gel. I. Ferreira Neto, Elias Paiva . II. Bernardes, Joseane Caroline. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Química - Bacharelado. IV. Título.

Hemily da Costa Guedes

**Aerogéis de alumina obtidos a partir de alumínio reciclado
para aplicação em supercapacitores**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel em Química e aprovado em sua forma final pelo Curso Bacharelado em Química

Florianópolis, 02 de Dezembro de 2024.

Coordenação do Curso

Banca examinadora

Prof. Dr. Elias Paiva Ferreira Neto

Orientador

Dra. Joseane Caroline Bernardes

Co-orientadora

Prof. Dr. Alexandre Parize

Universidade Federal de Santa Catarina

Dra. Daliana Müller

Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, 2024

Agradecimentos

Ao meu orientador Professor Dr. Elias Paiva Ferreira Neto, pela oportunidade e ensinamentos ao longo desta caminhada;

À minha co-orientadora e amiga Dra. Joseane Caroline Bernardes pela paciência, compreensão e carinho por me guiar por essa longa trajetória, pelo conhecimento compartilhado e por toda a ajuda;

Aos meus pais Taís e Herberth pelo apoio, dedicação e incentivo, por me darem uma ótima educação, pois sempre querem o melhor para mim;

Aos meus avós João edson, Darci e Maria Cleuma, pelo amor, carinho e dedicação;

Aos meus tios(as) Erbenia, Gel, Tatiany, Ticiane, Enderson, Tuano e Junior, por sempre cuidarem de mim e me educarem da melhor forma.

As minhas irmãs Julia, Isabelly, Gabrielly, Yasmin e primos pela parceria e amizade;

Aos meus amigos, Ana Caroline, Daniel, Thiago, Victor e todos que caminharam junto comigo nessa jornada, pessoas que a graduação me trouxe e quero levar para toda vida, amo vocês!

À Universidade Federal de Santa Catarina, pela oportunidade dada;

Ao Laboratório de Bioinorgânica e Cristalografia Prof. Ademir Neves (LABINC), ao Laboratório de Materiais Elétricos (LAMATE) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo apoio financeiro (processo CNPq 407747/2022-2).

Sumário

1. Resumo.....	7
2. Introdução.....	8
3. Revisão da Literatura.....	10
3.1. Produção de Alumínio a partir da Bauxita.....	10
3.2. Reciclagem de Alumínio.....	12
3.3. Óxido de Alumínio.....	12
3.3.1 Propriedades eletroquímicas do Al ₂ O ₃	14
3.4. Aerogel.....	14
3.5. Síntese pelo Processo Sol-Gel.....	16
3.5.1 Reações de hidrólise e condensação assistidas por epóxido.....	18
3.6. Secagem supercrítica.....	19
3.7. Supercapacitores.....	20
3.7.1 Carga/Descarga galvanostática (GCD).....	23
3.7.2 Voltametria Cíclica (CV).....	24
3.7.3 Espectroscopia de Impedância eletroquímica (EIS).....	26
4. Objetivos.....	28
4.1. Objetivo Geral.....	28
4.2. Objetivos específicos.....	28
5. Metodologia.....	29
5.1. Segurança no laboratório.....	29
5.2. Preparação dos Aerogéis de Alumina.....	29
5.2.1 Preparo da solução precursora.....	29
5.2.2 Síntese do Aerogel de Alumina utilizando uma fonte precursora de alumínio reciclado (A1).....	30
5.2.3 Síntese do Aerogel de Alumina utilizando AlCl ₃ (s), da marca sigma-aldrich (A2)..	31
5.3. Caracterização dos materiais preparados.....	31
5.3.1 Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	31
5.3.2 Difração de Raio-X Método em Pó.....	31
5.3.3 Análise semi-quantitativa da composição química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (XRF).....	31
5.3.4 Fisissorção de N ₂ (BET/BJH).....	32
5.3.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	32
5.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	33
5.4. Caracterização de propriedades eletroquímicas.....	33
6. Resultados e Discussão.....	35
6.1. Estrutura e Composição dos Aerogéis de Alumina.....	35
6.1.1 Aerogéis Sintetizados.....	35
6.1.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	35
6.1.2 Difração de Raio-X (DRX).....	36
6.1.3 Análise semi-quantitativa da composição química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (XRF).....	37
6.1.4 Fisissorção de N ₂ (BET/BJH).....	39

6.1.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM).....	42
6.2. Propriedades Eletroquímicas.....	44
6.2.1 Voltametria Cíclica.....	44
6.2.2 Carga/Descarga galvanostática.....	47
6.2.3 Espectroscopia de Impedância.....	50
6.2.4 Gráfico de ragone.....	51
7. Conclusão.....	53

1. Resumo

A crescente demanda por soluções energéticas renováveis tem incentivado o uso de dispositivos eletroquímicos. Nesse contexto, dispositivos eletroquímicos com longos ciclos de carga e descarga e alto desempenho em armazenamento, como supercapacitores, têm sido cada vez mais estudados. Supercapacitores combinados com aerogéis à base de óxidos metálicos oferecem uma nova fonte de energia sustentável, com menor custo de produção, com aplicações potenciais em carros elétricos, smartphones e outros dispositivos. Além disso, é possível produzir alumina a partir de latas de alumínio recicladas. A presença de metais como Mn, Fe, Cu e outros nas latas contribuem para melhorar o desempenho elétrico do capacitor. Este estudo apresenta uma rota inovadora para a produção de aerogéis de alumina utilizando alumínio extraído de latas recicladas, tornando o processo mais sustentável e eficiente. Os materiais preparados, com e sem tratamento térmico, foram estudados por diversas técnicas de caracterização, incluindo XRF, FTIR, DRX, MEV, MET, fisissorção de N₂. As microscopias eletrônicas revelaram estruturas mesoporosas bem definidas, enquanto análises químicas como FTIR e DRX confirmaram a formação de ligações de alumina, além das fases cristalinas de boemita e γ -alumina. O XRF mostrou quantitativamente a composição dos materiais, indicando, para o A₁, a presença de MnO, Fe₂O₃ e vários outros, que melhoram o desempenho elétrico do dispositivo. Para avaliar as propriedades eletroquímicas, os aerogéis foram depositados em placas de aço inox e testados em solução 1M de Na₂SO₄. Os estudos de voltametria cíclica com taxa de potencial de 0 a 1,0 V, estudo de carga/descarga galvanostática foram feitas com densidade de corrente de 0,5 A/g, pelas curvas obtidas foi possível calcular a capacitância específica que atingiu níveis de 1480 mF.g⁻¹. A espectroscopia de impedância, através dos diagramas de Nyquist, mostrou que todos os dispositivos apresentam um comportamento capacitivo com resistência em paralelo. Por fim, através do gráfico de Ragone mostrou que todos os dispositivos, como eletrodos compostos por aerogel de alumina, com alumínio proveniente de latas recicladas, se comportaram como supercapacitores.

Palavras-chave: Latinha, Alumina, Sol-Gel, Aerogel, Supercapacitor.

2. Introdução

O Brasil é considerado um dos líderes mundiais em relação ao processo de reciclagem de latas de alumínio, bem como em seu consumo, tornando-se de grande interesse econômico a busca por meios eficazes de reutilização desse material. Essas latas, em sua maioria, são revestidas com silicone e compostas por ligas metálicas de alumínio, magnésio, manganês, ferro e cobre, de forma que a recuperação desses metais durante o processo de reciclagem seria um fator de interesse para manufatura de novos materiais (MMA, 2022).

Dentre os metais que compõem a lata, o alumínio pode ser encontrado em uma maior concentração perante aos demais, sendo possível sua extração e reutilização como precursor na manufatura de novos materiais a base de alumínio. Dentre essa gama de materiais, seu óxido metálico conhecido como alumina (Al_2O_3) pode ser amplamente utilizado devido às suas propriedades físicas e químicas únicas, possuindo alta resistência térmica e mecânica, e uma boa estabilidade química. É comumente utilizada na produção de cerâmicas, bem como em algumas aplicações, como: revestimentos de proteção contra corrosão e suporte para catalisadores de reações químicas (ICA, 2022; Mostafa *et al.*, 2023).

A possibilidade de obtenção da alumina como um material do tipo aerogel, abre caminhos para aplicações que desafiam problemas emergentes, como acesso à energia elétrica, com a utilização de supercapacitores, devido a sinergia das propriedades da alumina e características da estrutura do tipo aerogel. Os aerogéis são materiais formados por uma estrutura porosa de baixa densidade e alta área superficial, apresentando propriedades como um excelente isolamento térmico, alta capacitância teórica específica e, quando formado por óxidos metálicos, podem armazenar energia através de reações redox reversíveis de superfícies, podendo ser aplicados em tecnologias atuais como sensores, catalisadores e supercapacitores (An *et al.*, 2019; Khan *et al.*, 2023).

Este trabalho propõe o desenvolvimento de uma nova rota sintética sol-gel, utilizando cloreto de alumínio, obtido pela dissolução direta de latas de alumínio reciclado, como precursor. Essa abordagem substitui os alcóxidos tradicionalmente empregados na preparação de aerogéis de alumina. Para obtenção dos géis foi empregada a gelificação assistida por epóxido, que proporciona uma gelificação

controlada ao promover a hidrólise e condensação controlada das espécies de alumínio ao eliminar progressivamente os prótons do meio. Adicionalmente, os aerogéis preparados foram caracterizados quanto à composição, estrutura e propriedades eletroquímicas, visando sua possível aplicação em supercapacitores.

3. Revisão da Literatura

3.1. Produção de Alumínio a partir da Bauxita

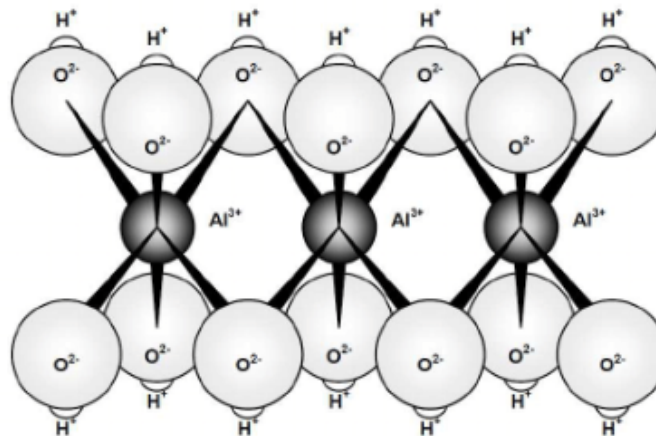
O alumínio em seu estado metálico não é encontrado diretamente na crosta terrestre, sendo sua obtenção proveniente da mineração da bauxita, que segue para as etapas posteriores de refinaria e redução (Britannica, 2024). Bauxitas são rochas residualmente enriquecidas, compostas principalmente de hidróxidos de alumínio, caulinita, oxi-hidróxidos de ferro e óxidos de titânio, que se formam a partir do intenso intemperismo laterítico de protólitos de aluminossilicato. São consideradas industrialmente importantes tanto para o fornecimento do metal alumínio, quanto para uso não metalúrgico, no qual representam a única matéria-prima usada na produção de alumina em escala comercial (Boni *et al.*, 2021).

Karl Josef Bayer, em 1887, inventou o famoso processo Bayer, sendo essa criação o começo para as indústrias globais de alumínio e alumina. O processo Bayer tem sido por mais de um século o processo global dominante para o refino de alumina, sendo essa alumina obtida a partir da digestão da bauxita com hidróxido de sódio (NaOH). Trata-se do método mais utilizado para purificação da bauxita no mundo, com o intuito da obtenção do alumínio (ABAL, 2022), entretanto, apesar de sua globalização e a necessidade de se obter alumínio, esse método apresenta três grandes problemas, sendo eles:

- 1) Remoção da sílica;
- 2) Remoção do oxalato;
- 3) Produção de resíduo - Lama vermelha.

A sílica é a impureza de bauxita comercialmente mais significativa em termos do processo de refino da Bayer. Quanto mais as reservas globais de bauxita diminuírem, a sílica se tornará um problema cada vez mais grave, pois compromete a dureza e a maioria das propriedades industrialmente importantes da alumina (Ruys, 2019). Já, o oxalato de sódio pode causar dois sérios problemas durante a precipitação da gibbsita ($\gamma\text{-Al}(\text{OH})_3$), representada na Fig. 1, como a redução do rendimento e contaminação por sódio do precipitado, pois ele tem a capacidade de reduzir a taxa de aglomeração e alterar o crescimento do cristal, formando um complexo molecular com a gibbsita (Ruys, 2019).

Figura 1 - Estrutura cristalina básica que dá origem a gibbsita.



Fonte: (Cresser et al., 1993)

A lama vermelha é o que torna o processo de bayer tão desvantajoso, sendo um resíduo alcalino e salino, essencialmente o sedimento que se forma a partir de todo o conteúdo insolúvel de bauxita. Ela é tipicamente composta de óxidos de ferro, aluminossilicatos de sódio, sílica, carbonato de cálcio, aluminato de cálcio e óxido de titânio, podendo também conter traços de terras raras. A lama representa um grande problema de descarte pós-refino, pois é resíduo com valor comercial insignificante (Ruys, 2019).

Globalmente, cerca de 3 bilhões de toneladas de lama vermelha foram geradas desde o advento do processo Bayer no final dos anos 1800. Pesquisadores desenvolveram um processo para recuperar metais com redução de mais de 80% nos resíduos de lama vermelha (NSF, 2018). Porém a natureza cáustica e o tamanho fino das partículas da lama vermelha tornam o resíduo perigoso e caro de conter. A estocagem adequada de lama vermelha apresenta uma série de dificuldades, a começar pela manutenção das vastas áreas de contenção, o risco de percolação do material e contaminação do lençol freático, vazamentos de material cáustico para o meio ambiente e geração de poeiras do material seco em decorrência da baixa granulometria do material. O armazenamento deste material em barragens, além de ser uma tarefa onerosa, representa um sério risco ambiental, pois podem ocorrer vazamentos (Braga *et al.*, 2017).

3.2. Reciclagem de Alumínio

Devido aos problemas que podem ser gerados com a obtenção de alumínio através do processo Bayer, além da quantidade de resíduos gerados diariamente, a reciclagem de alumínio, principalmente das latas, está sendo implementada cada vez mais, por conta da sua vantagem econômica e facilidade de produção. O Brasil é o recordista mundial no recolhimento e reciclagem de latas de alumínio, sendo que, em 2021, 98,7% das latas comercializadas em todo o país foram reutilizadas, de maneira que para cada um quilo de lata reciclada são poupados cinco quilos de bauxita. Somente em 2021, foram economizados dois milhões de toneladas de bauxita. Entre 2019 e 2021, a reciclagem proporcionou uma redução de 70% no consumo de energia, 65% no consumo de água e queda de 70% nas emissões de gases de efeito estufa (MMA, 2022).

Além da reciclagem existe outro meio, ainda mais simples, para fazer a reutilização do alumínio, através do conceito de *upcycling*. O conceito envolve dar um novo propósito a materiais que seriam descartados, estendendo sua vida útil, com criatividade e qualidade igual ou até melhor que a do produto original, produzindo materiais com maior valor agregado (Ecycle, 2018). Dessa forma todas as partes do material serão utilizadas, sem precisar passar por um processo de purificação. No caso das latas, à base de alumínio, a única coisa que precisa-se fazer é a retirada da tinta, pois todos os outros materiais presentes como manganês, ferro e cobre, podem ser reutilizados como materiais dopantes, melhorando diversas propriedades, como as elétricas, criando novos materiais, com menor custo de produção e ótimo desempenho (AMDA, 2018).

3.3. Óxido de Alumínio

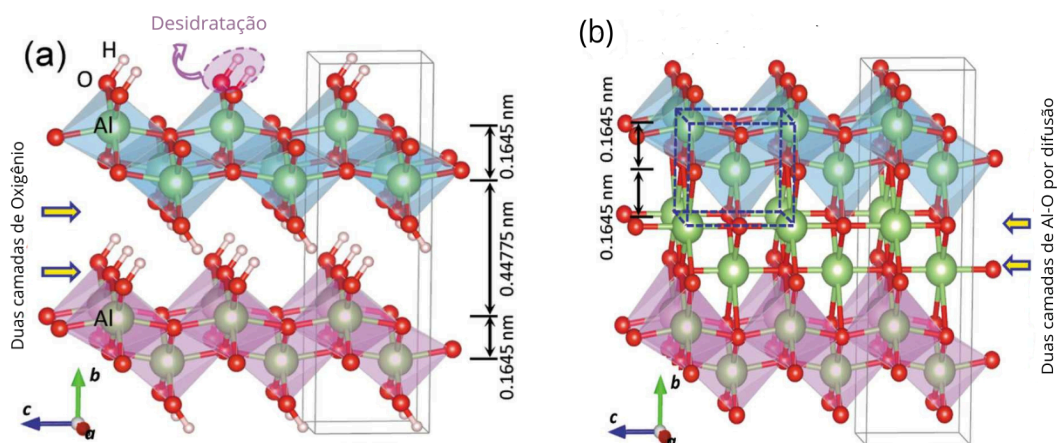
A alumina (Al_2O_3) é um dos óxidos cerâmicos mais importantes comercialmente. Apresenta aparência granular porosa com coloração tipicamente branca, sendo utilizada como material de partida para a fundição de alumínio metálico. Esse óxido também apresenta uma ampla gama de aplicações, sendo utilizado em velas de ignição, peças eletrônicas, ferramentas de cerâmica, suporte de catalisador, também como isolante e abrasivo (ICA, 2022). Além disso, observa-se que é o material cerâmico resistente ao desgaste mais utilizado, devido à sua combinação atrativa de baixo custo, alta resistência à corrosão, compressão,

abrasão, alta resistência química, resistência ao choque térmico e muita rigidez dielétrica (Matori *et al.*, 2012).

Além de suas aplicações diretas, a alumina também pode ser utilizada como matéria-prima de produtos cerâmicos, incluindo pacotes de circuitos integrados, implantes ósseos e dentários, utensílios de laboratório e revestimentos refratários para fornos industriais (Britannica, 2023). Tem sido utilizada em diferentes aplicações devido à sua importância e propriedades variadas (Mostafa *et al.*, 2023).

O óxido de alumina possui diversas fases cristalinas, como mostradas na Fig. 2 (a; b), incluindo a boemita (AlOOH) e as que se formam após a sua calcinação, em variadas temperaturas. As fases γ , δ , θ - Al_2O_3 são formas de alumina transicional metaestáveis. Entre estes polimorfos, a γ - Al_2O_3 , que possui estrutura monoclinica, é a alumina mais amplamente estudada devido às suas amplas aplicações para sorventes e suportes de catalisadores. A α -alumina (coríndon) é uma fase termodinamicamente estável, pois seus átomos estão organizados de forma a minimizar a energia livre de Gibbs, rígida e resistente dos cerâmicos de óxido, possuindo excelentes propriedades dielétricas, alta dureza e resistência ao calor, mantendo as propriedades de alta porosidade e alta área superficial mesmo sob alta temperatura (Mostafa *et al.*, 2023; Salem *et al.*, 2014; Luo, 2021).

Figura 2 - Estruturas Cristalinas da alumina (a: Boemita e b: γ -alumina)



Fonte: (Luo, 2021)

3.3.1 Propriedades eletroquímicas do Al_2O_3

Em aplicações elétricas para alumina, ela é predominantemente usada como isolante, sendo que sua primeira aplicação comercial, elétrica foi em velas de ignição, uma aplicação que a alumina continua a dominar até os dias atuais. É um isolante elétrico de destaque porque combina vários atributos (Ruys, 2019):

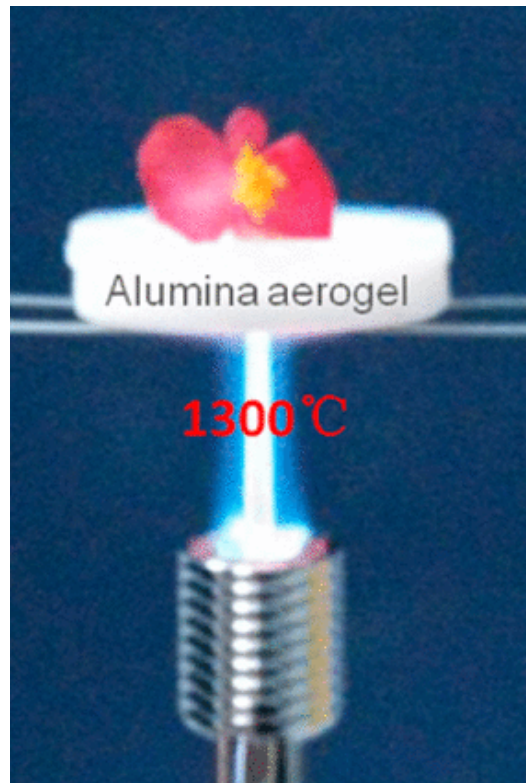
- A. Sua resistividade elétrica é uma das mais altas de todos os materiais conhecidos;
- B. A tangente de perda dielétrica da alumina está entre as mais baixas de todos os materiais conhecidos;
- C. Alta resistência mecânica;
- D. Excelente resistência à corrosão;
- E. A condutividade térmica moderadamente alta da alumina a torna um dissipador de calor, ou seja, um bom isolante;
- F. Baixo custo - comparado a materiais alternativos de alta resistividade elétrica.

A alumina é um suporte amplamente utilizado devido às suas propriedades mecânicas, como alta dureza e alta resistência química, e à sua capacidade de dispersar a fase de óxido ativo, além de possuir alta área superficial, alta condutividade, estabilidade eletroquímica. Esses atributos a tornam muito eficaz para formação de aerogéis à base de alumina, onde suas propriedades combinadas podem ser aplicadas como suporte de eletrodos, que formam supercapacitores, tendo um comportamento pseudocapacitivo (Jayalakshmi *et al.*, 2006).

3.4. Aerogel

Como falado no item 3.3.1, a alumina pode ser utilizada como base de aerogéis, que são materiais porosos de fase sólida, formados por redes tridimensionais interconectadas, que possuem uma baixa densidade, decorrente de uma extensa estrutura de mesoporos. Aerogéis são materiais obtidos a partir de géis úmidos, os quais são sintetizados por meio da química sol-gel. Sua estrutura é preservada ao substituir o líquido presente nos poros por ar empregando técnicas de secagem controlada, como mostrado na Fig. 3 (Hurwitz *et al.*, 2023).

Figura 3 - Aerogel



Fonte: (Zu *et al.*, 2013)

Eles foram sintetizados pela primeira vez em 1931 por Samuel Stephens Kistler, que os definiu como os materiais que preservam seus poros e redes ao trocar seu líquido de poro por um gás. São uma família de materiais nanoestruturados 3D altamente porosos caracterizados por alta área de superfície específica, grande porosidade, baixo índice de refração, baixa velocidade de propagação do som, baixa constante dielétrica, e baixa condutividade térmica (Chhetri *et al.*, 2022). Por conta dessas propriedades, são usados em particular como materiais para isolamento acústico e térmico, sorventes de gases e líquidos, catalisadores, suportes de catalisadores e dispositivos de armazenamento de energia (Khan *et al.*, 2023).

Um dos tipos de aerogéis mais estudados são os baseados em óxidos metálicos, as estruturas de aerogéis alinhadas as vantagens das propriedades desses óxidos podem gerar materiais com área de superfície específica

excepcionalmente alta, tendo um grande número de centros ativos, com muita resistência mecânica e estável, o que favorece a sua utilização como catalisadores ou suporte de catalisadores (Lebedev, 2020).

3.5. Síntese pelo Processo Sol-Gel

O processo sol-gel fornece um excelente meio de síntese dos aerogéis de Al_2O_3 porosos, sendo que por meio dele é possível controlar as propriedades estruturais e texturais do material formado (Passos, 2016).

A base teórica necessária para entender a estrutura de rede de um gel e a cinética de sua formação e gelificação foi desenvolvida por Flory (Flory, 1941). O gel é definido como uma rede sólida porosa tridimensionalmente interconectada que se expande de forma estável por um meio líquido formado, quando há dispersão homogênea de partículas coloidais ou macromoléculas presentes no sol inicial enrijece todo o meio do sol úmido.

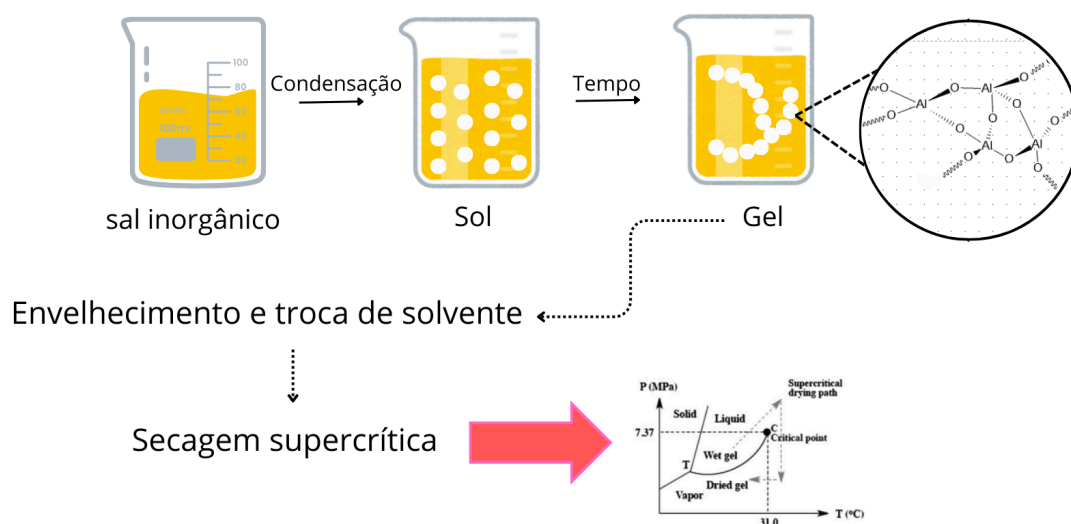
Essa transformação, denominada gelificação, previne o desenvolvimento de não homogeneidades dentro do material. O evento exato de transição de um sol ou uma solução para um gel coloidal ou polimérico é conhecido como ponto de gel (Flory 1974). Praticamente, neste ponto, o sol é abruptamente transformado de um estado líquido viscoso para um gel, que se comporta como um único monólito sólido impregnado com líquido.

Um sol pode ser definido como uma suspensão estável de partículas sólidas coloidais dentro de um líquido. Para que um sol exista, as partículas sólidas mais densas que o líquido circundante devem ser pequenas o suficiente, de modo que as forças responsáveis por sua dispersão sejam maiores que as da gravidade (Pierre, 2020).

A preparação dos géis inorgânicos é realizada por meio de um processo sol-gel, que pode ser implementado por meio de duas abordagens. No primeiro, alcóxidos metálicos são usados como precursores, e o processo é catalisado por condições ácidas e/ou básicas. A maioria dos alcóxidos metálicos são hipersensíveis à umidade, luz e temperatura, o que torna seu uso na preparação de gel mais complicado, as reações envolvendo esses precursores normalmente requerem misturas complexas de solventes ou a adição de agentes quelantes para controlar as taxas de hidrólise e condensação, além de ter um alto custo, baixa disponibilidade comercial em larga escala e dificuldades para armazenamento (Baumann *et al.*, 2004).

Na segunda abordagem, como mostrado na Fig. 4, sais inorgânicos simples, como nitratos e cloretos, são usados como precursores, e os epóxidos, como o óxido de propileno, são os iniciadores do processo sol-gel, denominado agente gelificante. O epóxido adicionado, além de ser quimicamente estável e não reagir adversamente com as espécies de metal ou outros componentes da solução durante a síntese sol-gel, atua como um eliminador de prótons na reação de polimerização sol-gel, conduzindo a hidrólise e a condensação das espécies metálicas hidratadas, aumentando o pH da solução lentamente, controlando a velocidade de gelificação do material (Baumann *et al.*, 2004). As características finais dos aerogéis de óxido metálico obtidos por uma ou outra abordagem são semelhantes. Portanto, a utilização de sais inorgânicos é uma opção mais preferida (Lebede *et al.*, 2020).

Figura 4 - Esquema de síntese para o processo Sol-gel

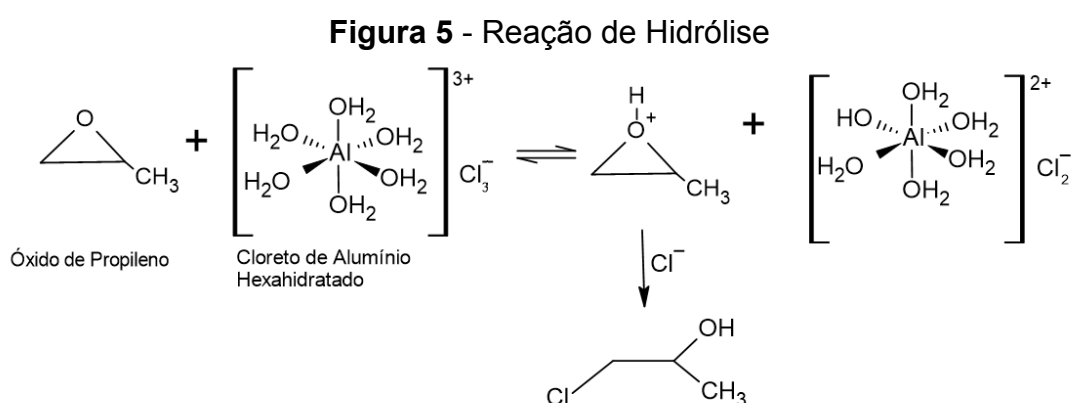


Fonte: Adaptado de (Maleki *et al.*, 2014)

As vantagens do processamento sol-gel incluem as reações de hidrólise e condensação em temperatura ambiente e o uso de moléculas precursoras líquidas, permitindo a mistura de centros metálicos/semimetálicos diferentes. Os tamanhos das partículas podem ser facilmente controlados pelas diversas variáveis de processamento, bem como a aplicação de modelos permite uma adaptação deliberada da arquitetura da rede porosa (Feinle *et al.*, 2015).

3.5.1 Reações de hidrólise e condensação assistidas por epóxido

Durante a dissolução do sal de alumínio em uma mistura de água e etanol, cátions de alumínio são hidrolisados e complexos aquo $[Al(H_2O)_6]^{3+}$ são formados, como representado na Fig. 5. Então, após a adição de epóxido à solução, complexos aquo-hidroxi são formados. Neste caso, a protonação de oxigênio ocorre no ciclo epóxido e o epóxido interage com ânions cloro em solução, resultando na abertura do ciclo. Durante este processo, ocorre um aumento lento e uniforme no pH da solução, o que contribui para a formação de um sol estável e então a estrutura de gel associada (Lebedev *et al.*, 2020).



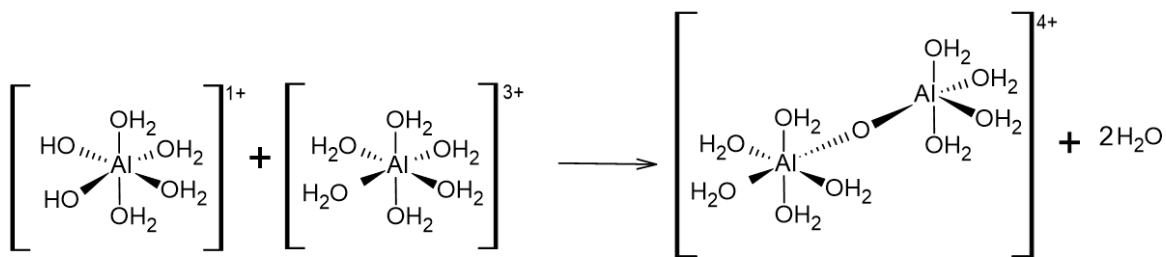
Fonte: Autoria própria

As reações de condensação ou policondensação, ocorrem quando dois complexos mononucleares de um metal, com carga específica, cada um compreendendo apenas um átomo de metal M, reagem entre si em uma reação de polimerização para formar um complexo polinuclear compreendendo dois átomos de metal. Elas podem, dependendo do metal e das condições, continuar a ocorrer de modo a produzir maiores espécies polinucleares. A condensação dos íons metálicos solvatados pode prosseguir por meio de dois mecanismos possíveis: oxolação, para complexos que reagem entre si formando pontes M-O-M, e olação, quando a reação entre os complexos geram pontes M-OH-M, liberando água (Pierre, 2020)

Oxolação é o processo no qual uma ponte oxo é formada entre dois centros metálicos, como é mostrado na Fig. 6. No caso em que o metal é coordenativamente insaturado, a oxolação ocorre rapidamente por meio de adição nucleofílica. Para complexos coordenativamente saturados, a oxolação prossegue por uma reação de substituição em duas etapas entre precursores oxi-hidroxi por meio de adição

nucleofílica seguida por eliminação de água para formar uma ligação Al–O–Al. Esses precursores carregados, no entanto, não podem condensar indefinidamente para formar uma fase sólida de óxido metálico. À medida que as moléculas de água doadoras de elétrons são eliminadas dos centros metálicos durante as reações de substituição, os ligantes hidroxí se tornam menos nucleofílicos e a condensação para (Baumann et al., 2023).

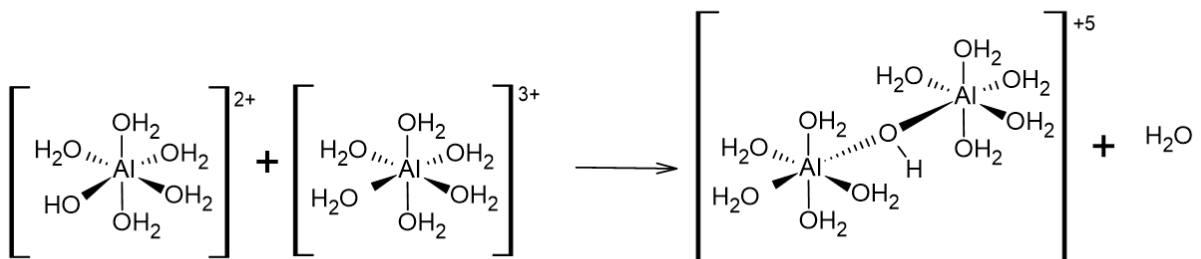
Figura 6 - Reação de Oxolação



Fonte: Autoria própria

A olação, representada na Fig. 7, ocorre em condições de pH mais alto, é o processo pelo qual uma ou mais pontes hidroxí, Al–OH–Al, são formadas entre dois centros metálicos. Para precursores hidroxí-aquo coordenativamente saturados, ocorre por meio de um mecanismo de substituição nucleofílica, em que o ligante hidroxí em um complexo metálico serve como nucleófilo, e a água em outro complexo metálico serve como grupo de saída (Baumann et al., 2023).

Figura 7 - Reação de Olação



Fonte: Autoria própria

3.6. Secagem supercrítica

Na secagem supercrítica o líquido nos poros é removido acima de sua temperatura crítica e pressão, ou seja, no estado supercrítico (Maleki et al., 2014). O estado supercrítico é alcançado a partir do aumento de temperatura e pressão, de

maneira que não se ultrapassa a fronteira de fases líquido-gás (Ziegler *et al.*, 2017). Logo, um estado em que não há interface líquido-gás é atingido e nessas condições não surgem gradientes de pressão capilar, resultando em géis secos, a partir da troca do solvente orgânico do material por um gás no seu estado supercrítico, sem colapsar a estrutura porosa do gel (Kaur *et al.*, 2024).

Dentre as possibilidades de solvente que podem ser aplicados, o mais utilizado em seu estado supercrítico é o dióxido de carbono (CO₂), pois possui condições críticas moderadas, as condições de extração do CO₂ estão acima da temperatura crítica de 31 °C e da pressão crítica de 74 bar, e é um solvente incolor, inodoro, não inflamável, seguro, altamente puro, e fácil de remover dos solutos (Maroun *et al.*, 2018). Entretanto a quantidade de CO₂ liberada na atmosfera pode ser prejudicial ao meio ambiente, pois ele contribui para o aumento da concentração de gases do efeito estufa, além disso o equipamento utilizado tem alto custo de compra e manutenção.

3.7. Supercapacitores

Os supercapacitores, também conhecidos como ultracapacitores ou capacitores eletroquímicos, têm atraído atenção substancial na área da tecnologia, devido à sua excepcional densidade de potência, ciclo de vida prolongado, capacidade de carregamento rápido e de ligar rapidamente, podendo ser aplicados à veículos híbridos, coleta de energia e em smartphones (Baranwal *et al.*, 2020; Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024).

Eles preenchem a lacuna entre os capacitores e as baterias tradicionais, tendo o seu desempenho diretamente ligado com as propriedades do material utilizado no mesmo, como: capacidade de armazenar de 10 a 100 vezes mais energia por unidade de volume do que os condensadores de eletrólito, boa condutividade elétrica, estabilidade eletroquímica, e elevada área de superfície. A possibilidade de obtenção de materiais nanoestruturados, para serem usados como suporte de eletrodos, é considerada uma boa opção, devido sua elevada área de superfície e uma distância de difusão mais curta para a migração de íons, melhorando o desempenho de armazenamento de energia (Lakshmi *et al.*, 2023).

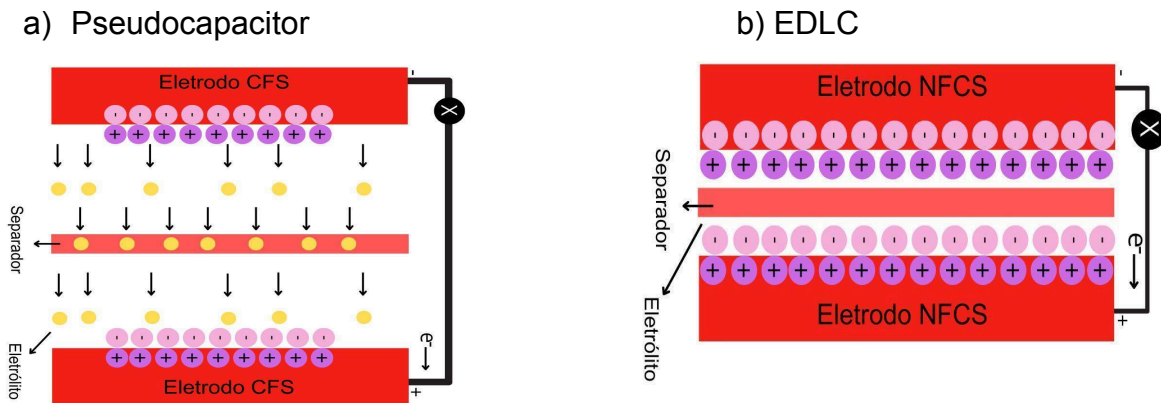
Existem dois principais tipos de supercapacitores: capacitor elétrico de dupla camada (EDLC) e pseudocapacitor. O pseudocapacitor, visto na Fig. 8(a), tem

cargas acumuladas com base em uma reação rápida e reversível de redução e oxidação (redox) de material ativo com o eletrólito na superfície. Em contrapartida, o EDLC, visto na figura 8(b), retém energia elétrica através da adsorção eletrostática e dessorção de íons no eletrólito, formando folhas em ambos os eletrodos na interface eletrodo-eletrólito (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024).

Os dispositivos de supercapacitores são formados por dois eletrodos, onde o valor da capacitância é proporcional à área de superfície do eletrodo (Dhibar, 2017). Muitas pesquisas foram conduzidas no desenvolvimento de materiais ativos com capacitância específica superior a partir de óxidos de metais carbonáceos e de transição. Entre esses materiais, dispositivos predominantemente baseados em carbono possuem propriedades de capacitor elétrico de dupla camada (EDLC), enquanto óxidos ou hidróxidos metálicos mostram propriedades pseudocapacitivas (Salleh *et al.*, 2023). A solução eletrolítica pode ser aquosa ou não aquosa, eletrólitos não aquosos são frequentemente preferidos porque fornecem alta tensão de saída e um separador, posicionado entre os eletrodos e feito de material que é transparente para os íons e isolante para contato direto entre os eletrodos porosos para evitar curto-circuito (Xu, 2023).

Assim como os capacitores convencionais, os supercapacitores podem armazenar carga eletrostaticamente ou de forma não faradaica, e nenhuma transferência de carga é feita entre o eletrodo e o eletrólito. A carga se acumula nas superfícies do eletrodo quando a tensão é aplicada. Seguindo a atração natural de diferentes cargas, os íons na solução eletrolítica são dispersos através do separador nos poros do eletrodo de carga oposto. No entanto, os eletrodos são projetados para evitar a recombinação de íons, ou seja, os íons com cargas opostas não devem se aproximar, para não se tornarem neutros. Isso resulta em uma carga de duas camadas em cada eletrodo. Essas duas camadas, combinadas com um aumento na área superficial e uma redução na distância entre os eletrodos, permitem que os supercapacitores alcancem uma densidade de energia maior do que os capacitores convencionais (Korkmaz e Kariper, 2020).

Figura 8 - Representação dos principais tipos de Supercapacitor



CFS: Armazenamento Faradaico Capacitivo

NFCS: Armazenamento Faradaico Não-Capacitivo

Fonte: Adaptado de (He *et al.*, 2022)

Vários métodos de caracterização eletroquímica, como voltametria cíclica (CV), carga/descarga galvanostática (GCD) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), têm sido amplamente utilizados para caracterizar, testar e diagnosticar o desempenho do supercapacitor na presença de um eletrólito (Zhong *et al.*, 2015). Parâmetros elétricos, como densidade de energia, densidade de potência, capacitância e tensão terminal nominal, e os parâmetros dinâmicos, como tempo de carga e descarga, ciclo de vida, vida útil e resistência, são os principais resultados do supercapacitor. Para caracterizar as propriedades dos dispositivos de armazenamento de energia é utilizado o gráfico Ragone, mostrado na Fig. 9. Este tipo de análise gráfica foi introduzido pela primeira vez em 1968, em uma publicação seminal de David Ragone, trabalho no qual foram apresentados diagramas que incluíam curvas Ragone determinadas empiricamente para vários dispositivos de bateria da época. O gráfico de Ragone compara a potência e as densidades de energia de vários dispositivos de armazenamentos de energia eletroquímica, sendo que, a partir dele é possível saber onde determinado dispositivo se enquadra, podendo ser uma bateria, um supercapacitor ou de outro tipo (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024; Beyers *et al.*, 2023).

A densidade de energia de um supercapacitor pode ser calculada de acordo com a equação (1) (Sugimoto *et al.*, 2015):

$$E_e = \frac{\Delta E^2 \cdot C_m}{2 \cdot m} \quad (1)$$

E_e : Energia específica (Wh/kg);

ΔE : Tensão máxima de operação (V);

C_m : Capacitância do supercapacitor (F)

m : Peso do eletrodo (Kg).

Já a densidade de potência é calculada por meio da equação (2):

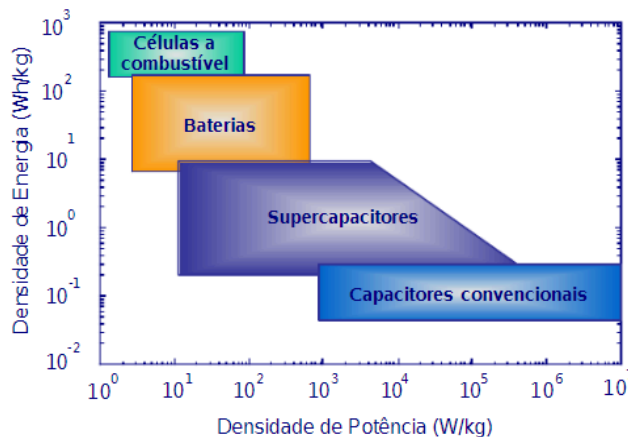
$$P_e = \frac{E_e}{t_d} \quad (2)$$

P_e : Potência específica (W/kg);

E_e : Energia específica (Wh/kg);

t_d : Tempo de descarga (h);

Figura 9 - Diagrama de Ragone: Comparação de desempenho dos dispositivos de armazenamento de energia



Fonte: (Ferreira *et al.*, 2007)

3.7.1 Carga/Descarga galvanostática (GCD)

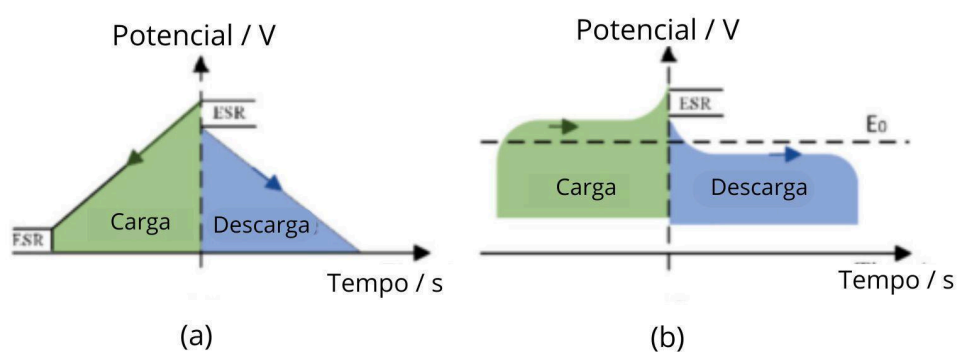
A carga e descarga de uma célula eletroquímica é um processo que se baseia na utilização de uma corrente incessante alternando o seu sinal em tempos

estabelecidos de transição. Este método foi desenvolvido por Herman e Bard em 1963 usando eletrodos planos e viabilizou o andamento do estudo qualitativo e quantitativo das metodologias que ocorrem sobre a superfície do eletrodo (Herman e Bard, 1963).

Através das curvas de carga/descarga poderá ser calculada a capacitância específica, saber tempo de resposta, estabilidade cíclica e a resistência interna, determinando o comportamento do dispositivo à medida que ele começa a operar, avaliando se um bom desempenho é mantido após um número significativo de ciclos, quando apresentam comportamento triangular e simétrico significa que têm uma boa reversibilidade e bom comportamento capacitivo (Trigueiro, 2014).

As Fig. 10 (a) e (b) mostram o comportamento dos gráficos para um supercapacitor e uma bateria. Na curva galvanostática da Fig. 10(a), mostra-se o comportamento para um supercapacitor, pois o número de cargas no eletrodo sempre aumenta e diminui linearmente ao carregar e descarregar, o que aumenta e diminui a voltagem linearmente, respectivamente. No entanto, o número de cargas e a voltagem no eletrodo da bateria não mudam linearmente com o tempo, requer uma voltagem específica para carregar até que fique totalmente carregada, como mostrado na curva galvanostática na Fig. 10(b) (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024).

Figura 10 - Gráfico comparativo de carga/descarga para supercapacitores e baterias



Fonte: (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024)

3.7.2 Voltametria Cíclica (CV)

A voltametria cíclica foi descoberta e descrita por Randles em 1938, sendo a técnica mais utilizada dentre as voltametrias para a investigação qualitativa e

quantitativa das reações eletroquímicas (Randles, 1938). É um método usado em eletroquímica para compreender o comportamento e análise de janelas de tensão, capacitância específica e ciclo de vida, as informações são obtidas de maneira eficaz e rápida nos processos de oxidação e redução, cinética de transferência de elétrons, termodinâmica das reações redox, reversibilidade de reações, processos de adsorção e reações catalíticas (Napporn et al., 2018).

Através das análises eletroquímicas por voltametria cíclica e da integração das cargas catódicas e anódicas do eletrodo, resultantes da aplicação de diferença de potencial, pode-se mensurar a capacitância (C), utilizando-se a Equação (3) (Nascimento, 2019):

$$C = \frac{Q_t}{\Delta V \cdot m}$$

Onde:

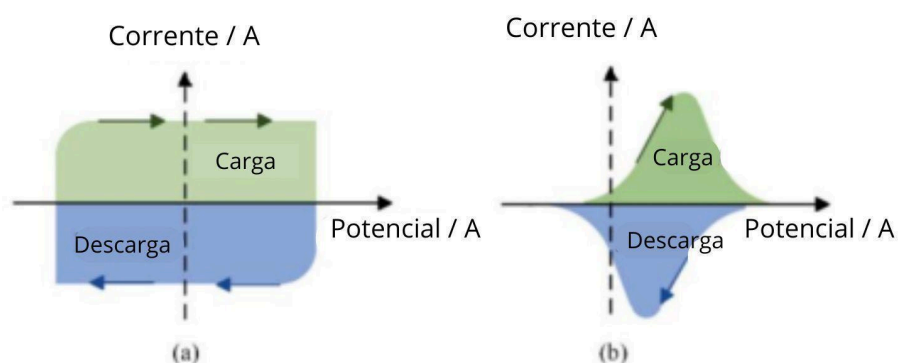
Q_t : é a variação da carga (C);

ΔV : variação do potencial (V);

m : massa do eletrodo (g).

No processo de carga e descarga, a curva de voltametria cíclica do supercapacitor quando possui comportamento de dupla camada é mais como um retângulo, onde a corrente de carga e descarga é quase constante, onde o armazenamento de energia é altamente reversível, como na Fig. 11(a), já quando tem comportamento pseudocapacitivo não é retangular, apresenta pequenas ondulações, refletindo processos de adsorção e reações redox superficiais. A curva de voltametria cíclica da bateria mostra picos na carga e descarga, referentes às reações de oxidação/redução, devido a reações farádicas em voltagem constante específica, como na Fig. 11(b) (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024).

Figura 11 - Gráfico comparativo de Voltametria Cíclica para supercapacitores e baterias



Fonte: (Dissanayake e Kularatna-Abeywardana, 2024).

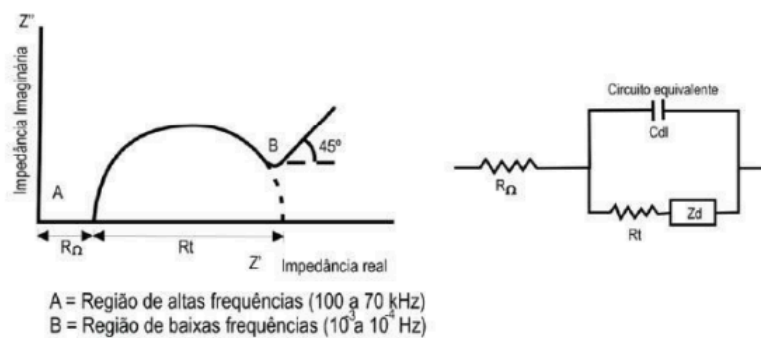
3.7.3 Espectroscopia de Impedância eletroquímica (EIS)

É uma técnica amplamente empregada no detalhamento de respostas para sistemas compostos por resistências, capacitâncias e indutância, sendo trivial sua aplicação aos sistemas eletroquímicos, nos quais a partir das proporções de impedância e ângulo de fase torna-se possível avaliar metodologias relacionadas ao transporte de carga (incluindo estimativa da velocidade de transferência), capacitância de dupla camada elétrica e redox, coeficientes de difusão de portadores de carga, condutividade de filmes, e entre outros (Ribeiro *et al.*, 2015).

A espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), consiste na imposição de pequenas perturbações (5 mV - 20 mV) de voltagem de corrente alternada num intervalo de frequências (10 mHz - 100 kHz) no sistema, medindo a sua corrente de resposta como uma função da frequência e calculando a evolução de frequência da impedância (Oliveira, 2012). Dois parâmetros são obtidos da análise do semicírculo, a resistência de transporte (R_t) que é a medida do diâmetro, quanto maior o valor de R_t maior resistência à transferência de carga, e a frequência de relaxação característica (f_c) obtida no valor máximo do semicírculo, está diretamente ligado aos processos eletroquímicos que ocorrem nas interfaces eletrodo/eletrólito dentro da célula, que combinam efeitos resistivos e capacitivos, onde f_c mais baixa sugere processos mais lentos, o ângulo de 45° indica que o dispositivo apresenta comportamento difusivo relacionado à resistência Warburg (Lee *et al.*, 2012).

Embora haja diversas representações gráficas usadas para expressar os resultados obtidos pela técnica EIS, como por exemplo a representação linear e a representação monologarítmica, a que notavelmente é mais utilizada é a de Nyquist. O diagrama de Nyquist, mostrado na Fig. 12, é aquele que relaciona a impedância real com a impedância imaginária e consiste em uma série de pontos, onde cada um representa uma grandeza e a direção do vetor de impedância para uma frequência em particular, haja vista que, neste diagrama se trabalha com vários intervalos de frequências. No diagrama o eixo das abscissas indica a parte real, que é representada pelos termos resistivos, enquanto o eixo das ordenadas indica a parte imaginária, que é representada pelos termos capacitivos e indutivos (De Miranda, 2018).

Figura 12 - Diagrama de Nyquist, com seu circuito equivalente



Fonte: (Freire, 2005)

4. Objetivos

4.1. Objetivo Geral

Síntese e caracterização de aerogéis de óxido de alumínio através da síntese sol-gel assistida por epóxido, utilizando como precursor uma fonte de alumínio reciclada para aplicação em supercapacitores.

4.2. Objetivos específicos

- Desenvolver uma rota sintética sol-gel para a obtenção de aerogéis de alumina, partindo de uma fonte de alumínio reciclado;
- Preparar aerogéis utilizando AlCl_3 da sigma-aldrich com a mesma rota sol-gel dos aerogéis de latinha;
- Caracterizar as propriedades estruturais e composicionais dos aerogéis sintetizados;
- Comparar as propriedades dos aerogéis de alumina obtidos por reciclagem de latinhas, perante os aerogéis de alumina obtidos pela rota usual, no qual utiliza-se o precursor cloreto de alumínio;
- Estudar as propriedades eletroquímicas desses aerogéis;
- Avaliar seu desempenho na aplicação como supercapacitores.

5. Metodologia

5.1. Segurança no laboratório

A segurança no laboratório é um dos cuidados principais para garantir a proteção dos pesquisadores. Além disso, o descarte adequado de resíduos é crucial para minimizar impactos ambientais negativos. Este tópico abordará as práticas essenciais relacionadas à segurança no laboratório e ao descarte responsável de resíduos. Os principais pontos para se manter a segurança no laboratório é a manutenção periódica dos aparelhos de proteção, como extintores, treinamento do uso correto desse material, além do armazenamento e identificação exata dos materiais, a realização de síntese deve sempre acontecer em capela, pois como no caso da reação de ácido clorídrico com alumínio, realizada neste trabalho, ocorre a liberação de gás hidrogênio, que é altamente inflamável e uma espuma que pode até ultrapassar o volume do béquer, causando acidentes, logo os pesquisadores devem regularmente usar luvas, óculos de proteção, jaleco, calça comprida e sapato fechado.

Agora quando se é falado não só da segurança dos colaboradores como também do meio ambiente, o descarte correto de reagentes é essencial, adoção de procedimentos padronizados para o descarte de resíduos, incluindo recipientes específicos, neutralização química quando necessário e registro detalhado do descarte, também é interessante o incentivo para a reutilização de materiais, quando possível, diminuindo a quantidade de lixo gerado.

5.2. Preparação dos Aerogéis de Alumina

5.2.1 Preparo da solução precursora

A síntese da solução precursora utilizou latas de cerveja, recicladas de diversas marcas, iniciou-se seccionando as latas em tampa, meio e fundo, pois para esse trabalho só será utilizado a parte do meio, devido a sua composição, listada no tópico 3.2, as outras partes foram utilizadas para trabalho desenvolvidos em parceria com a universidade estadual paulista, depois elas foram lixadas, para que a tinta presente em seu entorno fosse removida, e então essas latas posteriormente são cortadas em pequenos pedaços. Depois um processo de lixiviação ácida é realizado, onde 10,8 g das latas são misturadas com 200 mL ácido clorídrico e

deixadas em agitação por 24h. A solução precursora é obtida após filtração simples para remoção de pequena quantidade de material particulado não dissolvido.

5.2.2 Síntese do Aerogel de Alumina utilizando uma fonte precursora de alumínio reciclado (A₁)

Seguindo a rota sintética sol-gel, como ilustrado na Fig. 13, em um béquer são adicionados 2 mL da solução precursora, sob agitação magnética, conjuntamente com 8 mL de álcool etílico. Por último, 4 mL de óxido de propileno são adicionados com a finalidade de aumentar o pH do meio, de forma controlada, a fim de controlar a velocidade de gelificação do sol. Antes da gelificação cessar, o que ocorre uns 5 minutos após a adição de PO, a mistura é dividida em moldes para formar géis com tamanhos parecidos. Eles são envelhecidos em banho de isopropanol por uma semana, para que ocorra a troca de solvente nos poros dos géis, e secos por secagem supercrítica de CO₂ (31°C e 1072 psi) no equipamento Tousimis Autosamdri 931, localizado no LAMATE, para formar o aerogel de alumina. Após essa etapa uma parte deste material foi submetida a um processo de calcinação, para a formação das outras fases cristalinas da alumina, com temperaturas de 600 °C, 800 °C e 1000 °C por 2 h (Taxa de Aquecimento: 10 °C/min) em mufla, por fim, macerados para serem analisados.

Figura 13 - Ilustração da rota sintética



Fonte: Autoria própria

5.2.3 Síntese do Aerogel de Alumina utilizando $\text{AlCl}_{3(s)}$, da marca sigma-aldrich (A_2)

A fim de comparar a rota sintética mostrada no item 1.2, foi utilizado como precursor 1,06 g de $\text{AlCl}_{3(s)}$, da marca sigma-aldrich, sendo misturado com 16 mL de álcool etílico, até que todo composto sólido fosse dissolvido, e 8 mL de óxido de propileno. Enquanto a solução ainda está gelificante, a mistura é vertida em moldes para formar géis com tamanhos parecidos. Eles são envelhecidos em banho de isopropanol por uma semana, sendo secos por secagem supercrítica de CO_2 , para formar o aerogel de alumina. Parte deste material é submetida em um processo de calcinação, para a formação das fases cristalinas da alumina, com temperaturas de 600 °C, 800 °C e 1000 °C por 2 h (Taxa de Aquecimento: 10 °C/min) em mufla.

5.3. Caracterização dos materiais preparados

5.3.1 Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de FTIR foram obtidos empregando o equipamento Spectrum 100 FT-IR Spectrometer, Perkin Elmer, situado no Laboratório de Bioinorgânica e Cristalografia Prof. Ademir Neves (LABINC), com faixa de varredura de 4000-400 cm^{-1} . As amostras foram analisadas por reflectância total atenuada (ATR), com cristal de seleneto de zinco (45 °) e detector TGS (“triglycine sulfate”) e resolução de 1 cm^{-1} . Onde o material em pó é depositado sobre o cristal e prensado, a fim de determinar as ligações químicas presentes no aerogel.

5.3.2 Difração de Raio-X Método em Pó

As medidas de difração foram realizadas a partir do equipamento Bruker APEX II DUO, situado na central de análises do departamento de química da UFSC. Os difratogramas foram coletados a partir do pó dos aerogéis com o passo de 0,08 e na faixa de de 5 a 100°, utilizando radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($k = 1,54 \text{ \AA}$), com o intuito de observar se há a formação de estruturas cristalinas da alumina após as calcinações.

5.3.3 Análise semi-quantitativa da composição química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (XRF)

A Fluorescência de raio X (XRF), realizada no laboratório de espectroscopia atômica e de massas (LEMA), utilizando o equipamento S2 ranger da Bruner, foi feita pelo método de pastilhas utilizando 1,2 g ácido bórico para cada 1 mg de

amostra, como mostra a Fig. 14, com o intuito de indicar o percentual, aproximado, de cada componente da amostra.

Figura 14 - Pastilhas para análise por XRF



Fonte: Autoria Própria

5.3.4 Fisissorção de N₂ (BET/BJH)

A determinação da área superficial, volume e diâmetro de poros foi realizada pela técnica de adsorção e dessorção de nitrogênio (Quantachrome NOVA 1200e) através dos métodos de BET (Brunauer, Emmett e Teller) e BJH (Barret, Joyner e Halenda), utilizando os pós dos aerogéis e um degas de 200 °C/3h, no Laboratório de Materiais Elétricos (LAMATE) do Departamento de Engenharia Elétrica da UFSC.

Os gráficos de Fisissorção de N₂ geram isotermas que são usadas para determinar as características texturais e estruturais dos poros dos aerogéis de alumina antes e depois do tratamento térmico. Os gráficos são formados por um eixo horizontal que varia de 0 a 1, correspondente a pressão relativa $\frac{P}{P_0}$, essa é a razão entre a pressão de adsorção e a pressão de saturação do gás, e um eixo vertical, que representa o volume de gás N₂ adsorvido sob condições padrão de temperatura e pressão (do Nascimento *et al.*, 2014).

5.3.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

A Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) foi realizada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), utilizando um microscópio FEI Tecnai G2 F20 (FEI) operado a 200 kV, com o objetivo de visualizar detalhes microscópicos do aerogel, como morfologia, estrutura e defeitos em escala nanométrica. Para aquisição das micrografias de

MET, as amostras de aerogéis foram preparadas na forma de suspensão por ultrasonicação dos materiais em isopropanol e depositadas em suporte do tipo grid de cobre recoberto com SiO/Formvar (300 mesh).

5.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada no Laboratório Central de Análises Químicas e Estruturais (LACAQUE) do Instituto de Química da Universidade Estadual Paulista (IQ-UNESP), utilizando um microscópio JEOL JSM-IT500HR (JEOL) para estudar a superfície do material, bem como sua estrutura e morfologia. As amostras foram depositadas diretamente na forma de pó sobre fita condutora de carbono fixada em um porta-amostra de alumínio e, em seguida, metalizadas com uma fina camada de ouro.

5.4. Caracterização de propriedades eletroquímicas

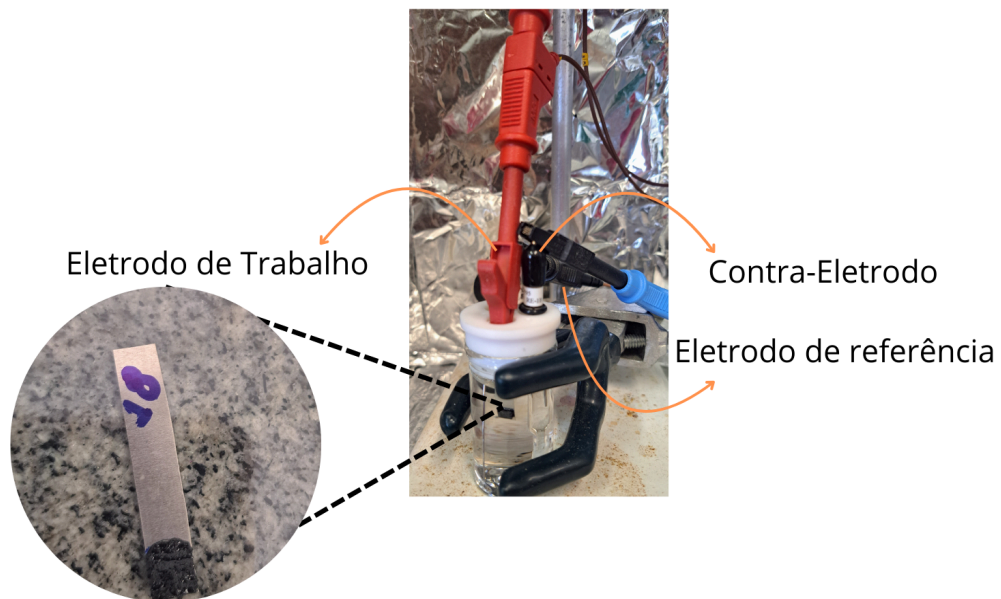
Em um frasco de vidro foram adicionado 0,012 g do aerogel, 0,0015 g de fluoreto de polivinilideno (PVDF), 0,0015 g do aditivo (Timicalsuper C65 conductive carbon Black) e 100 μ L do solvente N-Metil-2-pirrolidona (NMP). Com a utilização de um vortex esses produtos foram misturados, depois levados para o ultrassom por 1h, e novamente para o vortex, para que ocorra a total homogeneização. Em seguida, o lodo formado, será depositado em uma placa de aço inox e colocado no forno, à 60 °C, por 2h. Os eletrodos secos são imersos, por 20 min, em uma solução 1M de Na₂SO₄, utilizado como eletrólito. Assim, foi realizado o estudo das propriedades eletroquímicas, utilizando um potenciostato (Autolab PGSTAT204/FRA32M), localizado no laboratório de materiais elétricos (LAMATE), a partir das técnicas de voltametria cíclica, carga-descarga galvanostática e espectroscopia de impedância.

Para as medidas de Voltametria Cíclica (CV) foram aplicadas taxas de varredura de 0,1, 0,05, 0,01 e 0,005 mV/s em um potencial de 0 a 1,0 V, e para a estabilidade dos 200 ciclos, a taxa de varredura de 100 mV/s. As medidas de carga/descargas foram feitas em duas diferentes densidades de corrente: 0,1 A/g e 0,5 A/g, pelas curvas obtidas é possível calcular a resistência série, a densidade de energia e a densidade de potência. A espectroscopia de impedância, através dos diagramas de Nyquist, permite estudar o comportamento geral de um sistema

quando um número grande de processos inter-correlacionados ocorre em diferentes velocidades, ela foi medida numa frequência de 0,01 Hz a 100 kHz, com uma amplitude de 10 mV (Carvalho, 2006).

Foram empregados 3 tipos de eletrodos, como mostra a Fig. 15, o de trabalho, sendo um placa de aço onde o lodo de aerogel foi depositado, o contra-eletrodo, composto por um fio de platina e o de referência, que é de Ag/AgCl 3M KCl. O potenciostato controla a diferença de potencial elétrico entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência presentes em uma célula eletroquímica, atuando como um catalisador ou inibidor de reações eletroquímicas. Uma tensão pode ser imposta pelo potenciostato aos elementos da célula eletroquímica, fazendo circular uma corrente entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de platina através do eletrólito. A corrente e a tensão são medidas em relação ao eletrodo de referência e os dados obtidos armazenados no computador (UFES, 2013).

Figura 15 - Célula Eletroquímica



Fonte: Autoria própria

6. Resultados e Discussão

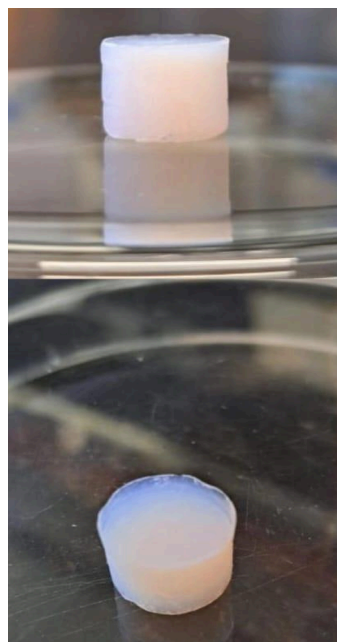
6.1. Estrutura e Composição dos Aerogéis de Alumina

6.1.1 Aerogéis Sintetizados

Os aerogéis analisados possuem propriedades físicas e ópticas diferentes como mostrado nas Fig. 16 (a e b), os que foram sintetizados através das latinhas (A_1), apresentaram mais resistência e uma coloração avermelhada, já os que tiveram o cloreto de alumínio da sigma-aldrich (A_2) como percurso ficaram mais quebradiços e como coloração branca opaca.

Figura 16 - Aerogéis de alumina com diferentes precursores

a) A_1 - Com alumínio das latinhas



b) A_2 - Com cloreto de alumínio da sigma-aldrich



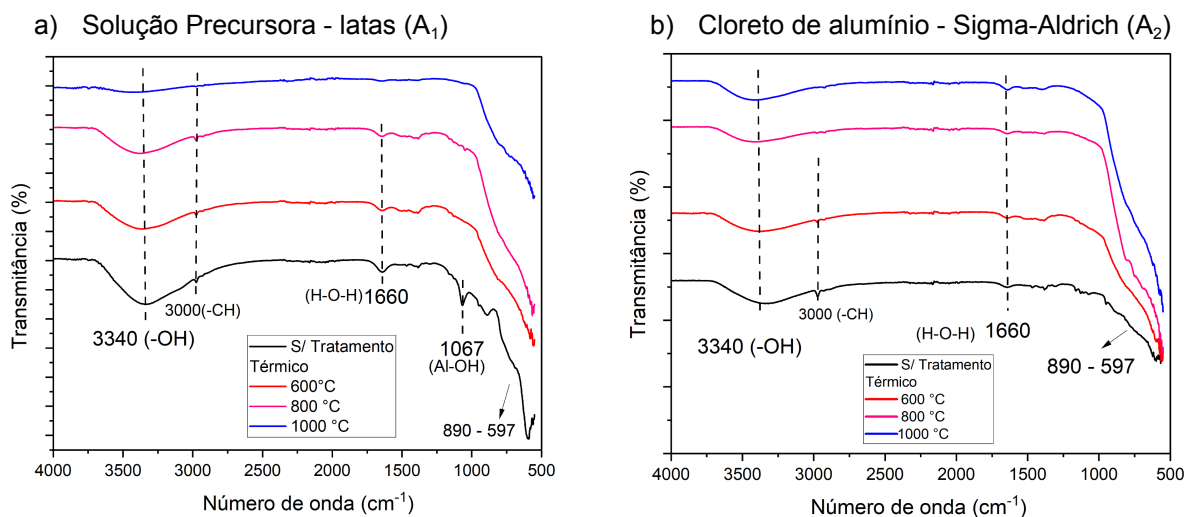
Fonte: Autoria Própria

6.1.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A fim de avaliar a composição e estrutura dos aerogéis de alumina sintetizados, foi realizada a análise de FTIR para os aerogéis sem e com tratamento térmico, como mostrado nas Figs. 17 (a e b). A banda mais larga, que aparece em aproximadamente 3340 cm^{-1} , é referente ao estiramento vibracional da ligação OH da boemita ou da água, onde pode se observar a diminuição gradual da banda a medida que a temperatura de calcinação aumenta, indicando possível

transformação a fase cristalina associada a processo de desidroxilação. A banda presente em aproximadamente 3000 cm^{-1} é referente ao estiramento da ligação C-H, provavelmente proveniente do epóxido e sub-produtos derivados deste que podem permanecer adsorvidos a rede de alumina após o processo de síntese e lavagem. A intensidade dessa banda diminui após o processo de calcinação, por conta da degradação de espécies orgânicas adsorvidas. A banda pequena em 1660 cm^{-1} refere-se à deformação angular do grupo OH de moléculas de água adsorvidas. Já a banda em 1067 cm^{-1} , que é observada de maneira mais proeminente no material sem tratamento térmico do conjunto A_1 , pode ser atribuída ao alongamento da ligação Al-OH, referente a boemita. As bandas em 890 cm^{-1} e 597 cm^{-1} são referentes ao estiramento O-Al-O, onde há estiramentos axiais e angulares (Mostafa *et al.*, 2023). Logo, de acordo com as bandas analisadas, os aerogéis sem tratamento térmico, tanto A_1 quanto A_2 , possuem estrutura $\text{AlO}(\text{OH})$, conhecida como Boemita, que quando passa pelas calcinações sofre desidroxilação, se transformando em Al_2O_3 , este possui fases cristalinas que foram analisadas por DRX.

Figura 17 - Espectro de FTIR para os aerogéis de alumina

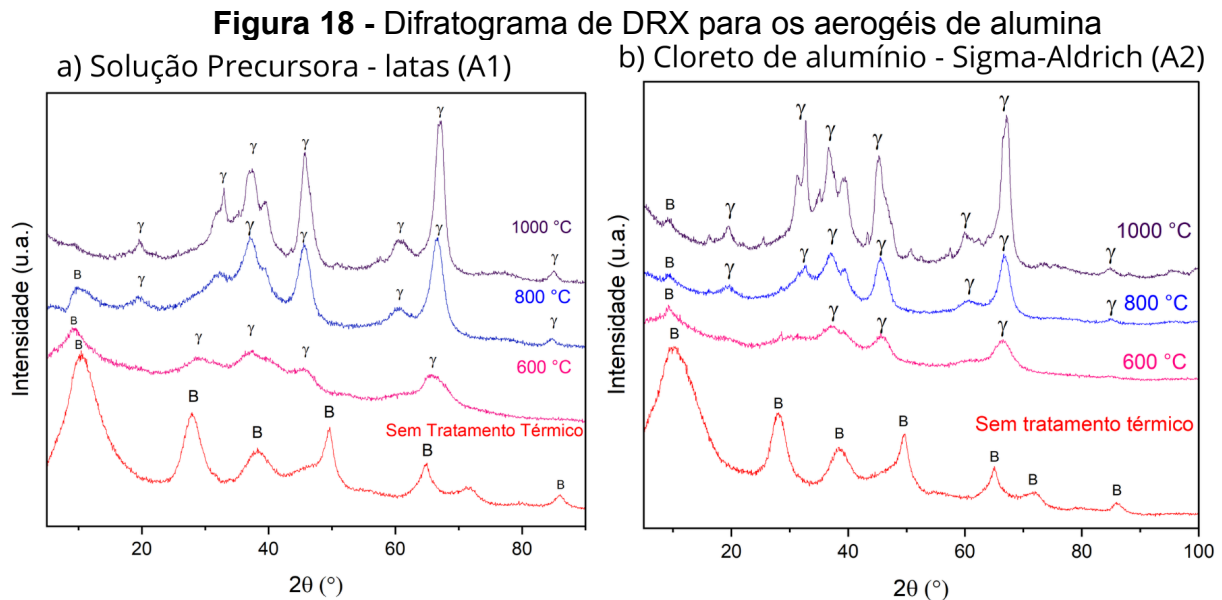


Fonte: Autoria Própria

6.1.2 Difração de Raio-X (DRX)

O DRX irá confirmar a formação das fases cristalinas, os picos de difração para a amostra sem tratamento térmico, como mostrado na Fig. 18 (a e b), condizem com o que mostrado para a boemita (B) na literatura (Dar *et al.*, 2015; Lee *et al.*,

2013). As diferentes temperaturas de calcinação afetam diretamente a formação cristalina e a estabilidade térmica/mecânica desses materiais. De acordo com (Zang, 2008; Mostafa *et al.*, 2023) os picos observados são consistentes com a fase γ -alumina na faixa de 600-1000 °C, sendo respectivos e atribuídos a carta cristalográfica JCPDS10-0425 .



Fonte: Autoria própria

6.1.3 Análise semi-quantitativa da composição química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X (XRF)

As amostras do aerogel A₁ foram analisadas por XRF pelo método de pastilha, a fim de se analisar quantitativamente elementos presentes em cada amostra, considerando que as latas de alumínio precursoras apresentam diversos metais em sua composição. Como visto na tabela 1, o aerogel da latinha (A₁), apresenta diversos tipos de óxido, principalmente Al₂O₃, MnO, Fe₂O₃ para a maioria das amostras, o que já era esperado visto que esses metais estão presentes na composição das latas, como o óxido de alumínio foi obtido em média de 98%, os materiais apresentaram uma ótima pureza.

Tabela 1 - Dados de XRF para as amostras de aerogel da Solução Precursora (com Al das latinhas) (A₁)

Temperatura de Calcinação	A ₁
S/ Tratamento Térmico	Al ₂ O ₃ - 98,24% MnO - 0,59% Fe ₂ O ₃ - 0,33% P ₂ O ₅ - 0,28% CaO - 0,20% TiO ₂ - 0,21% CuO - Traço Cr ₂ O ₃ - Traço ZnO - Traço V ₂ O ₅ - Traço NiO - Traço
600 °C	Al ₂ O ₃ - 98,30% MnO - 0,57% P ₂ O ₅ - 0,41% Fe ₂ O ₃ - 0,31% CaO - 0,25% CuO - 0,07% TiO ₂ - Traço Cr ₂ O ₃ - Traço V ₂ O ₅ - Traço ZnO - Traço NiO - Traço
800 °C	Al ₂ O ₃ - 98,77% MnO - 0,38% P ₂ O ₅ - 0,35% CaO - 0,20% Fe ₂ O ₃ - 0,20% CuO - Traço TiO ₂ - Traço Cr ₂ O ₃ - Traço V ₂ O ₅ - Traço ZnO - Traço NiO - Traço
1000 °C	Al ₂ O ₃ - 97,60% MnO - 0,80% Fe ₂ O ₃ - 0,46% P ₂ O ₅ - 0,45% CaO - 0,28% TiO ₂ - 0,22% CuO - 0,11% Cr ₂ O ₃ - Traço ZnO - Traço V ₂ O ₅ - Traço NiO - Traço

Fonte: Autoria Própria

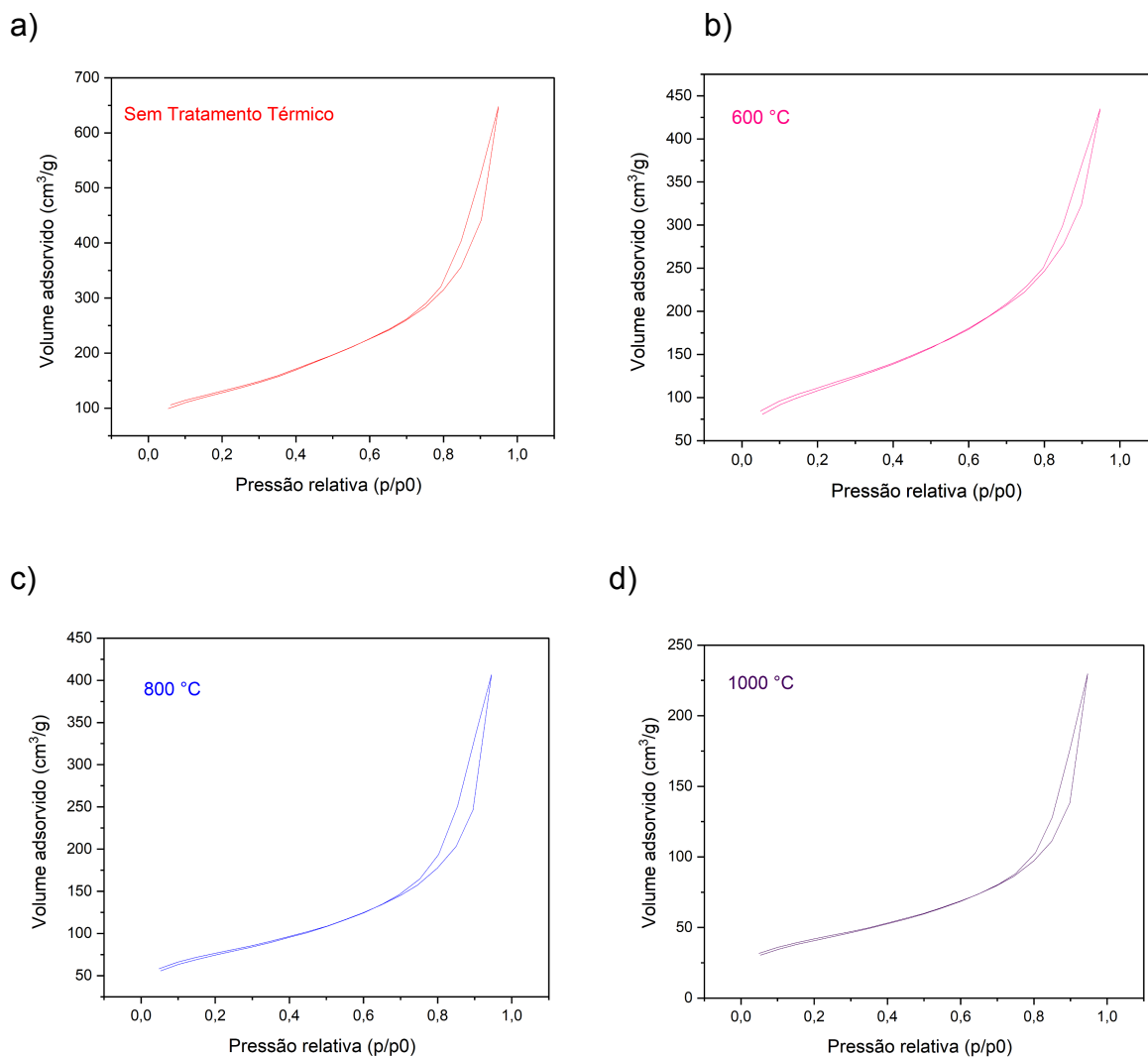
6.1.4 Fisissorção de N₂ (BET/BJH)

As análises de dessorção/adsorção de Nitrogênio geram isotermas, como mostrado nas Figs. 19 e 20 (a, b, c e d), referentes aos materiais A₁ (aerogéis de alumina com Al da latinha) e A₂ (Aerogéis de alumina com cloreto de alumínio da Sigma-Aldrich), respectivamente. Segundo IUPAC (1985), existem seis formas de classificar as características estruturais dos aerogéis, utilizando as isotermas de fisissorção, comparando o perfil das isotermas com a literatura, pode ser afirmado que os materiais são do tipo IV(a), indicando um adsorvente mesoporoso (como, por exemplo, muitos géis de óxido, adsorventes industriais e peneiras moleculares mesoporosas).

As curvas começam com uma subida progressiva até aproximadamente $\frac{P}{P_0} = 0,8$, depois seguem uma subida mais linear, onde as curvas de dessorção e adsorção se separam, em aproximadamente 0,9 se juntam novamente formando uma fenda, esse perfil é mantido para todas as amostras, pois não há diferença significativa entre as isotermas com relação a temperatura e tratamento térmico. O comportamento de adsorção em mesoporos é determinado pelas interações adsorvente-adsorvente e também pelas interações entre as moléculas no estado condensado. Além disso, nas isotermas do tipo IV(a), a condensação capilar é acompanhada por histerese, pois a largura do poro excedeu uma certa largura crítica.

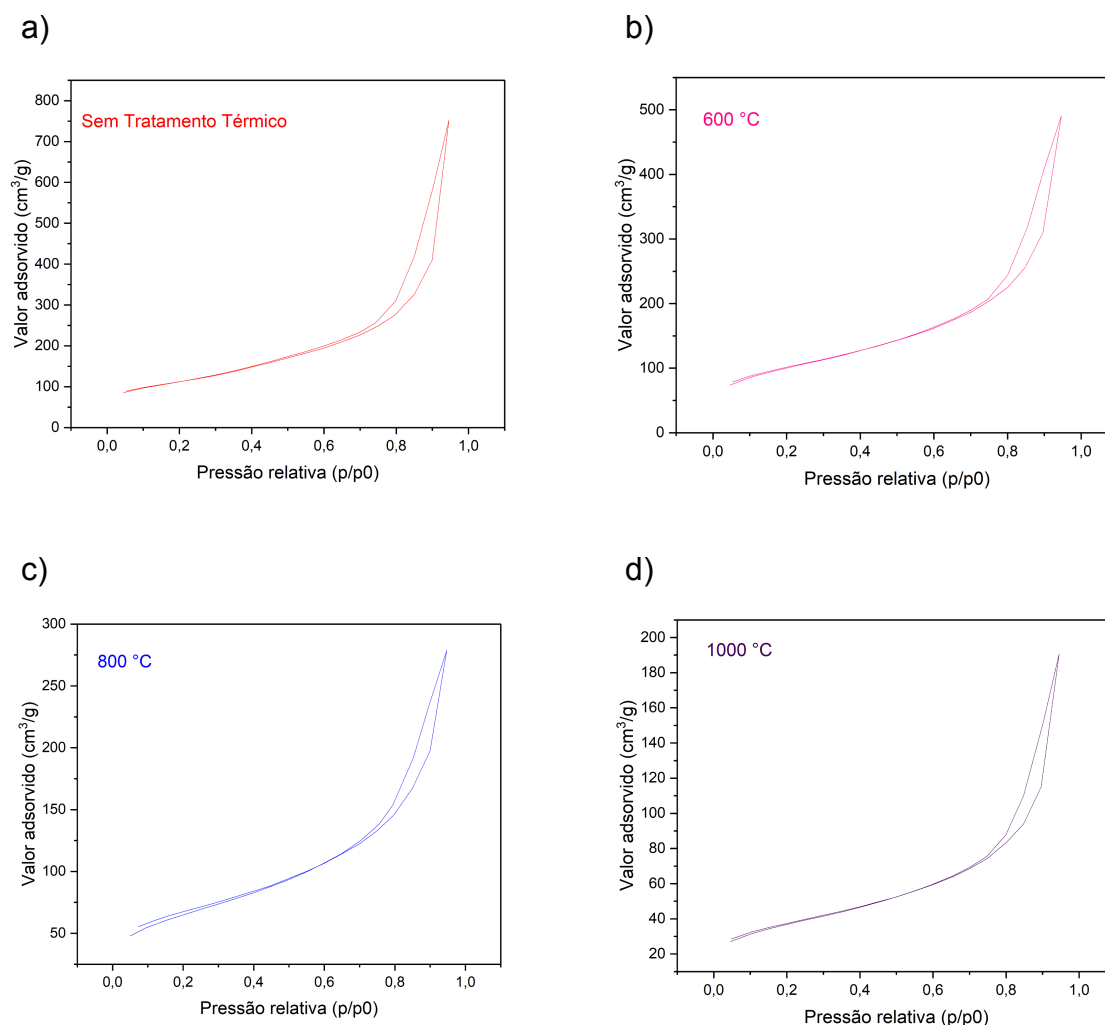
Os “loops” das histereses, são identificados como H3, para todas as amostras, pois a rede de poros consiste numa estrutura irregular que não são completamente preenchidos com condensado de poros, indicando que o preenchimento e o esvaziamento dos poros ocorre de forma diferente (Thomas *et al.*, 2015).

Figura 19 - Isotermas de adsorção-dessorção de N₂ para amostras de A₁ - Aerogéis de alumina com Al da latinha.



Fonte: Autoria Própria

Figura 20 - Isotermas de adsorção-dessorção de N_2 para amostras de A_2 - Aerogéis de alumina com cloreto de alumínio da Sigma-Aldrich.



Fonte: Autoria Própria

Na tabela 2 é mostrado os valores de área superficial, diâmetro e volume dos poros calculados através dos métodos BET e BJH.

O fato desses materiais serem formados por uma estrutura mesoporosa faz com que tenham altos valores de área superficial específica, sendo a maior delas de $250 \text{ m}^2/\text{g}$ para o aerogel A_1 que não passou por tratamento térmico, diminuído de acordo com o aumento da temperatura de calcinação, indicando que está ocorrendo o processo de cristalização da alumina e a coalescência dos poros. O material também apresenta boa estabilidade térmica, já que os valores de área não têm uma diferença tão grande.

Tabela 2 - Propriedades texturais das amostras de aerogéis determinadas empregando medidas de fisissorção de N₂ e métodos BET/BJH.

Amostra	Tratamento Térmico	Área Superficial Específica (m ² /g)	Volume de Poros (cm ³ /g)	Diâmetro Médio de Poros (nm)
A ₁	S/ tratamento	250	0,89	3,4
A ₁	600 °C	187	0,57	3,4
A ₁	800 °C	149	0,56	4,3
A ₁	1000 °C	81	0,31	4,2
A ₂	S/ tratamento	247	1,11	3,1
A ₂	600 °C	187	0,67	3,8
A ₂	800 °C	115	0,37	3,8
A ₂	1000 °C	69	0,26	3,4

Fonte: Autoria Própria

Observa-se que não há mudanças significativas entre as isotermas, com a mudança na temperatura de calcinação, indicando que as estruturas mesoporosas permanecem preservadas. Como observado na tabela 2, os valores de área superficial específica diminuem bastante com o aumento da temperatura de calcinação, pois os tratamentos induzem a formação de algumas estruturas cristalinas da alumina e a coalescência dos poros. Fazendo uma comparação entre os dois materiais é possível notar que o A₁, como alumínio extraído de latas de bebidas, apresentou melhor desempenho em todos os tratamentos do que o A₂, indicando que ele possui maior estabilidade térmica, outro ponto importante é a diminuição do volume e aumento do diâmetro médio de poros, o que indica a coalescência dos poros menores formando poros maiores.

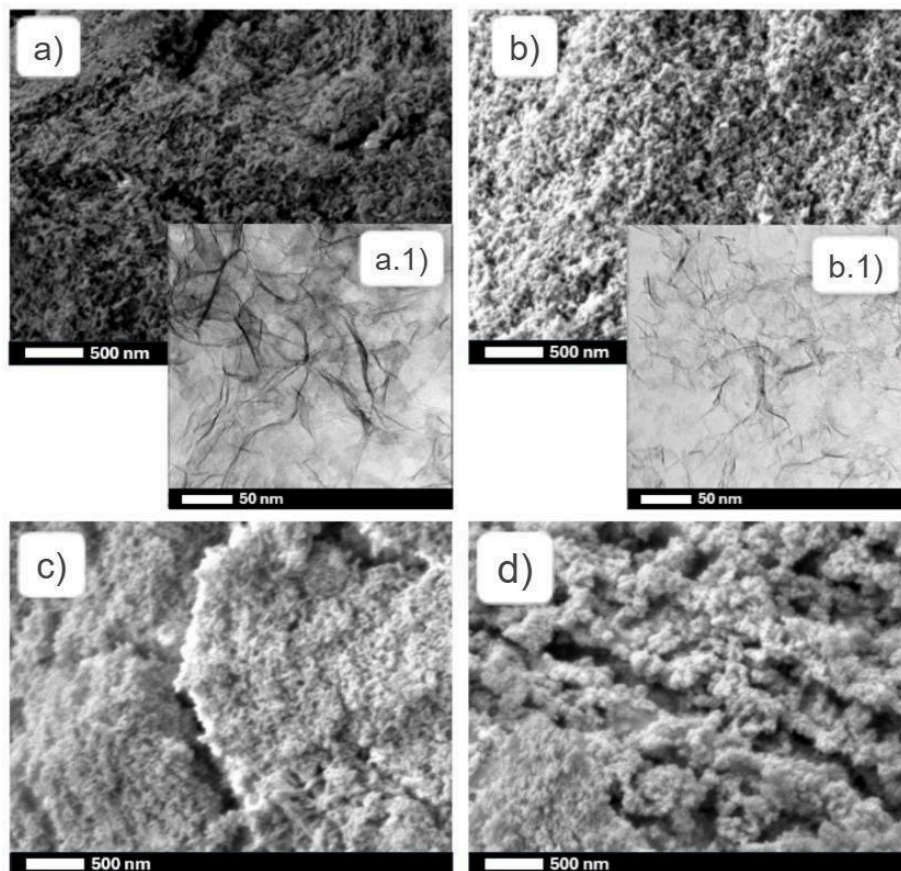
6.1.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

As Figs 21 (a; b; c; d) são referentes aos resultados de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para os aerogéis feitos a partir das latas de alumínio recicladas

(A₁), pois é o principal foco desse trabalho, na Fig. 20 (a) tem-se a imagem para o material que não foi tratado termicamente e as outras são para os que foram calcinado a 600, 800 e 1000 °C, respectivamente. Comparando as imagens, todas possuindo a mesma magnificancia, com o aumento da temperatura é possível observar que a estrutura física granulosa se mantém, mas também ocorre o aumento da partícula, devido a coalescência dos poros.

As Figs. 21 (a.1; b.1) são referentes a microscopia eletrônica de transmissão (MET), elas mostram que os materiais consistem em redes interconectadas, com vários fios. Segundo Baumann *et al.* (2004) os aerogéis preparados a partir do sal de cloreto em etanol consistem em partículas, de 2 a 5 nm de diâmetro e de comprimentos variados, interligadas para formar uma teia microestruturada. Esta morfologia fibrosa, como teias, foi relatada para a alumina e são bem parecidas com os resultados de TEM encontrados para esse trabalho.

Figura 21 - Imagens de MEV e TEM para as amostras de Aerogel de Alumina (A₁)



Fonte: Autoria Própria

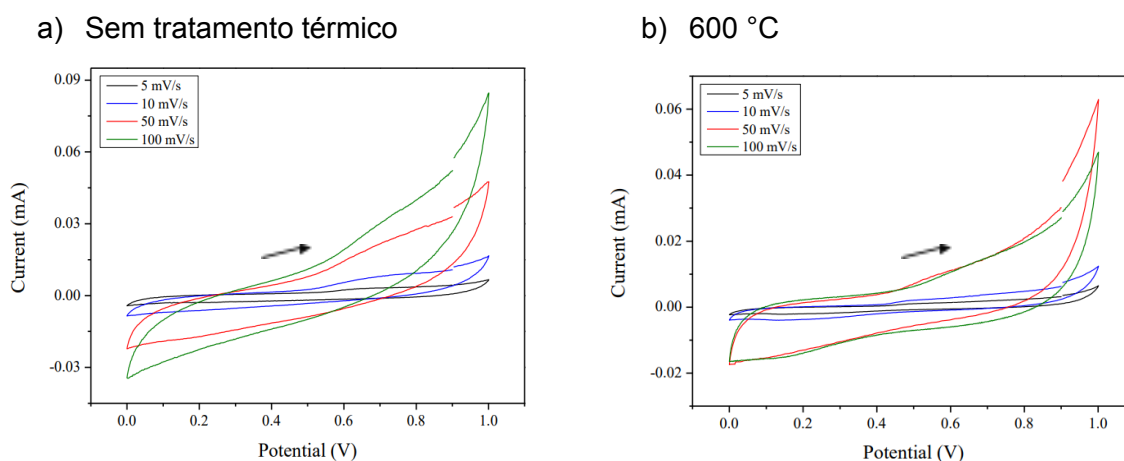
6.2. Propriedades Eletroquímicas

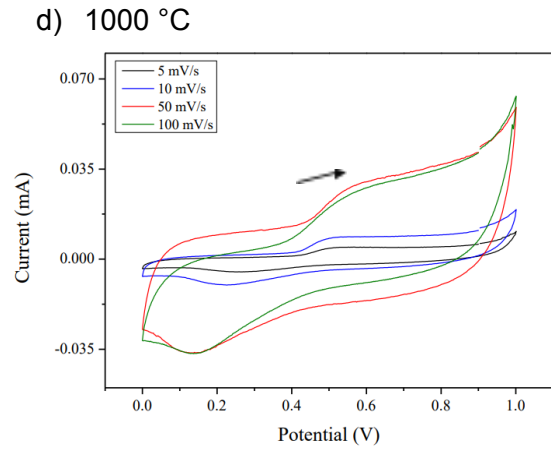
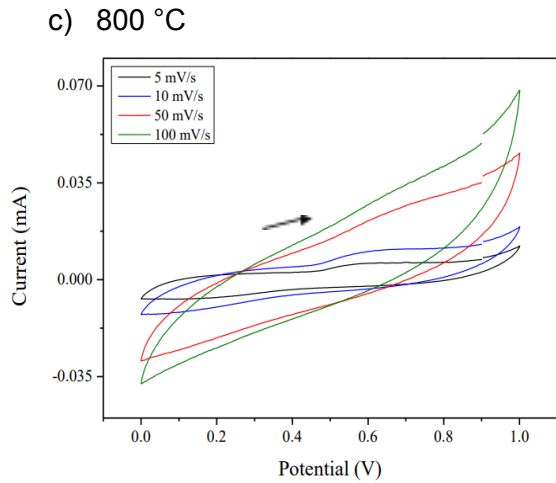
6.2.1 Voltametria Cíclica

A partir dos estudos realizados para voltametria cíclica dos dispositivos com quatro diferentes taxas de varredura: 5, 10, 50 e 100 mV/s, foram observados os perfis similares ao formato típico de óxidos metálicos, com particularidades simétricas entre os estados de reação anódica e catódica reportado na literatura. Os voltamogramas mostrados nas Fig. 21 e 22 vão de a) a d), mostrando o comportamento da corrente com diferentes temperaturas de calcinação e soluções precursoras.

As Figs. 22 e 23 (a; b; c) não têm picos redox detectáveis na janela de potencial analisada, o que sugere um comportamento capacitivo quase ideal graças à acessibilidade e molhabilidade do eletrodo para adsorção de íons. Já na Fig. 21 (d) é possível notar a formação de dois pequenos picos, aproximadamente em 0,1 V e 0,6 V, possivelmente de oxidação e redução de algum contaminante da latinha, que ficam ainda mais evidentes quando comparados com a amostra d) da Fig. 22 submetida a essa mesma temperatura, na mesma taxa de 5 mV/s e que não apresenta nenhum pico.

Figura 22 - Voltametria cíclica dos dispositivos das amostras A₁ (Aerogéis de alumina com Al da latinha) sem e com tratamento térmico: a) sem tratamento b) 600 °C c) 800 °C d) 1000 °C em diferentes taxas de varredura (5, 10, 50 e 100 mV/s).

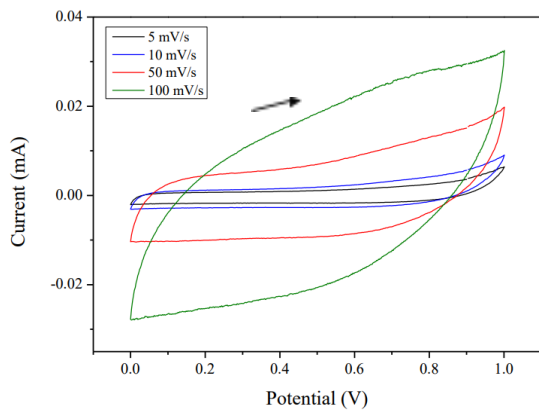




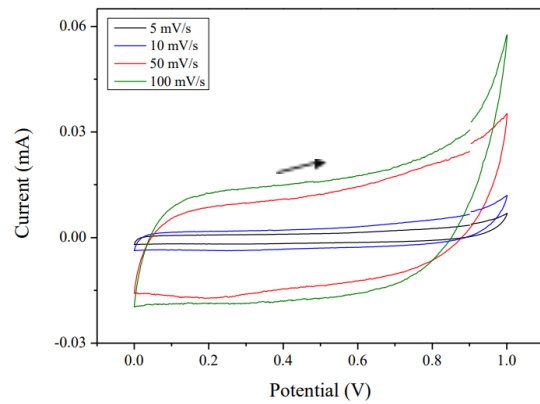
Fonte: Autoria Própria

Figura 23 - Voltametria cíclica dos dispositivos das amostras A_2 (Aerogéis de alumina com cloreto de alumínio da Sigma-Aldrich) sem e com tratamento térmico: a) sem tratamento b) 600 °C c) 800 °C d) 1000 °C em diferentes taxas de varredura (5, 10, 50 e 100 mV/s).

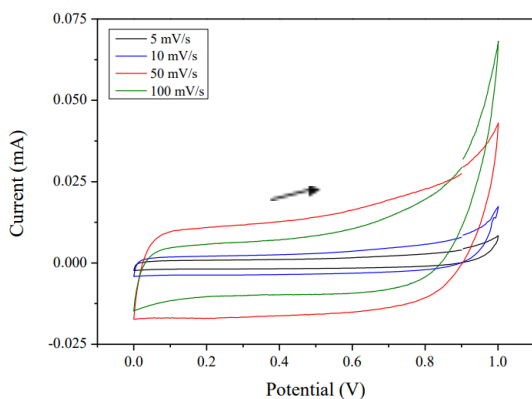
a) Sem tratamento térmico



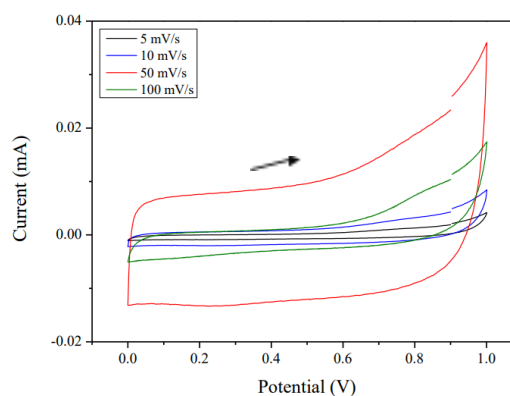
b) 600 °C



c) 800 °C



d) 1000 °C



Fonte: Autoria Própria

O fato de ocorrer uma diminuição progressiva da capacitância com o aumento da velocidade está diretamente ligado ao processo de difusão entre as espécies do eletrólito e a superfície do eletrodo, limitando as reações pseudocapacitivas, apenas nas camadas superficiais. Os valores da capacitância específica obtida, através da técnica de voltametria cíclica dos eletrodos sintetizados e as diferentes velocidades de varreduras proporcionais a cada eletrodo são apresentadas na Tabela 3, sendo A_1 referente às latinhas de alumínio e A_2 à solução de cloreto de alumínio da sigma-aldrich.

Tabela 3 - Capacitância específica em diferentes velocidades de varredura dos eletrodos sintetizados em mF.g^{-1} .

Eletrodos	5 mV.s^{-1}	10 mV.s^{-1}	50 mV.s^{-1}	100 mV.s^{-1}
A_1 - S/ tratamento térmico	710	710	390	250
A_1 - 600 °C	420	390	345	175
A_1 - 800 °C	1480	1100	450	280
A_1 - 1000 °C	1100	1120	900	370
A_2 - S/ tratamento térmico	615	480	325	345
A_2 - 600 °C	615	620	530	310
A_2 - 800 °C	695	700	625	200
A_2 - 1000 °C	250	350	500	55

Fonte: Autoria Própria

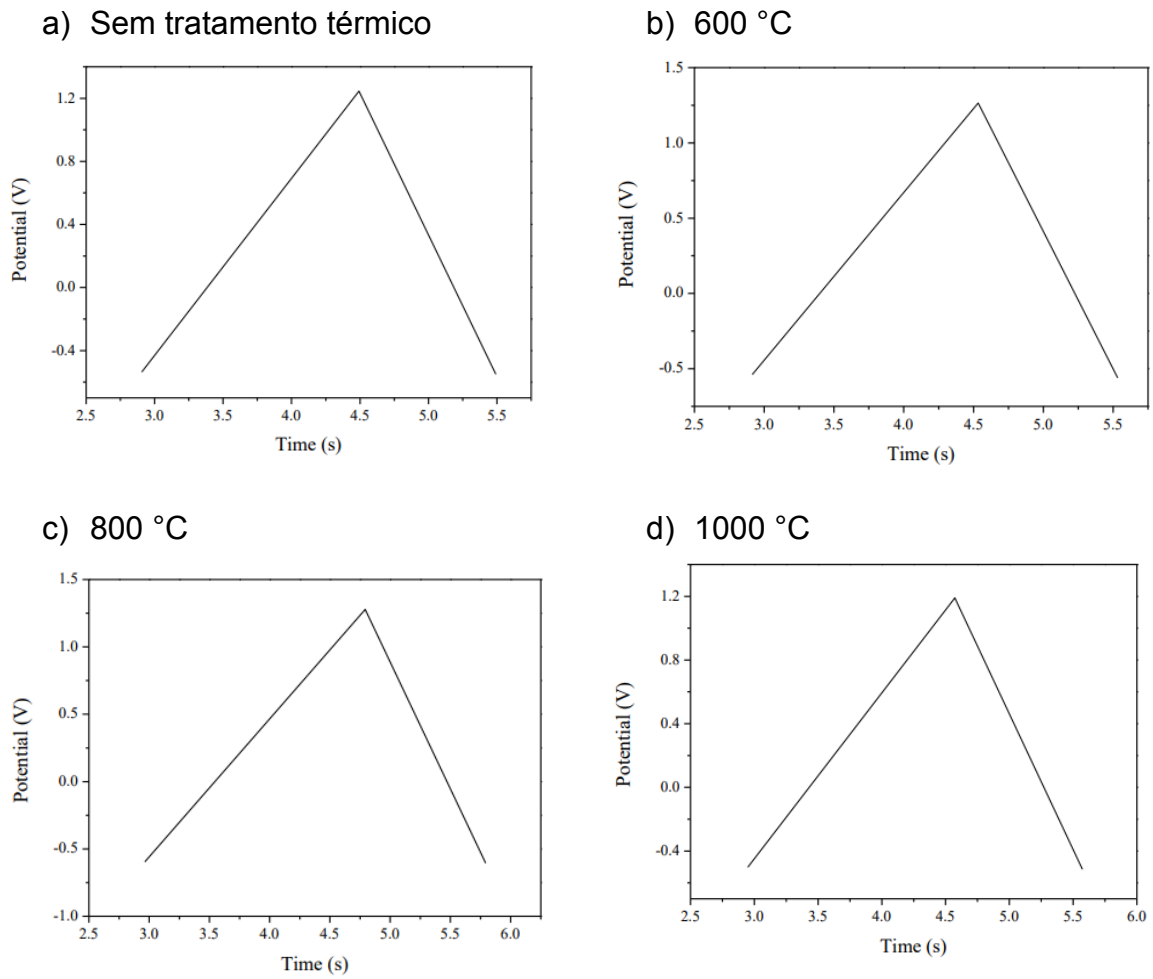
O maior valor de capacitância específica para o A_1 foi de 1480 mF.g^{-1} e para o A_2 foi de 700 mF.g^{-1} , ambos a uma temperatura de $800 \text{ }^\circ\text{C}$, com velocidades de varredura de 5 e 10 mV.s^{-1} , respectivamente. Ou seja, o valor de A_1 é mais que o dobro do A_2 , o que comprova a eficácia do dispositivo desenvolvido a partir de latas de alumínio.

Esse resultado pode estar relacionado à presença de outros metais nas latas, como manganês, ferro e magnésio, pois seus óxidos também podem ter comportamento pseudocapacitivo, aumentando a capacitância por meio de reações faradaicas, e também ao aumento da cristalinidade e estabilidade do material nesta temperatura, o que melhora o desempenho eletroquímico por meio da difusão de íons. Quando a temperatura de calcinação é $\geq 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ o desempenho eletroquímico diminui novamente devido à maior temperatura de calcinação, pois deve ocorrer novamente a mudança da fase cristalina para uma com baixa condutividade elétrica.

6.2.2 Carga/Descarga galvanostática

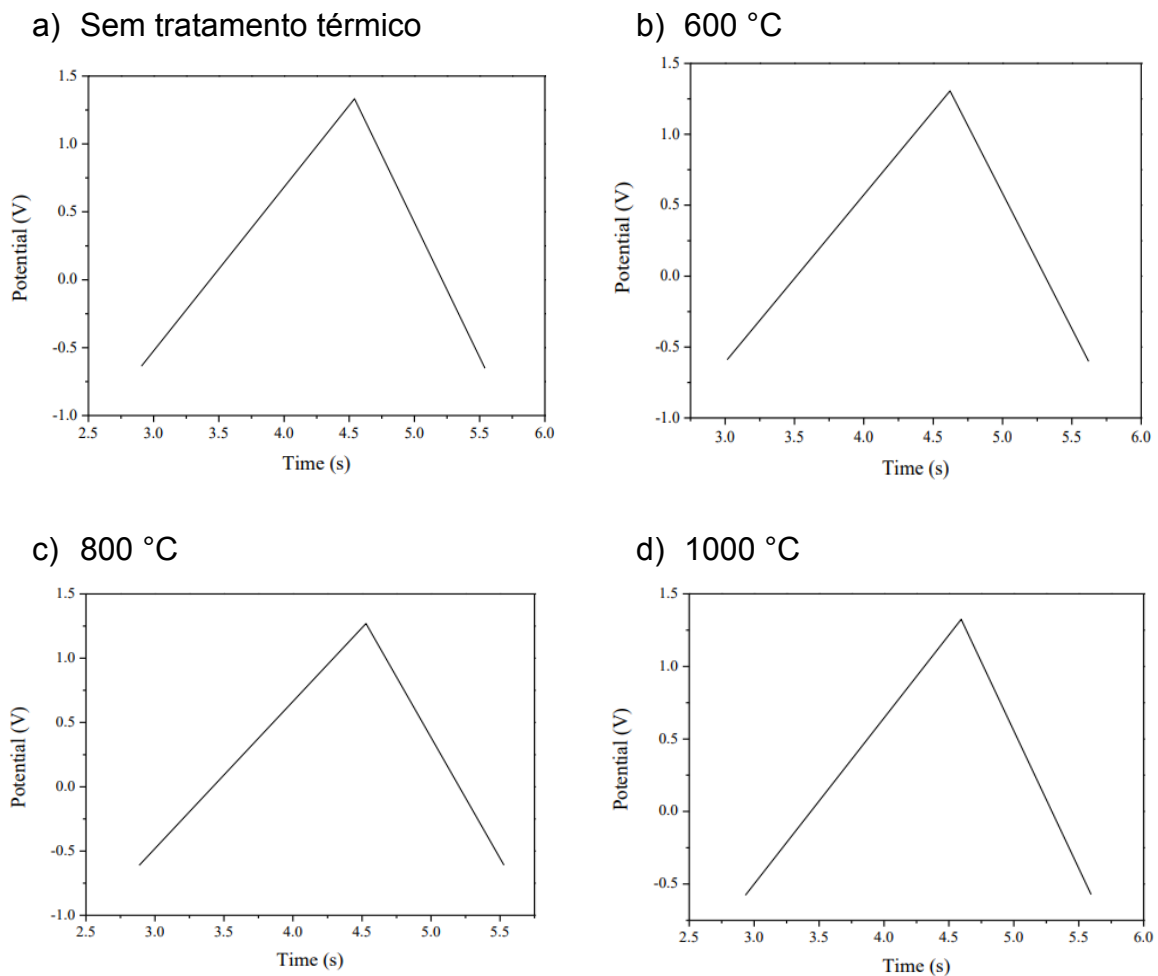
Os estudos de carga/descarga galvanostática analisam o comportamento do dispositivo ao longo de vários ciclos. Durante a carga, observa-se um aumento exponencial da tensão, enquanto na descarga ocorre uma diminuição gradual. Os resultados desses estudos são apresentados nos gráficos das Figs. 24 e 25, que correspondem aos materiais de latinha (A_1) e controle (A_2), respectivamente, submetidos a diferentes tratamentos térmicos.

Figura 24 - Curva de carga/descarga do dispositivo A_1 (Aerogéis de alumina com Al da latinha) sem e com tratamento térmico, na densidade de corrente de 0,5 A/g.



Fonte: Autoria Própria

Figura 25 - Curva de carga/descarga do dispositivo A_2 (Aerogéis de alumina com cloreto de alumínio da Sigma-Aldrich) sem e com tratamento térmico, na densidade de corrente de 0,5 A/g.



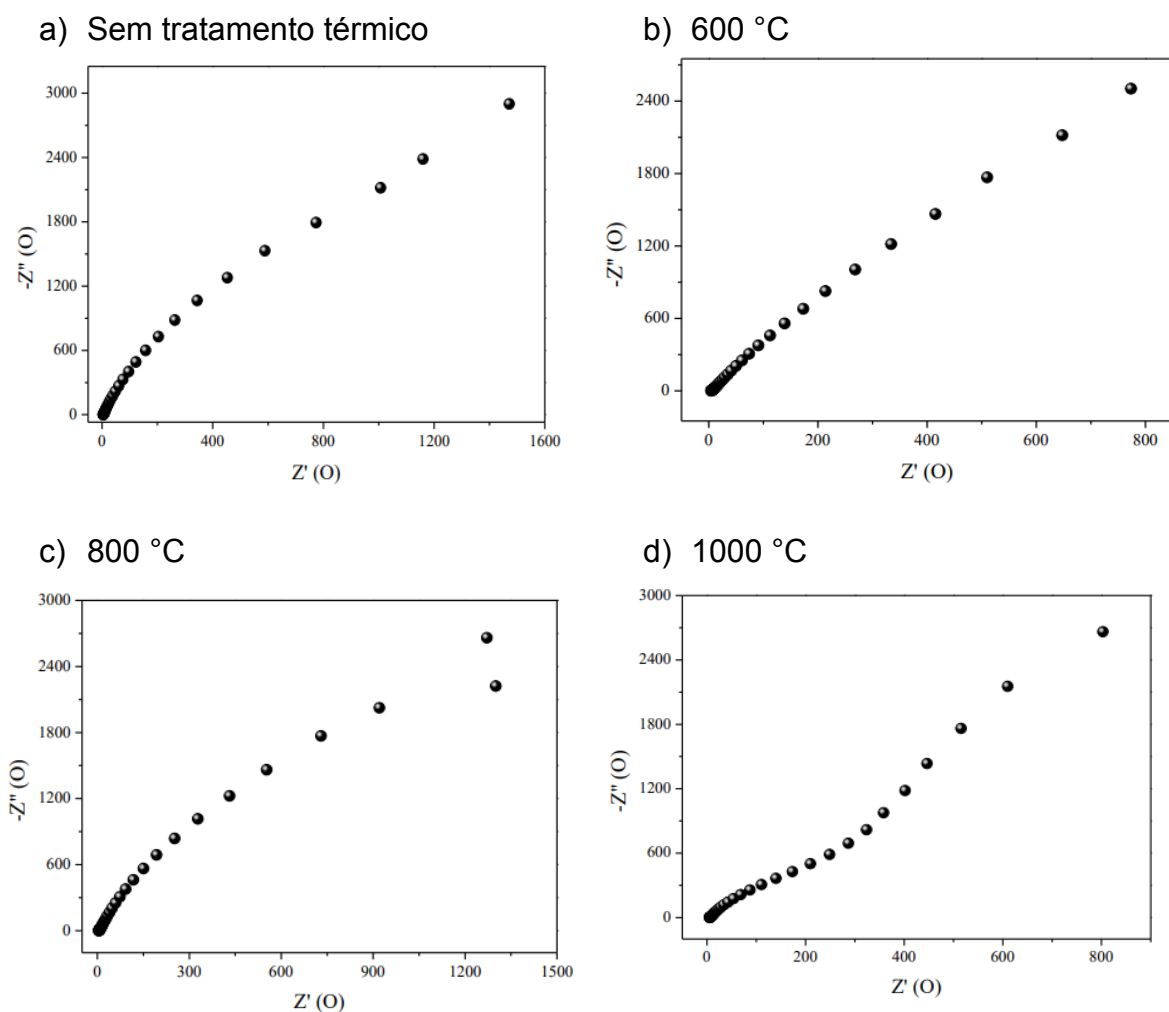
Fonte: Autoria Própria

Os gráficos indicam que todos os dispositivos têm boa reversibilidade e comportamento capacitivo, pois são triangulares e simétricos. Todos dispositivos A_2 possuem uma faixa de variação de tempo um pouco mais ampla do que o A_1 , isso sugere que ele poderia armazenar mais energia e operar de forma mais eficiente em uma faixa de tensão maior, pois também alcançou maior variação de potencial, dito isso ambos podem atuar como supercapacitor, por conta do comportamento dos gráficos, o A_1 terá mais vantagens pois além de ter menor custo de produção, carrega e descarrega com mais rapidez, o que é bem característico de um supercapacitor.

6.2.3 Espectroscopia de Impedância

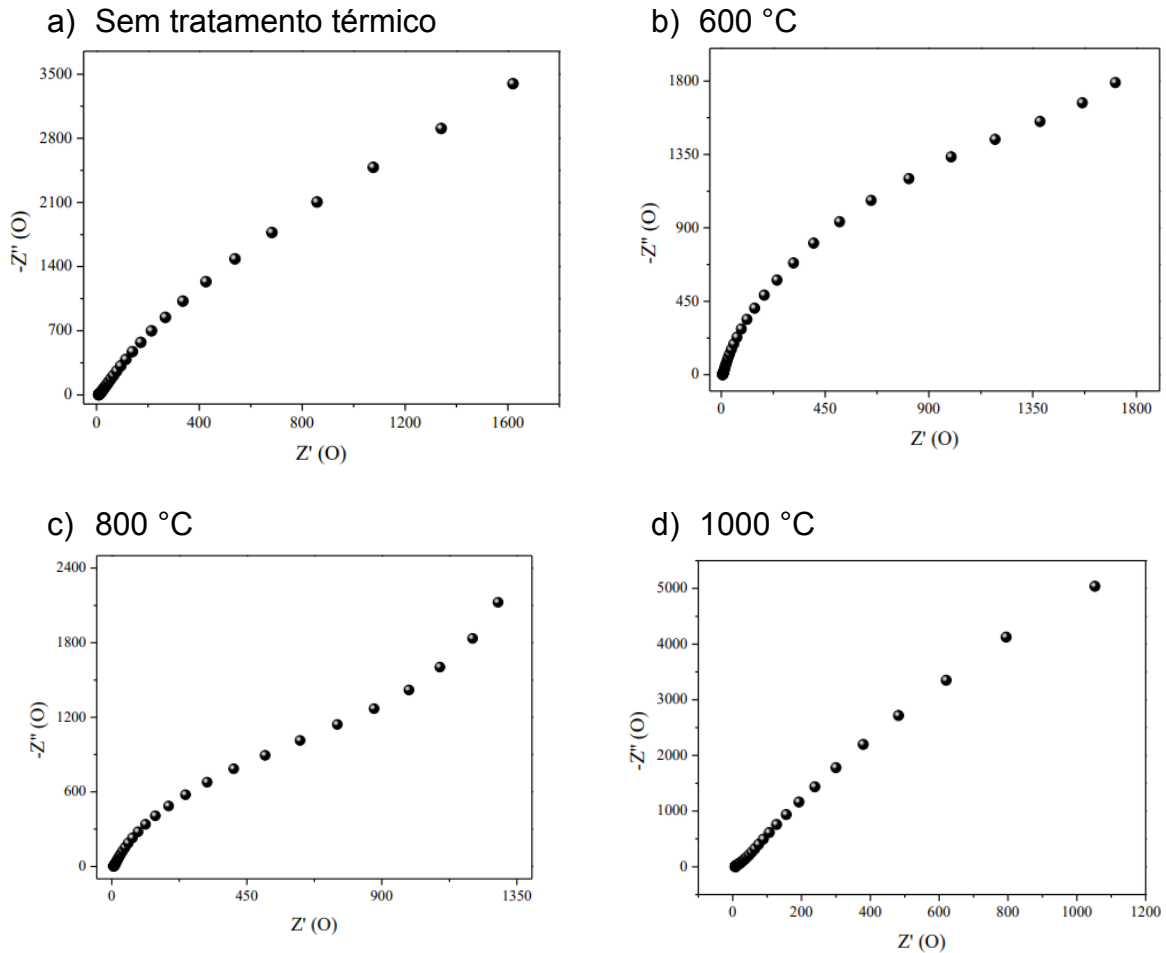
A espectroscopia de impedância forma gráficos de impedância real (Z') versus impedância imaginária (Z''), estuda resistência de transporte (R_t) e a frequência de relaxação característica (f_c) que combinam efeitos resistivos e capacitivos. Esses gráficos estão presentes nas Figs. 26 e 27, eles são referentes aos dispositivos A_1 e A_2 , respectivamente, com diferentes tratamentos térmicos.

Figura 26 - Gráfico de Nyquist das amostras de Al_2O_3 das latinhas (A_1).



Fonte: Autoria Própria

Figura 27 - Gráfico de Nyquist das amostras de Al_2O_3 do controle (A_2).



Fonte: Autoria Própria

Nenhum dos gráficos apresenta um semicírculo bem definido, nem angulação de 45° no eixo $-Z''$, mostrando comportamentos bem parecidos, por conta disso todos os aerogéis indicam um comportamento capacitivo, principalmente. Devido a forma que as retas estão inclinadas é possível afirmar que o circuito dos dispositivos condiz com um capacitor ideal com resistência em paralelo, tendo o mesmo módulo de impedância.

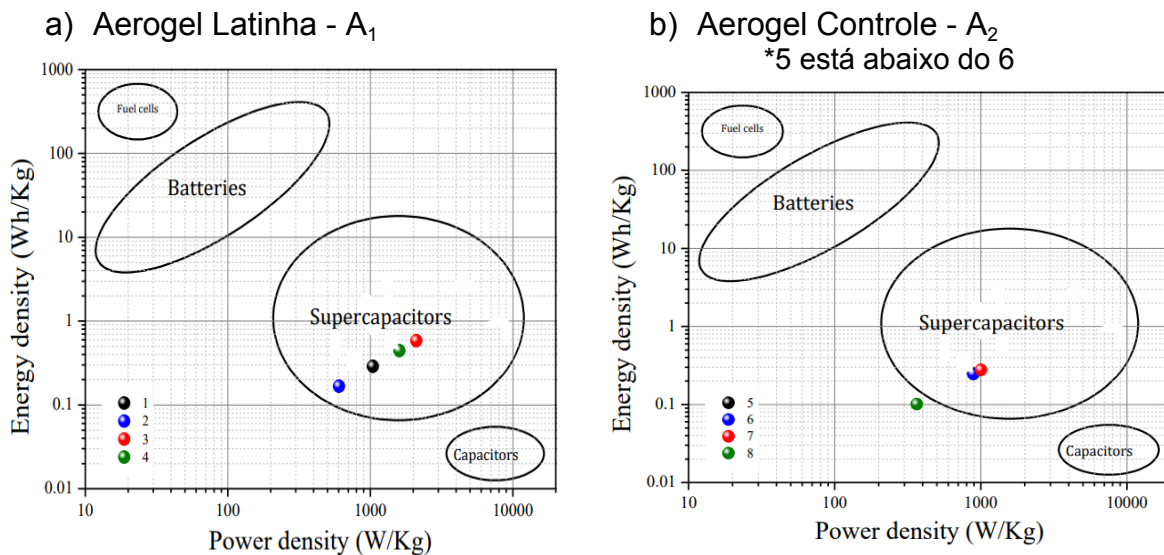
6.2.4 Gráfico de ragone

Para de fato saber quais dispositivos se comportam como supercapacitor foram montados os diagramas de Ragone (Figs. 28 a e b), ele exhibe os dispositivos de armazenamento de energia, mostrando os valores de densidade de potência versus densidade de energia, os quais permitem a comparação dos principais

dispositivos de armazenamento de carga, de acordo com os requisitos de aplicações.

Os diagramas indicam que apenas o dispositivo composto pelo aerogel controle (A_2), com cloreto de alumínio da sigma-aldrich, que passou pelo tratamento térmico de 1000 °C não se enquadra como supercapacitor, os outros eletrodos desse mesmo material se enquadram, mas em comparação aos materiais A_1 não são os melhores, visto que os dispositivos A_1 que foram calcinados a 800 e 1000 °C possuem as maiores densidades de potência e energia de todos, já que também apresentam grande cristalinidade e alta área superficial.

Figura 28 - Gráfico de Ragone, o qual relaciona a densidade de energia com a densidade de potência, sendo: 1 e 5: Sem tratamento térmico; 2 e 6: 600 °C; 3 e 7: 800 °C; 4 e 8: 1000 °C.



Fonte: Autoria Própria

7. Conclusão

Esse trabalho comprovou que é possível preparar aerogéis de alumina (A_1), a partir de alumínio de latinhas recicladas, combinado a síntese sol-gel e a secagem supercrítica, para utilizá-los como eletrodos de supercapacitores. Para comparar o desempenho dos aerogéis foram feitos também aerogéis (A_2) utilizando $AlCl_3$ da sigma-aldrich, ambos foram testados sem tratamento térmico e com calcinações de 600, 800 e 1000 °C, para saber qual iria demonstrar os melhores desempenhos eletroquímicos.

A técnica de adsorção e dessorção de N_2 mostrou que o A_1 teve uma área superficial maior que A_2 na maioria das temperaturas, sendo a maior área obtida de 250 m^2/g e 247 m^2/g , respectivamente, para os que não passaram por tratamento térmico, com o aumento da temperatura de calcinação a área diminui, devido a coalescência dos poros. Esse efeito de aumento dos poros também é visto por meio da microscopia eletrônica de varredura.

A voltametria cíclica indica que todos os dispositivos têm comportamento pseudocapacitivo. Os maiores valores de capacitância específica foram obtidos para o A_1 , sendo a maior delas de 1480 $mF.g^{-1}$ na faixa de 5 $mV.s^{-1}$ calcinado a 800 °C. Os gráficos de Nyquist, obtidos através da análise de impedância, indicam um comportamento capacitivo condizente com um capacitor ideal com resistência em paralelo, tendo o mesmo módulo de impedância, para todos os dispositivos analisados.

Utilizando os gráficos de Ragone foi possível mostrar que apenas o dispositivo A_2 , calcinado a 1000 °C não se comporta como um supercapacitor. Com os resultados obtidos neste estudo, conclui-se que a solução precursora e a utilização ou não de tratamentos térmicos, tiveram influência nos resultados estruturais e eletroquímicos, onde aqueles que apresentam cristalinidade têm resultados mais satisfatórios. Diante dos resultados apresentados, é possível afirmar que os géis com alumínio das latinhas foram obtidos com boa cristalinidade e alta área de superfície, uma sinergia ideal para boa resposta de densidade de potência e de energia.

Além do desempenho, é importante considerar a redução dos custos e as vantagens de se utilizar as latinhas de alumínio, diminuindo o lixo gerado pelo

mundo, por isso é mais indicado a utilização dos aerogéis do tipo A₁ para a aplicação em supercapacitores.

Futuramente, podem ser estudadas as propriedades mecânicas e ópticas desses materiais, por serem muito resistentes, mantendo sua estrutura mesmo quando calcinado a 1000 °C e terem uma coloração mais avermelhada, bem diferente do que se encontra para os aerogéis a base de alumina, outra aplicação interessante seria a utilização como suporte de catalisadores.

8. Referências

AMDA – ASSOCIAÇÃO MINEIRA DE DEFESA DO AMBIENTE. Ciclo de vida da latinha de alumínio. AMDA, 2018. Disponível em: <https://amda.org.br/ciclo-de-vida/2765-ciclo-de-vida-da-latinha-de-aluminio/>. Acesso em: 24 set. 2024.

An, C. et al. Metal oxide-based supercapacitors: progress and prospectives. *Nanoscale Advances*, 2019.

BAUMANN, T. F. et al. Synthesis of Metal Oxide Aerogels via Epoxide-Assisted Gelation of Metal Salts. Em: *Handbook of Aerogels*, p. 418–433, 2023.

BAUMANN, T. F. et al. Synthesis of High-Surface-Area Alumina Aerogels without the Use of Alkoxide Precursors. *ACS publications*, p. 395–401, 2004.

BARANWAL, R. K. et al. Advances in Surface Engineering for Improved Energy Storage. *Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials*, v. 3, p. 245–249, 2020.

BEYERS, I.; BENSMANN, A.; HANKE-RAUSCHENBACH, R. Ragone plots revisited: A review of methodology and application across energy storage technologies. *Journal of Energy Storage*, v. 73, 20 dez. 2023.

BONI; MONDILLO, N.; HERRINGTON, R. *Encyclopedia of Geology (Second Edition)*, 2021.

BRAGA, P., et al. "Lama vermelha: caracterização e aplicações." (2017).

BRITANNICA, os editores da Enciclopédia. "alumina". *Enciclopédia Britânica*, 28 de setembro de 2023, <https://www.britannica.com/science/alumina>. Acesso em: 8 de nov. de 2023.

CARVALHO, L. A. d.; ANDRADE, A. R. d.; BUENO, P. R. Espectroscopia de impedância eletroquímica aplicada ao estudo das reações heterogêneas em ânodos dimensionalmente estáveis. *Química Nova, SciELO Brasil*, v. 29, p. 796–804, 2006. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422006000400029>>.

Chhetri, K., Subedi, S., Muthurasu, A., Ko, T. H., & Kim, B. D. e. H. A review on nanofiber reinforced aerogels for energy storage and conversion applications. *Journal of Energy Storage*, 2022. p.46.

Cresser MS, Edwards AC, Killham K (1993) *Soil chemistry and its applications*. Cambridge University Press, London.

Dar, F.A., Sofi, A.H. & Shah, M.A. Boehmite (AlOOH) nanostrips and their growth mechanism. *Int Nano Lett* **5**, 67–70 (2015). <https://doi.org/10.1007/s40089-015-0138-7>.

DA CUNHA NASCIMENTO, M. ESTUDOS DAS VARIÁVEIS DE PREPARAÇÃO DE FILMES MnO₂ APLICADO A SUPERCAPACITORES. Programa de Pós-graduação de Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas, 2019.

De Miranda M. C. et al., APLICAÇÃO DA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA NO ESTUDO DE CORROSÃO DE LIGAS METÁLICAS Co – W EM MEIOS CORROSIVOS DIVERSOS, 2018.

DHIBAR, S. Electrochemical behaviour of graphene and carbon nanotubes based hybrid polymer composites. Em: VIJAY KUMAR THAKUR, MANJU KUMARI THAKUR, RAJU KUMAR GUPTA, HYBRID POLYMER COMPOSITE MATERIALS, WOODHEAD PUBLISHING (Ed.). Hybrid Polymer Composite Materials, 2017. p. 211–248.

Dissanayake, K.; Kularatna-Abeywardana, D. A review of supercapacitors: Materials, technology, challenges, and renewable energy applications. *Journal of Energy Storage*, julho de 2024.

DO NASCIMENTO, R. F. et al. ADSORÇÃO: aspectos teóricos e aplicações ambientais. Imprensa Universitária da Universidade Federal do Ceará, 2014.

ECYCLE. Upcycling: o que é e como fazer. Ecycle, 2018. Disponível em: <https://www.ecycle.com.br/upcycling/>. Acesso em: 24 set. 2024.

EL DARRA, S. et al. Em: GALANAKIS, C. M. (Ed.). Polyphenols: Properties, Recovery, and Applications. Woodhead Publishing, 2018. p. 265–293.

FEINLE, A.; HÜSING, N. Mixed metal oxide aerogels from tailor-made precursors. *The Journal of Supercritical Fluids*, v. 106, p. 2–8, dez. 2015.

Ferreira A., Pomilio J., da Silva E., Pontes D. METODOLOGIA PARA DIMENSIONAR MÚLTIPLAS FONTES DE SUPRIMENTO DE ENERGIA DE VEÍCULOS ELÉTRICOS, 2007.

FLORY, P.J., *J. Am. Chem. Soc.* 63(63), 3083–3100 (1941).

FLORY, P.J., *Disc. Faraday Soc.* 57(54), 7–8 (1974).

FREIRE, K. R. R. Avaliação do desempenho de inibidores de corrosão de armaduras do concreto. 2005. 192 p. dissertação (mestrado em engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Área de Concentração: Engenharia e Ciências dos Materiais, do Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2005.

He, Hongzhen & Liu, Yiyang & Shearing, Paul & He, Guanjie & Brett, D.J.L. Mesoporous Carbon for Supercapacitors. p. 147-163, 2022.

HERMAN, H. B.; BARD, A. J. Cyclic chronopotentiometry: diffusion controlled electrode reaction of a single component system. *Analytical Chemistry*, v.35, n.9, p.1121–1125, 1963. <https://doi.org/10.1021/ac60202a048>.

HURWITZ, F. I. et al. High Temperature Oxide Aerogels. Em: *Handbook of Aerogels*. Springer, 2023. p. 437–441.

ICA. Produtos e Aplicações. Disponível em: https://www.pt-ica.com/products_application. Acesso em: 22 set. 2024.

JAYALAKSHMI, M. et al. Nano SnO₂–Al₂O₃ mixed oxide and SnO₂–Al₂O₃–carbon composite oxides as new and novel electrodes for supercapacitor applications. *Journal of Power Sources*, p. 1538–1543, 2006.

KAUR, S.; CHEN, J.; UBEYITOGULLARI, A. (EDS.). Formation of nanoporous aerogels from defatted rice bran via supercritical carbon dioxide drying. v. 2, janeiro de 2024.

KHAN, N. R.; SHARMIN, T.; RASHID, A. B. Exploring the Versatility of Aerogels: Broad Applications in Biomedical Engineering, Astronautics, Energy Storage, Biosensing, and Current Progress. *Heliyon*, v. 10, 15 jan. 2024.

LAKSHMI, K. C. Seetha; VEDHANARAYANAN, Balaraman. High-Performance Supercapacitors: a comprehensive review on paradigm shift of conventional energy storage devices. *Batteries*, v. 9, n. 4, p. 202, 29 de março de 2023.

LEBEDEV, A. E. et al. Investigation of alumina aerogel structural characteristics at different «precursor-water-ethanol» ratio. 2020.

LEE, J. S. et al. Low temperature synthesis of α -alumina from aluminum hydroxide hydrothermally synthesized using [Al(C₂O₄)_x(OH)_y] complexes. *Chemical Engineering Journal*, v. 230, p. 351–360, ago. 2013.

LEE, S. J.; LEE, K. S.; KIM, H. S. Electrochemical impedance spectroscopy: a powerful tool for studying electrochemical systems. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 18, n. 1, p. 1-14, 2012.

LUO, Z. Structure of boehmite-derived γ -alumina and its transformation mechanism revealed by electron crystallography. *Structural Science, Crystal Engineering and Materials*, v. 77, p. 772–784, out. 2021.

MALEKI, H.; PORTUGAL, L. D. E. An overview on silica aerogels synthesis and different mechanical reinforcing strategies. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 385, fev. 2014.

Matori, Wah, Hashim, Ismail, Zaid. Phase Transformations of α -Alumina Made from Waste Aluminum via a Precipitation Technique, 7 December 2012.

Ministério do Meio Ambiente (MMA). Índice de reciclagem de latas de alumínio chega a 99% e Brasil se destaca como recordista mundial. Disponível em: <<https://www.gov.br/pt-br/noticias/meio-ambiente-e-clima/2022/04/indice-de-reciclagem-de-latas-de-aluminio-chega-a-99-e-brasil-se-destaca-como-recordista-mundial>>. Acesso em: 28 de jul. de 2024.

Mohamed Mokhtar M. Mostafa, Abdelmohsen A. Alshehri, Reda S. Salama, High performance of supercapacitor based on alumina nanoparticles derived from Coca-Cola cans, *Journal of Energy Storage*, Volume 64, 2023.

NAPPORN, T.W.; HOLADE, Y.; KOKOH, B.; et al. Electrochemical measurement methods and characterization on the cell level. In: *Fuel Cells and Hydrogen: From Fundamentals to Applied Research*. v. 9, p. 175–214, 2018.

NSF. Catalyzing Commercialization: An Economically Viable Process to Recover High-Value Products from Red Mud. Disponível em: <<https://iucrc.nsf.gov/centers/achievements/red-mud/>>. Acesso em: 3 nov. 2024.

OLIVEIRA, A. R. B. de. Estudo eletroquímico da corrosão de aço revestido com a liga Al90Si10. 2012. 54 p. dissertação (mestrado em química) – Mestrado em Química da Faculdade de Ciências da Universidade do Porto, Porto, 2012.

PASSOS, A. R. et al. High surface area hierarchical porous Al₂O₃ prepared by the integration of sol–gel transition and phase separation. *Royal society of chemistry*, p. 1–10, junho de 2016.

PIERRE, A. C. *Introduction to Sol-Gel Processing*. 2. ed. Springer, 2020.

RUYS, A. Refining of alumina: The Bayer process. Em: *Alumina Ceramics*. Woodhead Publishing Series in Biomaterials, 2019. p. 56 e 57;

RUYS, A. Refining of alumina: The Bayer process. Em: *Alumina Ceramics*. Woodhead Publishing Series in Biomaterials, 2019. p. 62 e 63;

RUYS, A. Refining of alumina: The Bayer process. Em: *Alumina Ceramics*. Woodhead Publishing Series in Biomaterials, 2019. p. 63-67;

RUYS, A. Alumina as an electrical insulator. Em: *Alumina Ceramics*. Woodhead Publishing Series in Biomaterials, 2019. p. 413;

SALLEH, N. A. et al. Electrode polymer binders for supercapacitor applications: A review. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 23, p. 3470–3491, abr. 2023.

Satiye Korkmaz, İ. Afşin Kariper. Graphene and graphene oxide based aerogels: Synthesis, characteristics and supercapacitor applications. *Journal of Energy Storage*, Volume 27, 2020.

SUGIMOTO, W., et al., eds. "Electrochemical Capacitors: Fundamentals to Applications." The Electrochemical Society, 2015.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO (UFES). *Potenciostato Autolab PGSTAT 302N*. Disponível em: <https://tricorrmat.ufes.br/potenciostato-autolab-pgstat-302n>. Acesso em: 19 mar. 2024.

XU, K. What Is an Electrolyte? Em: *Electrolytes, Interfaces and Interphases*. Royal Society of Chemistry Books, 2023. p. 1–5.

Zhang, X., Honkanen, M., Ge, Y., Hannula, S.-P., Levänen, E., & Mäntylä, T. (2008). Nanocrystalline γ -alumina and α -alumina from boehmite nanoflakes. In A. Bellosi, & G. N. Babini (Eds.), : 2nd International Congress on Ceramics, Global Roadmap for Ceramics, 2008.

ZIEGLER, C.; WOLF, A.; LIU, W.; HERRMANN, A.-K.; GAPONIK, N.; EYCHMÜLLER, A. Modern inorganic aerogels. *Angewandte Chemie International Edition*, v. 56, n. 43, p. 13200–13221, 2017.

Zhong, C., Deng, Y., Hu, W., Qiao, J., Zhang, L., & Zhang, J. A review of electrolyte materials and compositions for electrochemical supercapacitors. *Chemical Society Reviews*, 2015.

ZU, G. et al. Nanoengineering Super Heat-Resistant, Strong Alumina Aerogels. *Chemistry of Materials*, 2013.