

**Márcia Cristina dos Santos**

e-mail: marciacds@outlook.com

Tania Basegio, Silvana Da Dalt, Carlos Pérez Bergmann

LACER – LABORATÓRIO DE MATERIAIS CERÂMICOS E REVESTIMENTOS  
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS / ESCOLA DE ENGENHARIA / UFRGS

## INTRODUÇÃO

A obtenção de pós nanoestruturados com um conjunto de propriedades físicas e químicas com potencialidades tecnológicas tem sido de crescente interesse na Engenharia. O objetivo muitas vezes é dispor de materiais em escala nanométrica que sejam funcionais, e com alta área superficial, aumentando sua reatividade.

O processo de síntese é escolhido por sua capacidade de obter pós de alta pureza, que apresentam pequeno tamanho de partícula, alta área superficial específica, pequena agregação ou aglomeração, e que seja de baixo custo.

Entre os óxidos nanométricos sintetizados, estão óxido de zinco (ZnO), óxido de cobre II (CuO), ferrita de zinco (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) e ferrita de cobre (CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), substâncias estas que serão estudadas, posteriormente, para aplicação em tintas com poder anti-incrustantes.

Para a obtenção dos pós nanométricos aqui estudados, optou-se pelo método da síntese por combustão em solução. Este método consiste, basicamente, na combinação dos reagentes em meio aquoso, sendo eles, um agente complexante (combustível) e um agente oxidante (geralmente nitratos metálicos), este último responsável pela oxidação do combustível.

A síntese por combustão é um método utilizado para a obtenção de materiais de alta pureza, pois as impurezas voláteis são expelidas durante o próprio processo. Além disso, o material obtido possui alta porosidade devido à formação de poros que ocorre quando os subprodutos gasosos são expelidos da matriz sólida.

## OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é sintetizar e caracterizar pós nanométricos de óxido de zinco (ZnO), óxido de cobre II (CuO), ferrita de zinco (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) e ferrita de cobre (CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), que serão aplicados, posteriormente na fabricação de tintas com poder anti-incrustante.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

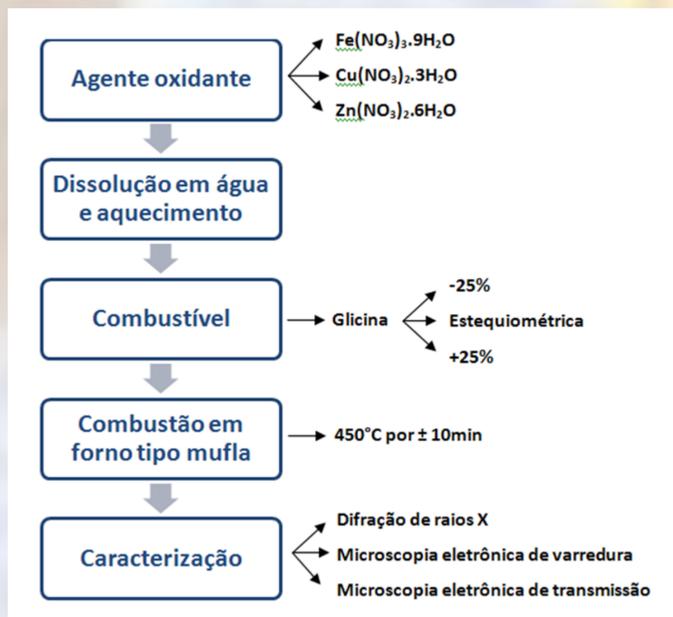


Figura 1: Fluxograma da síntese e caracterização dos pós nanométricos estudados.

As soluções precursoras foram preparadas com diferentes quantidades molares de combustível: i) deficiente (-25%); ii) estequiométrica (E) e iii) rica (+25%).

Tabela 1: Proporções entre agentes oxidantes e combustíveis utilizados na obtenção dos pós nanométricos estudados.

Óxidos	% de combustível*	Nitratos	Combustível	Proporção molar (nitrato: combustível)
CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	E	Cobre:Ferro	Glicina	1:2:4,44
CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	+25%	Cobre:Ferro	Glicina	1:2:5,55
CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	-25%	Cobre:Ferro	Glicina	1:2:3,33
ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	E	Zinco:Ferro	Glicina	1:2:4,44
ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	+25%	Zinco:Ferro	Glicina	1:2:5,55
ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	-25%	Zinco:Ferro	Glicina	1:2:3,33
CuO	E	Cobre	Glicina	1:1,10
ZnO	E	Zinco	Glicina	1:0,55

\* Em relação a composição estequiométrica (E)

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Visando identificar as fases cristalinas formadas nos pós cerâmicos obtidos, foram realizados ensaios de difração de raios X. A partir desses resultados, pode-se observar que as fases mais cristalinas da ferrita de cobre (CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) foi obtida a partir da composição estequiométrica. Entretanto, a fase mais cristalina da ferrita de zinco (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) foi obtida na qual a composição foi com -25% de combustível.

Também determinou-se o tamanho de cristalito por difratometria de raio X, utilizando o método *Single Line* a partir da aproximação de uma função matemática ao perfil de um pico representativo do difratograma. O tamanho do cristalito obtido a partir desta técnica para ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> foi de 64,9 nm. Não foi possível, empregando-se o método *single-line*, medir o tamanho do cristalito de CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, devido à incompleta cristalinidade e presença de fases secundárias.

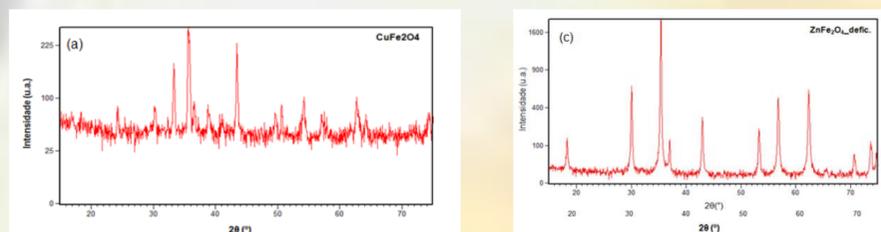


Figura 2: Resultados de difração de raios X do produto sintetizado por SCS para ferrita de cobre estequiométrica (a), e para ferrita de zinco deficiente em combustível (b).

Pela análise de MET, pode-se observar que para a amostra de CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> obtida a partir da composição estequiométrica entre glicina e nitratos, houve a aglomeração das partículas e a ausência da homogeneidade destas quanto à forma, devido à baixa cristalinidade desta fase. O tamanho de cristalito, estimado a partir de uma média, é cerca de 19 nm. A micrografia do pó de ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> obtida a partir da composição contendo -25% de combustível sugere uma homogeneidade do tamanho dos cristalitos, estimado a partir de uma média, como cerca de 62 nm.

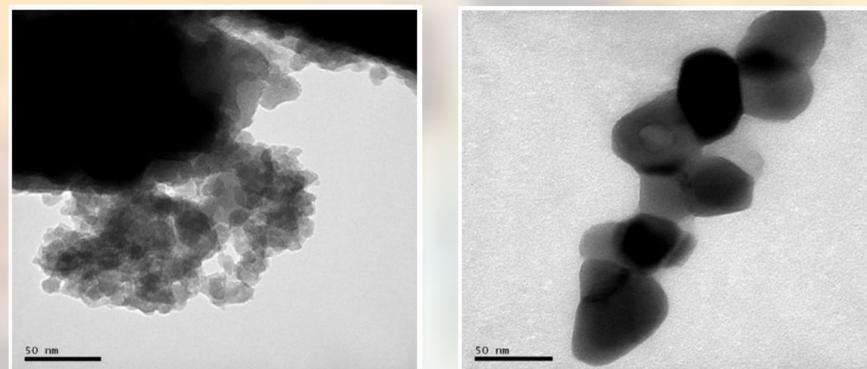


Figura 3: Micrografia do pó de ferrita de cobre estequiométrico (a) e de pó de ferrita de zinco deficiente em combustível (b), produzidos por SCS com glicina-nitratos

## Área Superficial Específica X Tamanho de Cristalito

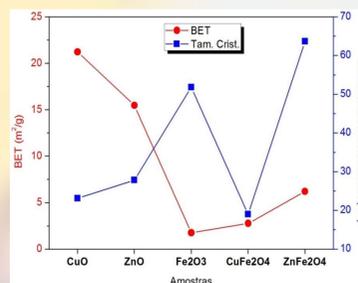


Tabela 2 – Relação entre tamanho de cristalito e área superficial específica.

Amostras (Nomenclatura)	Tamanho de cristalito (nm) <i>Single-line</i>	Tamanho de cristalito (nm) MET	Área Superficial Específica (m²/g)
CuO (CuO_E)	23,1	----	21,23
ZnO (ZnO_E)	27,8	----	15,47
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Fe_E)	51,8	----	1,76
CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (Cu_E)	----	19	2,77
ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (Zn_E)	64,9	62,5	6,20

Figura 4 – Variação da área superficial específica X tamanho médio de cristalito

A variação da área superficial específica em função do tamanho de cristalito foram medidos pelo método *single-line* e por MET. Pode-se inferir, a partir dos resultados obtidos, que o aumento do tamanho de cristalito promove uma significativa redução na área superficial específica. O maior valor de área superficial específica encontrado foi de 21,23 m².g<sup>-1</sup> para o CuO, e entre as ferritas, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> apresentou a maior área superficial específica: 6,20 m².g<sup>-1</sup>. Uma maior área superficial específica implica em uma maior reatividade do pó e, possivelmente uma maior eficiência deste pó quando aplicado.

## CONCLUSÃO

Conclui-se que foi possível obter os óxidos CuO, ZnO, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> e CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> em escala nanométrica, sintetizados pelo método de combustão em solução.

De acordo com os resultados obtidos, pode-se concluir também que o aumento do tamanho de cristalito promove uma significativa redução na área superficial específica.

O CuO e ZnO apresentaram respectivamente valor de área superficial específica de 21,23 m².g<sup>-1</sup> e , enquanto que para as ferritas, ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> apresentou o maior valor, sendo ele de 6,20 m².g<sup>-1</sup>. A partir destes resultados, pode-se inferir que estes dois óxidos serão mais eficientes quando aplicados, pois terão maior reatividade, já que os valores de área superficial são superiores.

**Agradecimentos:** ANP-PRH 38  
CNPq  
FAPERGS