



## 1. INTRODUÇÃO

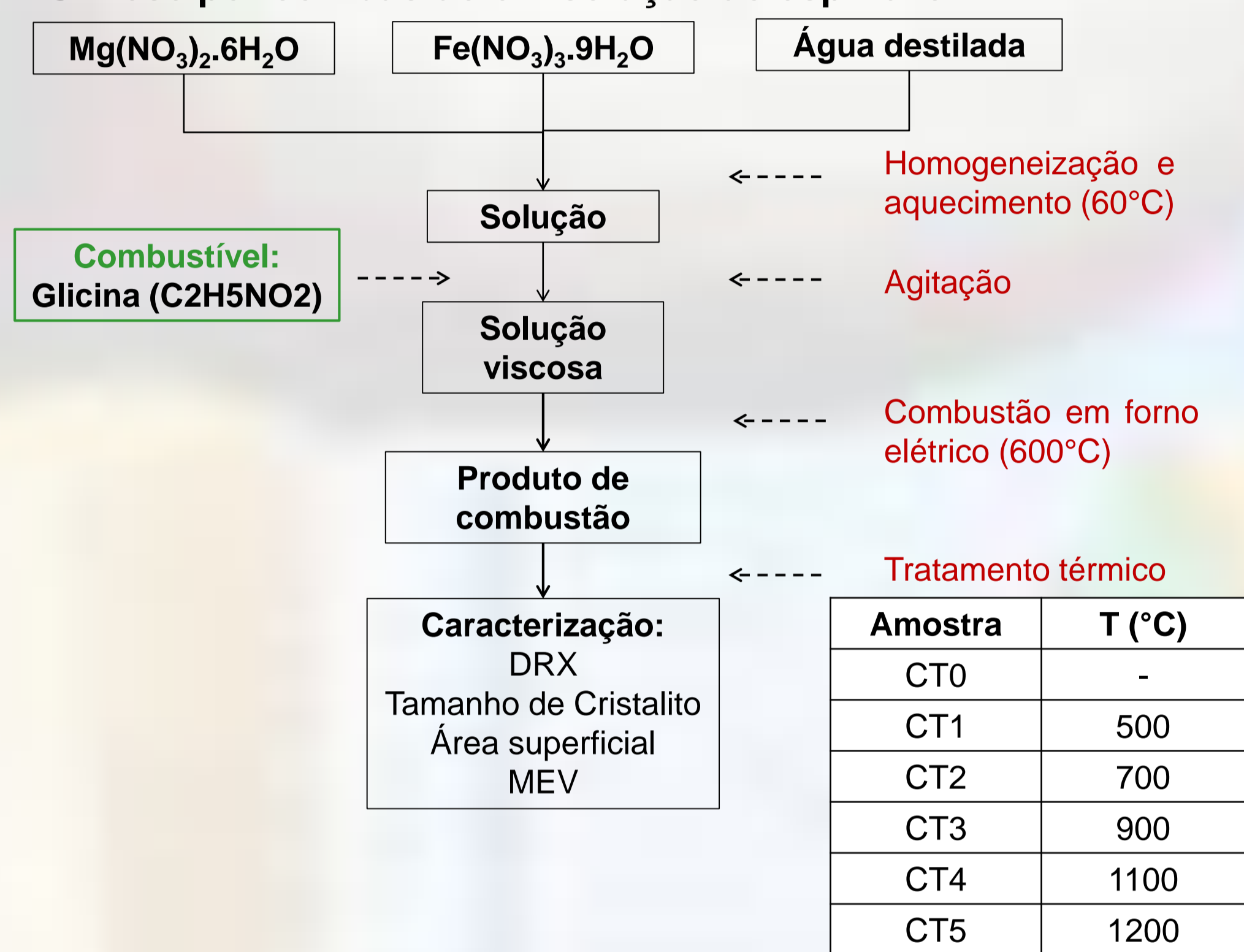
O espinélio magnésio ferrita é um óxido cerâmico com notáveis propriedades magnéticas que possibilitam sua aplicação em diversas áreas. As nanopartículas deste espinélio são excelentes catalisadores para a produção de nanotubos de carbono (NTC).  $MgFe_2O_4$  pode ser produzido por várias técnicas como, por exemplo, coprecipitação, sol-gel, rota hidrotermal e síntese por combustão em solução (SCS). A SCS destaca-se por causa do baixo custo e por ser uma técnica rápida que produz uma grande quantidade de nanopartículas com alta pureza e homogeneidade estrutural.

## 2. OBJETIVO

Esse trabalho tem como objetivo sintetizar e caracterizar espinélio magnésio ferrita, e avaliar sua utilização na obtenção de macroestruturas de nanotubos de carbono.

## 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 3.1. Síntese por combustão em solução do espinélio:



### 3.2. Síntese por deposição química de vapor dos NTCs:

- **Catalisador:**  $MgFe_2O_4$  (0,100 g).
- **Fluxo dos gases:** Ar (300  $cm^3/min$ ), Etileno (30  $cm^3/min$ ),  $H_2$  (30  $cm^3/min$ ).
- **Temperatura:** 850°C.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Síntese do espinélio

Conforme a temperatura aumenta os picos no difratograma (Figura 1) se tornam mais intensos e nítidos, isso está relacionado à cristalinidade e ao aumento do tamanho cristalito.

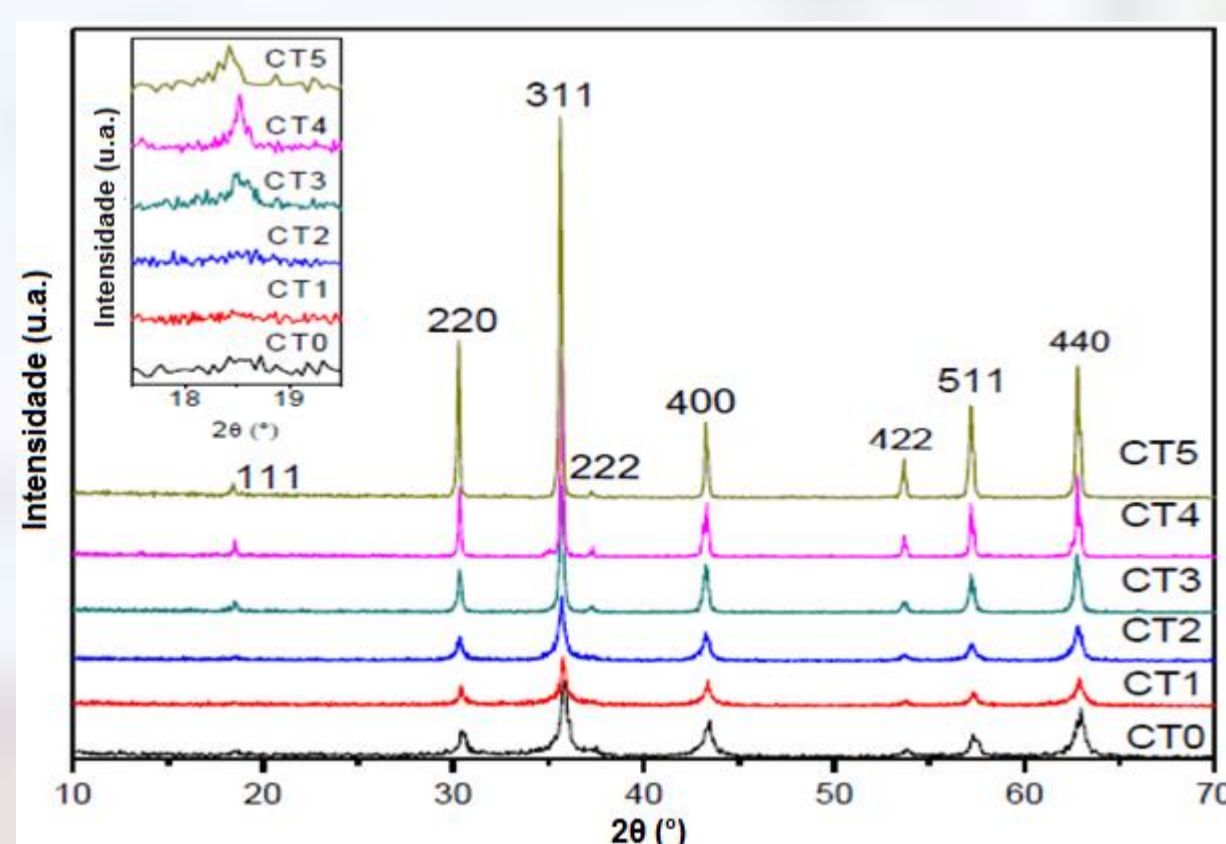


Figura 1: Difratograma das amostras de magnésio ferrita.

As amostras CT0 a CT4 apresentaram aumento da área superficial com aumento tamanho cristalino. A amostra CT5 apresentou um decréscimo da área superficial conforme o tamanho cristalino aumenta (Figura 2).

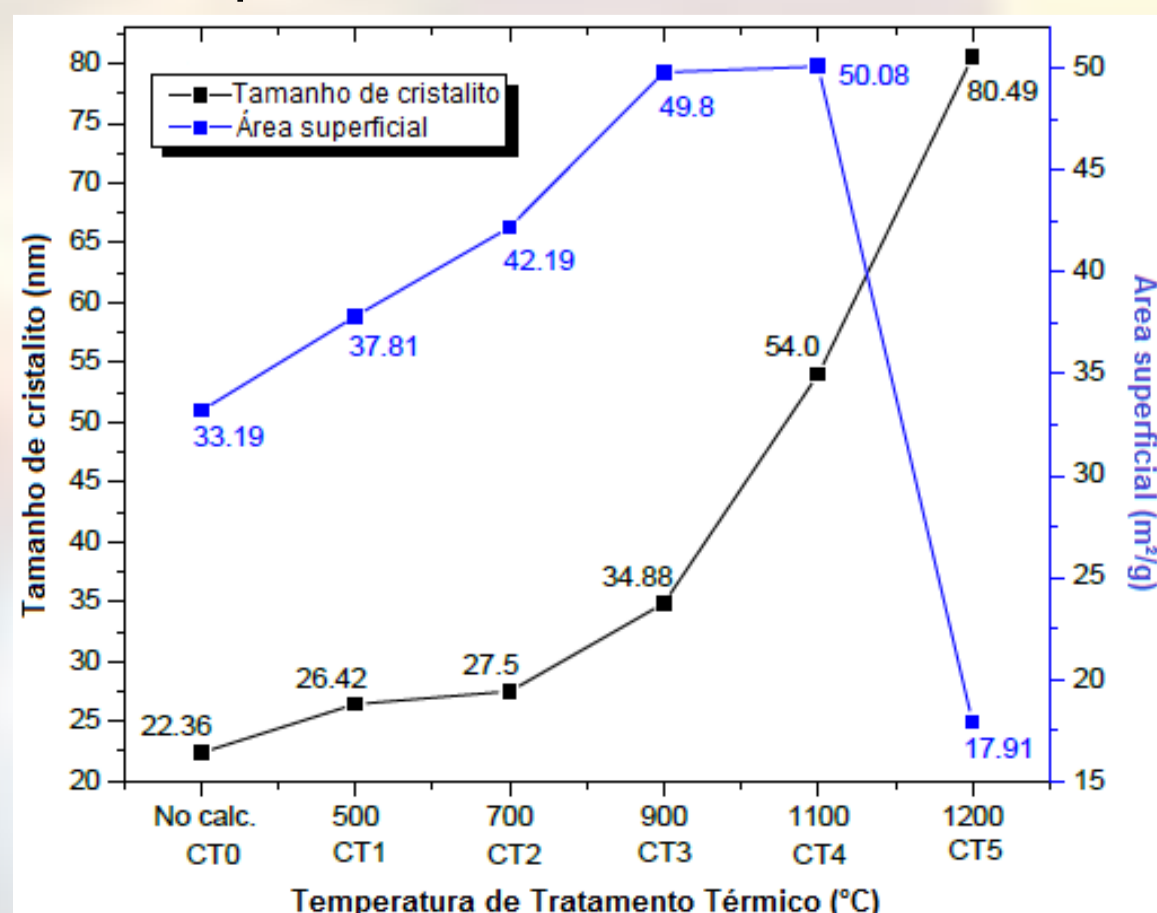


Figura 2: Tamanho de cristalito e área superficial em relação a T de tratamento térmico.

Observa-se a presença do pico 111 nas amostras CT3, CT4 e CT5 (tratadas com temperaturas acima de 900°C).

Essa desordem é descrita como a mudança do magnésio ferrita alfa para o beta (inversão do espinélio).

O aumento da área superficial e do tamanho cristalino ocorre devido a influência das forças de Van der Waals que são predominantes nas interações entre as superfícies das nanopartículas: partículas menores possuem energia superficial maior.

Nanopartículas formaram estruturas com elevada porosidade para as amostras CT0-CT3. As amostras CT4 e CT5 (Figura 3e e 3f) apresentaram uma morfologia distinta das demais amostras. Com aumento da difusão em altas temperaturas, os íons tendem a migrar para estados de energia total livre menor através da redução da energia superficial livre. Isso faz com que as nanopartículas formem nanoesferas.

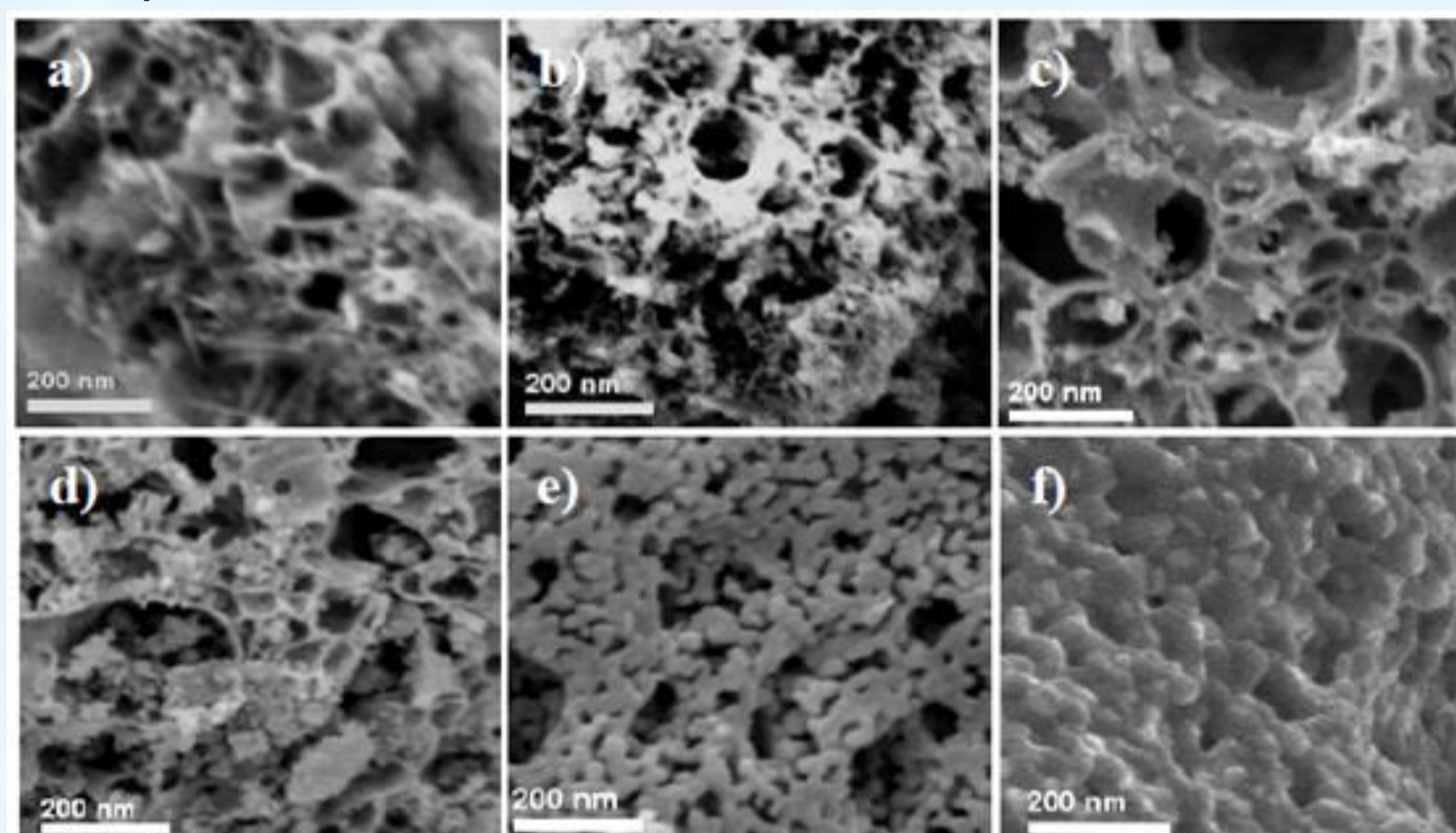


Figura 3: MEV das amostras a) CT0, b) CT1, c) CT2, d) CT3, e) CT4 e f) CT5.

### 4.2. Síntese dos NTCs

Os NTCPM produzidos apresentam em seu espectro Raman (Figura 4) as bandas D (1342  $cm^{-1}$ ), G (1572  $cm^{-1}$ ) e G' (2738  $cm^{-1}$ ). A amostra CNT0 apresentou a maior razão  $I_D/I_G$ .

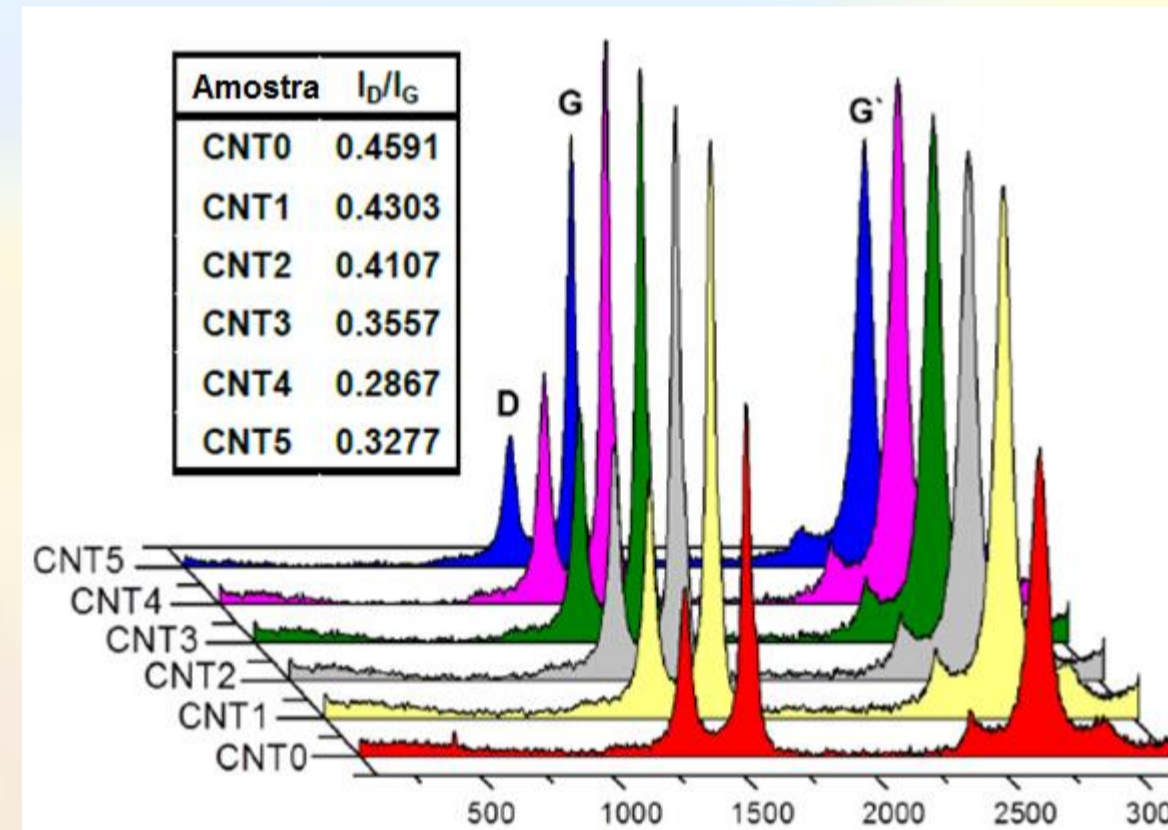


Figura 4: Espectro Raman dos NTCPM sintetizados.

Com o aumento da temperatura de tratamento térmico, a área superficial e a cristalinidade do catalisador aumentam. A razão  $I_D/I_G$  diminui com o aumento da área superficial do catalisador. As micrografias das amostras CNT0, CNT1 e CNT2 (Figura 5a-c) mostram a formação de alguns grupos de NTCPM e outras estruturas de carbono. A amostra CNT3 (Figura 5d) apresenta áreas específicas com alta densidade de NTCPM. Observa-se uma elevada densidade de NTCPM em toda a amostra CNT4 (Figura 5e), sem a presença de grandes partículas. A amostra CNT5 (Figura 5f) apresentou uma redução na produção de NTCPM.

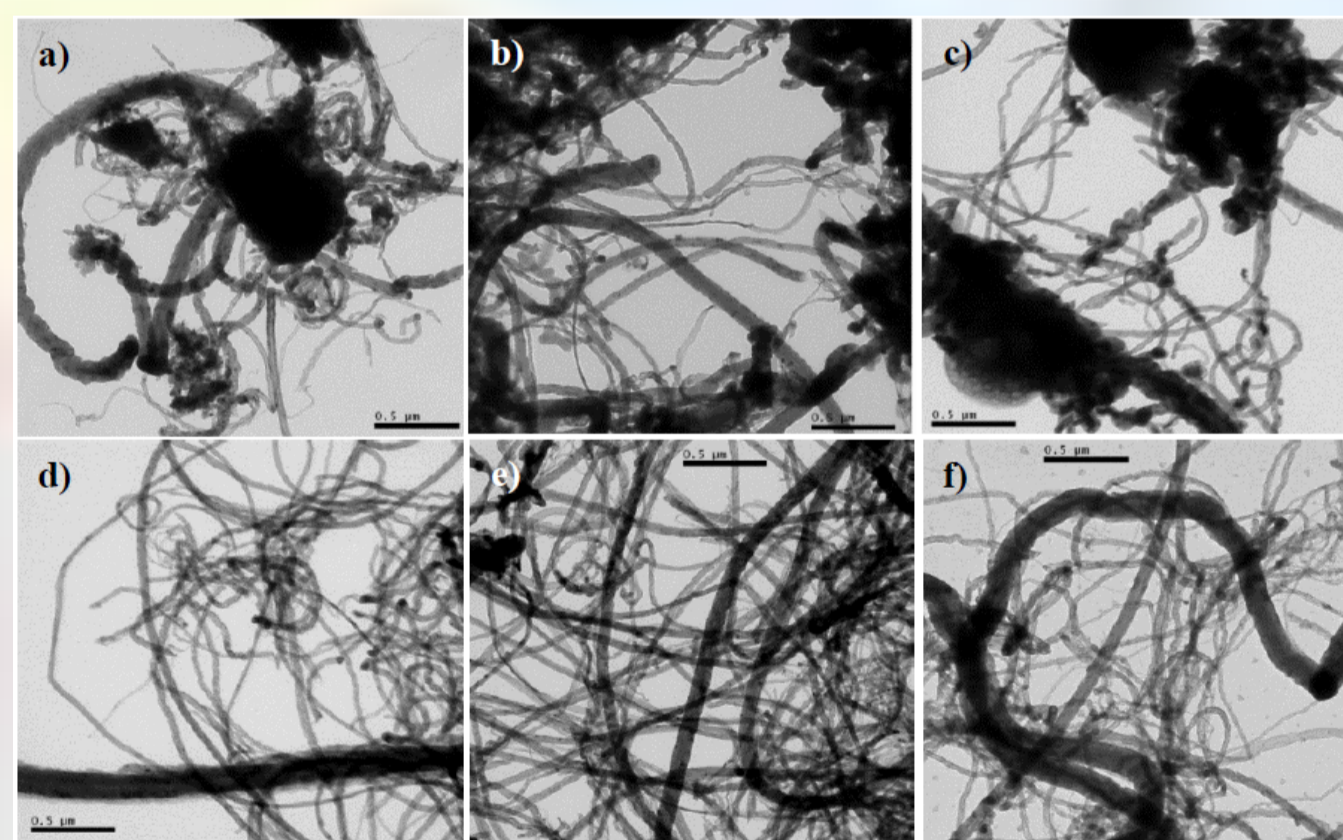


Figura 5: MET dos NTCPM produzidos. a) CNT0, b) CNT1, c) CNT2 d) CNT3, e) CNT4 e f) CNT5.

Embora todas as amostras mostraram a formação de MWCNT, apenas a CNT4 (com o maior grau de grafitação) teve produção suficiente para gerar macroestruturas 3D bem definidas (Figura 7).

## 5. CONCLUSÕES

O estudo do tratamento térmico mostrou que as amostras tratadas a temperaturas acima de 957 °C apresentaram elevadas taxas de difusão iônica, o que promove elevada desordem estrutural e inversão do espinélio. A amostra tratada termicamente a 1100°C apresentou a maior área superficial, além de um elevado grau de inversão do espinélio, o que favorece a presença de íons  $Fe^{3+}$  na superfície das nanopartículas. Essa amostra produziu macroestruturas 3D de NTCs de parede múltipla com elevada densidade.

## 6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte do CNPq, CAPES e UFRGS.

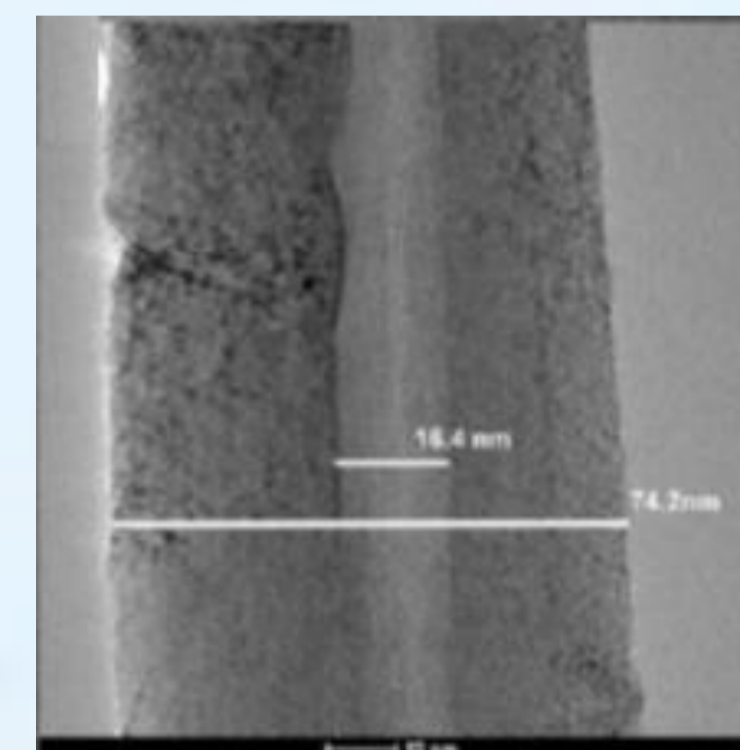


Figura 6: MET amostra CNT4.  $\phi$  externo = 74,2 nm  $\phi$  interno = 16,4 nm



Figura 7: Amostra CNT4.