

Síntese e Caracterização de Nanopartículas para Gerar Nanocompósitos

Aluno: Renato Valente

Orientador: Guillermo Solórzano

Introdução

Material nanoestruturados vem se destacado em pesquisas científicas relacionadas a novos materiais por apresentarem propriedades particulares, muitas vezes não presentes no mesmo material com constituição não nanométrica. Este trabalho utiliza uma rota alternativa para a síntese de ligas de cobalto e níquel nanoestruturadas, já desenvolvida pelo grupo de processos a alta temperatura do DCMM. Este método tem como ponto de partida a obtenção dos óxidos dos metais a partir de seus nitratos e subsequente redução por hidrogênio.

Objetivos

Estudar dedicado a obtenção e caracterização de ligas metálicas nanoestruturadas, fazendo a síntese de ligas de Níquel e Cobalto, a partir da dissociação de seus nitratos, que possuem a facilidade de se dissociarem em partículas significativamente pequenas, para obtenção de óxidos e posterior redução por hidrogênio visando obtenção do metal. A mistura “in loco” das partículas metálicas com as de óxidos, em adequada fração volumétrica, para configurar os nanocompositos Sinterização e conformação do material produzido, preparação de amostras tanto em pó quanto pastilhas para observação em microscópica eletrônica. Acompanhamento da caracterização microestrutural utilizando técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET). Apoiar teses desenvolvidas neste tema no DCMM.

Metodologia e resultados parciais:

Os óxidos de Níquel e cobalto foram preparados através da diluição do nitrato de cada um dos respectivos metais em água deionizada. E para isto os nitratos utilizados foram $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ambos com 99,9% de pureza. As soluções obtidas cada uma contendo um dos nitratos diluídos, foram aquecidas em placas de aquecimento a temperaturas em torno de 400°C até a dissociação completa dos nitratos em óxidos através da liberação de NO_2/O_2 . Pôde-se confirmar a completa dissociação, utilizando um método gravimétrico medindo a perda de massa com uma balança analítica de precisão. Este processo produziu vapores de coloração marrom e odor característico do óxido nítrico como era esperado.

Para fazer a co-formação de óxido de níquel (NiO) e do óxido de cobalto (Co_3O_4), os nitratos foram misturados na proporção 1:1 em relação às massas dos metais e a mistura então foi diluída por completo e aquecida em água deionizada, o produto obtido foi um pó preto e homogêneo.

Para obtenção dos metais isolados e para a liga, foi utilizado um procedimento, que esta fundamentada na viabilidade termodinâmica da redução de óxidos metálicos por hidrogênio. Os óxidos foram levados em cadinhos de alumina a um forno tubular para aquecimento a condições isotérmicas de (200, 300, 400, 500°C) e em atmosfera inerte de Argônio. Como agente redutor, os óxidos foram alimentados com um fluxo contínuo (0,10L/min) de hidrogênio. Após um tempo desejado de redução, o material permaneceu dentro de forno em atmosfera inerte até atingir a temperatura ambiente.

As amostras foram preparadas com a dispersão das partículas em álcool isopropílico e tratamento em banho ultra-sônico, para posteriormente serem depositadas em uma grade de cobre recoberta com grafite. A liga de Ni-Co foi preparada também na forma de pastilha, obtida após prensagem a frio da liga em pó a uma pressão de 0,4GPa, após isto foram preparadas laminas de 3 mm de diâmetro por afinamento micro-mecânico, dimpling e obtenção da transparência por feixe de íons a 4KV.

Devido ao tamanho nanométrico esperado para as partículas obtidas pela metodologia desenvolvida no trabalho, a caracterização microestrutural que foi realizada por outros pesquisadores do grupo, utilizou técnicas de microscopia eletrônica de transmissão, que possui uma capacidade de resolução bastante poderosa. Explorando contraste de difração em campo claro, campo escuro centrado e contraste de fase, pode-se observar a morfologia da superfície das amostras e determinar o tamanho médio das mesmas assim como a distribuição dos grãos e até planos atômicos. Por técnicas de análise de padrões de difração pode-se observar anéis típicos de estruturas cristalinas.

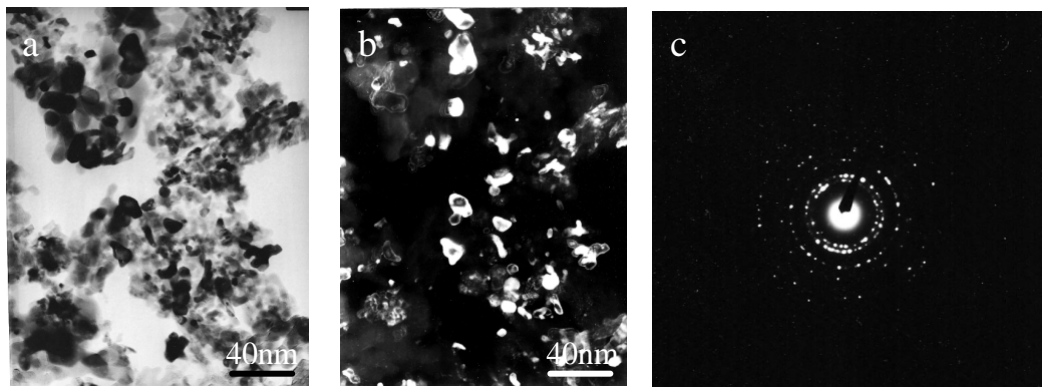


Figura 1- Imagem em MET de nanopartículas de NiO (a) em campo claro (b) campo escuro centrado (c) respectivo padrão de difração apresentando anéis típicos de materiais com estrutura cristalina.

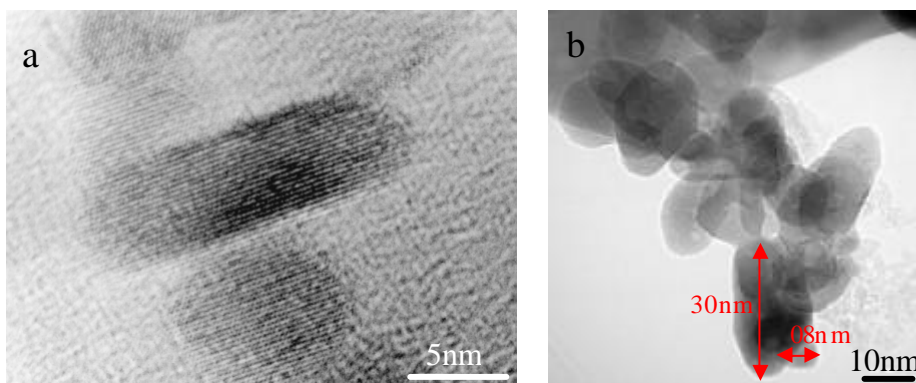


Figura 2 –(a) Imagem em MET de alta resolução obtida por contraste de fase, mostrando partículas constituídas por cristais simples e livres de defeitos. (b) Imagem de partículas de Co_3O_4 em campo claro onde se pode estimar o tamanho médio das partículas.

Conclusões

Pode-se obter por uma rota química alternativa a liga Ni-Co (50% p/p) nanoestruturada, visando contribuir para o desenvolvimento e estudo da síntese da liga nestas condições morfológicas. A dissociação dos nitratos ocorreu de forma satisfatória e os óxidos obtidos já apresentavam estruturas nanométricas. A redução dos óxidos por hidrogênio se mostrou viável em faixas de temperaturas relativamente baixas, uma cinética bastante favorável e com conversões de 100%.

Análises por microscopia eletrônica de transmissão possibilitaram a determinação do tamanho médio das partículas dos óxidos e das ligas assim com sua distribuição. Os tamanhos encontrados de partículas de óxidos foram de 5 á 20 nm para NiO, de 20 á 50nm para o Co_3O_4 e de 10 à 50nm para NiO+ Co_3O_4 co-formados. E para a liga Ni-Co os menores tamanhos encontrados foram de 20nm.

Tendo em vista o potencial aplicativo destes materiais, e em virtude dos resultados obtidos na metodologia de fabricação empregada neste presente trabalho, cabe sugerir a continuidade nos estudos de parâmetros termodinâmicos e cinéticos, assim como uma completa caracterização explorando as diversas técnicas de microscopia e espectroscopia.

Referências

- 1 - Macedo, D.W. **Obtenção por Redução pelo Hidrogênio e Caracterização da Liga Ni-Co**. 2005. 78 f.Dissertação Mestrado Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro
- 2 – SMITH, W.F. **Structure and Properties of Engineering Alloys**. McGraw-Hill Publishing Co, 1981.206p
- 3 - ASM Metals Handbook – **Materials Characterization** Vol 10 9th Edition (1986)
- 4- David B. Williams e C. Barry Carter, **Transmission Electron Microscopy** 157/170 (1994) Kluwer Academic/ Plenum Publishers, New York