

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS NANOESTRUTURADOS

Aluno: Renata Fortini Moustafá Osman
Orientador: Roberto Ribeiro de Avillez

Introdução

O óxido de magnésio nanométrico apresenta crescente importância tecnológica, encontrando aplicações diversificadas como material óptico-eletrônico, refratário, sensores, bactericida e catalisador, devido à versatilidade de suas propriedades. Entretanto, cada uma destas aplicações requer uma morfologia e uma microestrutura adequada. Foi feito um estudo sobre a síntese do MgO nanométrico por diferentes métodos e seus efeitos sobre a morfologia e a microestrutura formada.

Objetivos

Sintetizar o MgO nanométrico utilizando dois métodos diferentes, decomposição térmica de nitratos [1] e combustão de precursores orgânicos [2] e avaliar a influência de cada método sobre a morfologia e microestrutura do material.

Metodologia

A decomposição de nitratos começa com a dissolução de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ numa pequena quantidade de água destilada que, então, é evaporada até resultar em um resíduo de nitratos e possivelmente hidróxidos. Este resíduo é transferido para um cadinho de porcelana e tratado termicamente em forno por 3 h a temperatura de 500°C para completa eliminação do solvente e sua decomposição com a formação do óxido.

Na combustão de precursores orgânicos, foi utilizado como agente quelante e combustível uma solução diluída de PVA (álcool polivinílico). A solução de PVA é aquecida a $60 \pm 5^\circ\text{C}$ e mantida nesta temperatura por 30 min. Então, a solução de nitrato é lentamente adicionada sob vigorosa agitação. Inicialmente, ocorre a formação de duas fases que desaparecem com o avanço da reação. Esta solução foi concentrada a $80 \pm 5^\circ\text{C}$ até a formação de gel com coloração alaranjada. Para produzir o MgO nanométrico, o gel precursor foi tratado termicamente a 500°C por 3 horas em forno.

Os pós obtidos pelas diferentes rotas foram caracterizados por difração de raios-X, empregando um difratômetro D-5000 da Siemens e radiação de cobre, por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com um microscópio DSM960 da Zeis e por microscopia eletrônica de transmissão (MET) com um microscópio de 200kV 2010FX da Jeol.

Resultados e Discussões

A amostra obtida pela decomposição térmica de nitratos foi analisada por termogravimetria a fim de ser melhor compreendido o efeito do tratamento. Esta análise indicou que não ocorre perda de massa acima de 500°C , sendo considerado que o óxido estaria formado nesta temperatura, o que foi confirmado pela difração de raios-x. Os resultados do difratograma mostrou que as amostras provenientes de cada método de síntese apresentaram como única fase cristalina o MgO, essencialmente cúbico e a amostra sintetizada pela combustão de precursores orgânicos apresentou cristais menores, com 17,5 nm, enquanto a amostra proveniente da decomposição térmica apresentou cristais com 74,4 nm.

As imagens do MET dos pós obtidos por decomposição térmica de nitratos mostrou a formação de pós finos e aglomerados com microestrutura regular, os nanocristais apresentaram tamanho da ordem de 200-400 nm. As imagens dos pós obtidos por combustão de precursores orgânicos mostrou nanocristais com tamanhos da ordem de 10 a 25 nm. Para temperaturas inferiores, esta rota produziu um material amorfo que se cristalizava com a energia do feixe de elétrons.

O óxido de magnésio sintetizado através de precursores orgânicos apresentou resultados desejados em sua microestrutura e a partir desse resultado foi feita uma análise do crescimento do grão em relação ao tempo transcorrido desde sua sintetização. As amostras foram tratadas termicamente a 600 °C por 1 hora em forno. Cinco amostras foram tratadas. A primeira foi ao forno um dia após a síntese, a segunda, dois dias, a terceira, sete dias, a quarta, oito dias e a quinta foi tratada onze dias após a síntese. Após o tratamento, as amostras foram analisadas por difração de raios-x e com os resultados foi considerado que o tempo não influencia significativamente no tamanho dos grãos. A tabela 1 apresenta os parâmetros microestruturais das amostras obtidas por combustão de precursores orgânicos após o tratamento térmico.

Amostra	1 dia	2 dias	7 dias	8 dias	11 dias
Parâmetro de rede (?)	4.2193	4.2209	4.2190	4.2185	4.2180
Tamanho do cristalito (nm)	18.9	18.3	18.8	20.1	20.0

Tabela 1 – Parâmetros microestruturais de acordo com o tempo transcorrido após a sintetização.

Conclusões

Os resultados nos levam a concluir que as duas rotas de síntese propostas são adequadas para formação de MgO nanométrico e afetam de maneira significativa a morfologia final do material. Nas condições experimentais, os pós obtidos por combustão de precursores orgânicos apresentaram nanocristais com o menor tamanho e o tempo não é um fator relevante no crescimento dos grãos.

Referências

1 - H. NIU, Q. YANG, K. TANG and Y. XIE, Microporous and Mesoporous Materials 96, 2006, 428-433.

2 - H. XUE, Z. LI, X. WANG and X. FU, Materials Letters 61, 2007, 347-350.

<http://www.puc-rio.br/pibic/instrucoes.html#resumo> ?