

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. Este trabalho descreve a obtenção do MgO nanométrico através da síntese de combustão de precursor químico utilizando o PVA como agente quelante/combustível e apresenta um estudo da influência dos parâmetros de tratamento térmico do gel precursor sobre a morfologia e a microestrutura do MgO. Uma discussão sobre a cinética de crescimento de grão do MgO nanocristalino também é apresentada.

Objetivos

Sintetizar o MgO nanométrico através da combustão de precursor químico utilizando o PVA como agente quelante/combustível, estudar os efeitos dos parâmetros de tratamento térmico do gel precursor sobre a morfologia e a microestrutura do óxido e a cinética de crescimento de grão do MgO.

Metodologia

Uma quantidade estequiométrica de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e PVA foram inicialmente dissolvidos em água deionizada. Todos os reagentes apresentam grau analítico. A solução de PVA (10% em massa) 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 um gel com coloração levemente amarela. A obtenção dos pós de MgO em escala nanométrica ocorre após a combustão do gel.

O gel obtido foi submetido a uma análise na balança termogravimétrica Setaram modelo Setsys Evolution até a temperatura de 600°C , à taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, sendo ar sintético o fluxo gasoso utilizado. Com esse experimento pudemos analisar a partir de qual temperatura o MgO se forma.

Para estudar o efeito dos parâmetros do tratamento térmico sobre a formação do MgO nanométrico, foram realizados dois experimentos diferentes. No primeiro, parte do gel obtido na etapa anterior foi tratado termicamente à temperatura constante de 600°C por 15, 30, 60, 120 e 240 minutos. No segundo, o gel precursor foi tratado termicamente a 500, 600, 700, 800 e 900°C por 1 hora.

Os pós obtidos foram caracterizados por difração de raios-X, empregando um difratômetro D-5000 da Siemens e radiação de cobre. O tamanho do grão foi estimado empregando o Método de Rietveld com parâmetros fundamentais⁽³⁾ e o software TOPAS 3⁽¹⁾. A morfologia e a microestrutura foram caracterizadas 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. As áreas específicas de superfície de

algumas amostras foram medidas por BET (Brunauer-Emmett-Teller) com um Micrometrics ASAP 2010.

A cinética de crescimento de grão foi estudada usando uma simplificada equação empírica do crescimento de grão $G^n - G_0^n = k_0 t \exp(-E/RT)$, onde G é o tamanho médio de grão num tempo t , G_0 é o tamanho médio de grão inicial, k_0 é uma constante, n é um inteiro que depende do mecanismo de crescimento de grão, E é a energia de ativação, R é a constante dos gases ($8.314 \text{ JK}^{-1} \text{ mol}^{-1}$) e T é a temperatura absoluta. Aplicando logaritmo natural em ambos os lados da equação e assumindo que o valor de G_0 é pequeno o suficiente para ser desprezado, e após uma modificação algébrica, a equação pode ser reescrita como $\ln G = \ln(k_0 t) / n - E / nRT$. A partir dessa equação foi construído um gráfico de $\ln(G)$ vs. $1/T$. Posteriormente, foi construído um gráfico $\ln(G)$ vs. $\ln(t)$, usando os dados do primeiro experimento.

Conclusões

Nossos resultados nos levam a concluir que o método de combustão do precursor químico utilizando PVA como quelante/combustível é adequado para a formação do MgO nanocristalino. Este método apresenta como vantagens o fato de ser relativamente simples, não precisar de equipamentos elaborados, utilizar matéria prima de baixo custo e produzir pós nanométricos de boa qualidade. Os resultados indicam que os parâmetros de tratamento térmico influenciam a estrutura e a morfologia final dos pós. O tamanho do cristalito aumenta com o aumento da temperatura, enquanto a área superficial se reduz com o aumento da temperatura. Através do apropriado controle dos parâmetros de processamento é possível obter o MgO nanocristalino com tamanho médio de grão variando de $\sim 13.6 \text{ nm}$ até 97 nm e uma área superficial de até $180 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$. Foi determinado um valor de $138,34 \text{ kJmol}^{-1}$ para a energia de crescimento de grão.

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.
- 3 - CHEARY, R. W. e COELHO A., *A fundamental parameters approach to x-ray line profile fitting. J. Appl. Cryst.*, 25, 1992, 109-121.