

INSTRUMENTAÇÃO DE NANOTECNOLOGIAS APLICADAS À MATERIAIS AVANÇADOS

Aluna: Maria Helena Sother C. Ribeiro
Orientador: Guillermo Solórzano

Introdução

Dispositivos produzidos a partir de materiais nanoestruturados, especialmente aqueles contendo nanopartículas de materiais cerâmicos, têm despertado o interesse de diversos setores da indústria. Tal fato tem estimulado investigações de cunho acadêmico no sentido de se entender a relação entre as propriedades de sistemas de partículas nanométricas e as variáveis relevantes ao processo de síntese. O objetivo final é o controle do tamanho e morfologia das partículas produzidas, tendo em vista a otimização das propriedades de interesse para o dispositivo. O presente projeto visa contribuir a compreensão da relação sinérgica entre o processamento, estrutura e propriedade de sistemas nano particulados.

Objetivo

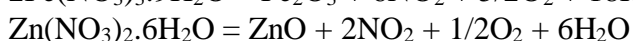
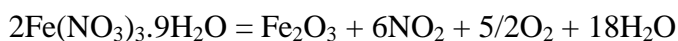
O objetivo geral é realizar a síntese de óxidos nanoestruturados a partir de nitratos de ferro e zinco, e nitratos de cobre e cobalto. Além disso, estudar e monitorar o efeito das variáveis relevantes do processo (temperatura e tempo) sobre a cinética da reação de síntese, e as características microestruturais (tamanho e morfologia) dos pós cerâmicos produzidos, por meio de técnicas de microscopia e espectroscopia eletrônica.

Metodologia

Misturas de óxidos nanoestruturados podem ser produzidas a partir da decomposição de nitratos [1,2]. Para tanto, nitratos contendo os cátions de interesse são dissolvidos em água destilada, e a solução resultante aquecida a 350°C. O aquecimento é mantido até que toda a água evapore e todo o nitrogênio deixe o sistema na forma de óxidos voláteis, como, por exemplo, o NO₂, de coloração avermelhada intensa. O pó resultante pode ser ou não conformado e compactado, para então ser tratado termicamente de maneira a se obter os compostos oxidados de interesse.

No caso do presente trabalho os seguintes sistemas apresentam importância: Fe₂O₃ - ZnO e Co₃O₄ - CuO. No caso do primeiro, o único óxido duplo relevante consiste no espinélio Fe₂ZnO₄ (ferrita de zinco).

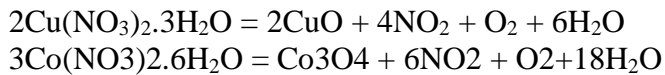
No processo de síntese da ferrita de zinco, quantidades pré estabelecidas Fe(NO₃)₃.9H₂O e Zn(NO₃)₂.6H₂O, ambos com pureza de 98%, são pesadas e dissolvidas em água destilada de maneira a gerar soluções com concentrações respectivamente iguais a 0.08 M e 0.04 M. Volumes das soluções são coletados em buretas graduadas de maneira que a relação estequiométrica característica da ferrita (2:1) seja alcançada. Após a secagem da solução, os nitratos precipitam e se decompõem de acordo com a reação abaixo:



O pó resultante é constituído por ZnO e Fe₂O₃ intimamente misturados. Amostras deste material são coletadas e tratadas termicamente em temperaturas iguais ou superiores a 1100°C. Parte das amostras é compactada e conformada na forma de pastilhas antes de submetida ao tratamento térmico. A evolução da síntese, bem como a distribuição de tamanhos de grão do

produto final é estudada ao longo do tempo mediante o emprego das técnicas de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de transmissão (MET), e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As variáveis de processo serão então otimizadas, tendo-se como objetivo a produção de óxidos nanoestruturados.

Na síntese envolvendo óxidos de cobre e cobalto, fixou-se a proporção molar entre cobalto e cobre em 5%. Em seguida, através de cálculos estequiométricos foram encontrados os valores das massas de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ambos com 99,5% de pureza, de maneira a se atingir a relação molar proposta. Com a ajuda de uma balança precisa, transferem-se as massas de cada nitrato para um béquer. Após esse procedimento, adiciona-se água deionizada até que ocorra a diluição de todo o nitrato. Após a secagem da solução, os nitratos precipitam e se decompõem de acordo com a reação abaixo:



Com o pó resultante, o procedimento a ser seguido consiste na redução em atmosfera de H_2 para atingir nano partículas metálicas de ligas no sistema Cu-Co com composição controlada.

Com o objetivo de obter ligas nanoestruturadas de Cu-Co consolidadas de forma maciça (bulk) os pós serão compactados, primeiramente a frio e subsequentemente sinterizados a quente. A etapa final será o estudo das propriedades e estruturas destas ligas.

Conclusões

Os resultados encontrados até o presente momento indicam que a decomposição térmica de nitratos consiste em uma rota segura para a produção de nano partículas de óxidos, bem como de ligas metálicas com composição pré-estabelecida.

Referências

- 1 - MACEDO, Daniela Werneck de. **Obtenção por redução pelo hidrogênio e caracterização da liga Ni-Co**. Dissertação de Mestrado, PUC-Rio, Rio de Janeiro 2005. 78p.
- 2 - MOTTA, Marcelo Senna. **Síntese por redução in-situ e caracterização microestrutural dos nano-compósitos Cu-Al₂O₃ e Ni-Al₂O₃**. Dissertação de Doutorado, PUC-Rio, Rio de Janeiro 2003. 102p.