

## SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÕES DE ÓXIDOS NANOESTRUTURADOS: SISTEMA MGO+CU

**Aluno: Rodolfo Moraes dos Santos Rosa**  
**Orientador: Roberto Ribeiro de Avillez**

### Introdução

Foi desenvolvido um método para a síntese de um compósito nanoestruturado formado pelo óxido de magnésio (MgO) e cobre metálico (Cu) sob diferentes condições de tempo e tratamentos térmicos a partir de uma solução contendo nitrato magnésio hidratado (Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O), nitrato de cobre hidratado (Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) e álcool polivinílico (PVA), esse último, usado como agente precursor. A cinética de formação dos óxidos, a granulometria e a composição das fases formadas foram investigadas utilizando difração de raios-x (DRX) e microscópio eletrônico de varredura (MEV).

O compósito Mgo+Cu em escala nanométrica apresenta atividade catalítica que pode ser usada para a obtenção de hidrogênio através da reação de reforma a vapor do metanol (RMV). O compósito também apresenta atividade bactericida, que foi verificada através de testes com algumas amostras.

### Metodologia

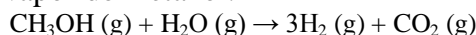
O PVA foi diluído em água destilada, na proporção de 10 g para cada 100 mL de água, dentro de um Becker de teflon, aquecido a uma temperatura de 100°C por um período de 2 horas em uma placa aquecedora com agitação magnética. Após esse período uma solução de 100 mL de água destilada contendo 10g de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O e Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, misturados segundo as proporções estequiométricas desejadas, foi acrescentada a solução de PVA e aquecida na placa por mais 48 horas.

Foram preparados materiais contendo nominalmente as seguintes quantidades percentuais de cobre metálico numa matriz de MgO puro: 10, 20, 30, 40 ou 50%. Estes valores são ajustados pela mistura apropriada de quantidades estequiométricas dos nitratos utilizados. O material foi tratado termicamente em um forno sob temperaturas de 500, 600, 700, 800, 900 e 1000°C por intervalos de tempo de 15, 30, 60, 100 e 160 minutos, com o objetivo de eliminar o nitrogênio, carbono e hidrogênio, provenientes, respectivamente dos nitratos e do PVA. Esse tipo de tratamento térmico também é necessário para promover mudanças na microestrutura do material, e, portanto, obtê-lo em escala nanométrica.

O material foi caracterizado por DRX, os resultados foram avaliados utilizando-se o software TOPAS3. A morfologia do material foi caracterizada por MEV.

Foi realizado teste catalítico, na reação de reforma a vapor do metanol, utilizando uma amostra contendo 50% de Cu em massa, tratado termicamente a 600°C por um intervalo de 160 minutos. A amostra foi ativada por um fluxo de hidrogênio puro a 250°C por 1 hora com vazão 60 mL/min. A reação foi realizada a 250°C com vazão de 90 mL/min de metanol/água: 3/1 molar.

Reação de reforma a vapor do metanol:



A avaliação da ação biocida foi realizada utilizando tratamento por choque, realizado em frascos do tipo antibiótico de 50 mL contendo uma solução tampão de fosfato previamente preparada. Os materiais contendo diferentes porcentagens de Cu em massa foram adicionados aos frascos e depois de solubilizados, inoculou-se culturas de bactérias mistas dos tipos, BANHT e BRS. Após 24 horas foram retiradas alíquotas para inoculação nos kits contendo

meios específicos para cada grupo bacteriano. Os kits foram encubados por 28 dias, e então se realizou a contagem do número mais provável de células (NMP/mL).

### Resultados e Discussão

Observou-se que nos tratamentos térmicos a temperaturas mais elevadas, ocorre a oxidação do material e além das fases MgO e Cu, também há formação de das fases CuO, Cu<sub>2</sub>O e Mg<sub>2</sub>CuO<sub>3</sub>, essa última fase foi detectada em amostras tratadas a temperaturas acima de 900°C.

O teste catalítico apresentou ótimo desempenho como catalisador.

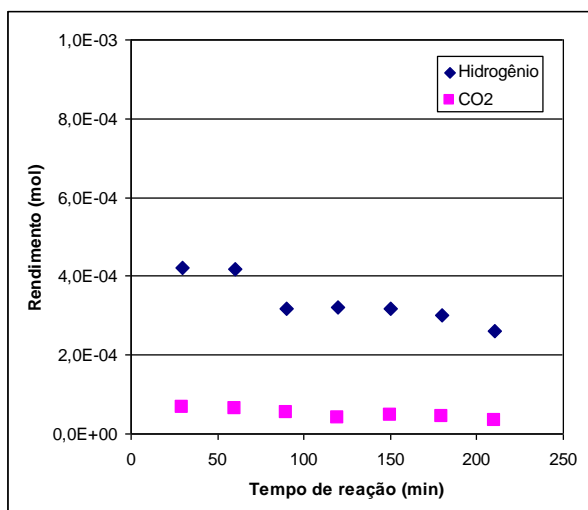


Figura 1: Rendimento dos produtos da reação em função do tempo. A amostra se mostrou ativa para a reação de RVM no período de tempo estudado, no entanto, após uma hora de reação, uma queda no rendimento de H<sub>2</sub> foi observada.

Na avaliação biocida as amostras testadas, uma contendo 20% de Cu em massa tratada a 600°C por 100 minutos causou 100% de eliminação efetiva de células BRS. As demais amostras também apresentaram um bom resultado proporcionando a redução do número de células podendo, eventualmente, ser utilizado como um controlador de biocorrosão nos dutos empregados para transporte de petróleo.

### Conclusões

O método de síntese foi eficaz na obtenção dos produtos desejados para preparação de nanocompósitos a base de MgO e Cu. O sistema MgO+Cu apresentou ótimas propriedades catalíticas e bactericidas que podem ser potencializadas por uma escolha apropriada de morfologia e composição. As aplicações do sistema MgO+Cu em escala nanométrica continuam sendo investigadas.

### Referências

- 1-H. Lei et al. Controllable preparation of nano-MgO and investigation of its bacterial properties, *Journal of Inorganic Biochemistry*, 99 (2005) 986–993
- 3-S. A. El-Molla, S. M. Abdel-all, and M. M. Ibrahim. Influence of precursor of MgO and preparation conditions on the catalytic dehydrogenation of iso-propanol over CuO/MgO catalysts, *Chemistry Department, Faculty of Education, Ain Shams University, Roxy, Heliopolis, Cairo 11757, Egypt*, 2009