

Síntese por combustão de óxido de zinco nanoestruturado utilizando-se glicina e ureia como combustíveis

Jaqueline Oliva Barnasque

e-mail: jbarasque@yahoo.com.br

Ana Paula Garcia, Tania Maria Basegio, Annelise Kopp Alves, Carlos Pérez Bergmann

LACER – LABORATÓRIO DE MATERIAIS CERÂMICOS E REVESTIMENTOS

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS / ESCOLA DE ENGENHARIA / UFRGS



1. INTRODUÇÃO

A intensificação da nanotecnologia como uma área de pesquisa vem gerando grandes expectativas na Ciência dos Materiais, tendo em vista a vasta gama de novas propriedades físico-químicas e as potencialidades tecnológicas decorrentes dos materiais nanoestruturados. Sabe-se que as nanopartículas possuem diferentes propriedades quando comparadas com materiais de tamanhos convencionais. Entre a grande variedade de materiais nanoestruturados desenvolvidos nos últimos anos, o óxido de zinco (ZnO) apresenta características físico-químicas que o tornam promissor em diversas áreas, como para emprego em fotocatalise, como semicondutor, em células solares, sensores de gases, indústria farmacêutica e de cosméticos, materiais bloqueadores de radiação UV, além de encontrar importantes aplicações tecnológicas em borrachas e tintas industriais. As propriedades químicas e microestruturais desse óxido, por sua vez, dependem do método de síntese empregado.

2. OBJETIVOS

Síntese e caracterização de ZnO pelo método de combustão em solução usando glicina e ureia como combustíveis. A quantidade de combustível utilizada foi -50%, -25%, estequiométrica, +25% e +50%.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATÉRIAS-PRIMAS

As soluções precursoras foram preparadas utilizando nitrato de zinco hexahidratado e combustíveis produzidos pela Vetec Química Ltda. Informações adicionais sobre os reagentes estão listadas na Tabela 1.

Tabela 1: Características dos reagentes envolvidos na síntese de ZnO por combustão em solução.

Reagente químico	Fórmula	Pureza (%)	Função reacional
Nitrato de zinco hexahidratado	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	98	Oxidante
Glicina	CH_2N_2O	98,5	Combustível
Ureia	$C_2H_4N_2O$	99,98	Combustível

3.2 PARTE EXPERIMENTAL

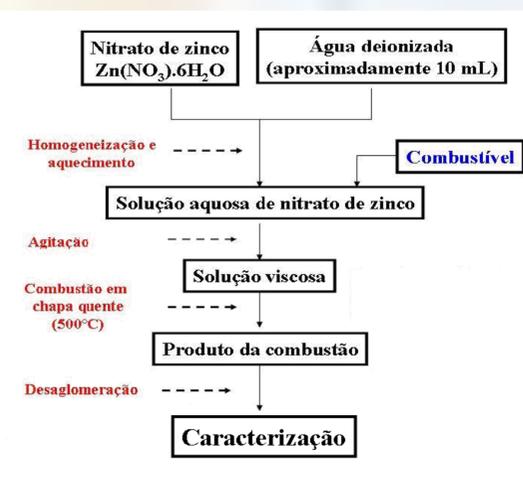


Figura 1: Fluxograma do procedimento experimental adotado na síntese de ZnO com diferentes combustíveis

3.3 CARACTERIZAÇÃO

- DRX - Determinação de fases cristalinas e tamanho de cristalito (*single line*)
- MEV - Morfologia
- BET - Área superficial
- ATG e ATD - perda de massa e endo- ou exotermia sob aquecimento
- Granulometria – diâmetro médio das partículas por difração laser

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 apresenta os difratogramas de raios X dos produtos de síntese utilizando o combustíveis ureia e glicina.

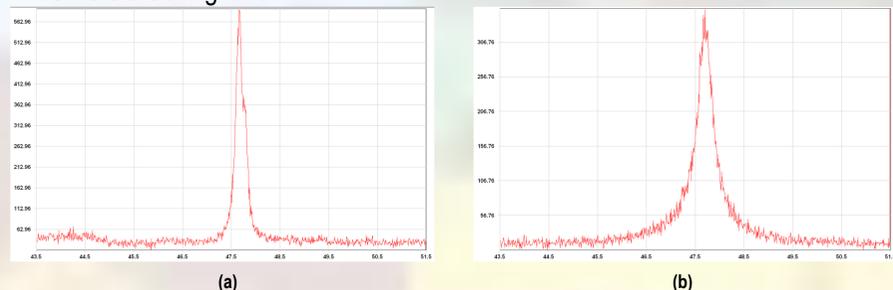


Figura 2: Difratograma de raios X do produto da síntese de ZnO por combustão em solução utilizando (a) ureia e (b) glicina como combustíveis.

Observou-se que os produtos de reação utilizando ureia apresentaram tamanho de cristalito maiores quando comparados com os obtidos com glicina. Isto pode estar associado com a morfologia dos agregados de ZnO com ureia, uma vez que três das cinco proporções ureia/oxidante apresentaram tamanho de cristalito fora da faixa nanométrica.

Tabela 2: Tamanho de cristalito (nm) dos produtos de reação em função da quantidade de combustível utilizada na síntese.

Amostra	Tamanho de cristalito (nm)
+ 25% Ureia	44,8
+ 50% Ureia	43,8
+ 25% Glicina	16,4
+ 50% Glicina	15,0
- 50% Glicina	11,2

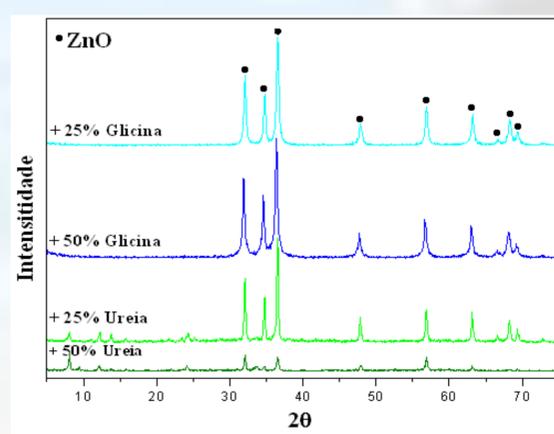


Figura 3 – Difratogramas de raios X dos produtos da síntese de ZnO em função da estequiometria dos reagentes na reação.

As amostras mostraram suficiente grau de cristalinidade. No entanto, os pós de ZnO obtidos com 50% de excesso do combustível ureia apresentaram picos nos padrões de difração de raios X menos intensos, o que sugere menor cristalinidade. Verificou-se que a área superficial aumentou em função da quantidade de combustível.

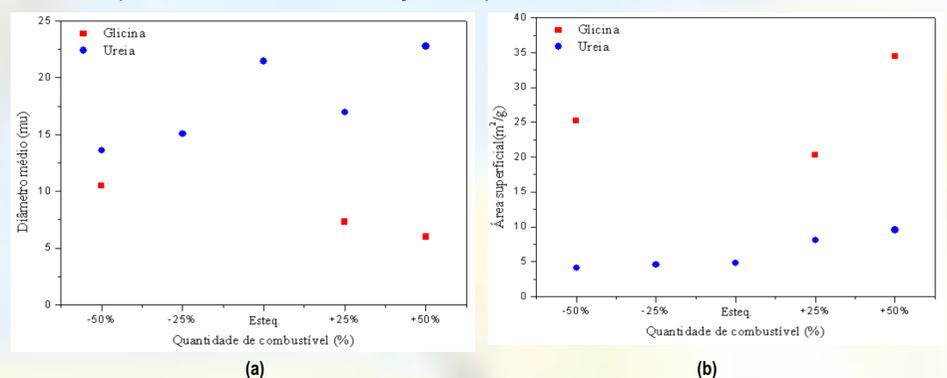


Figura 4 – (a) Diâmetro médio e (b) Variação da área superficial para os pós de ZnO obtidos por reações de SCS com diferentes quantidades do combustível

A perda de massa em função da temperatura foi significativa nas amostras estequiométrica e com excesso de combustível, na faixa de temperatura que compreende 30°C até um pouco acima de 400°C, possivelmente, referente à queima de material orgânico do resíduo de combustível.

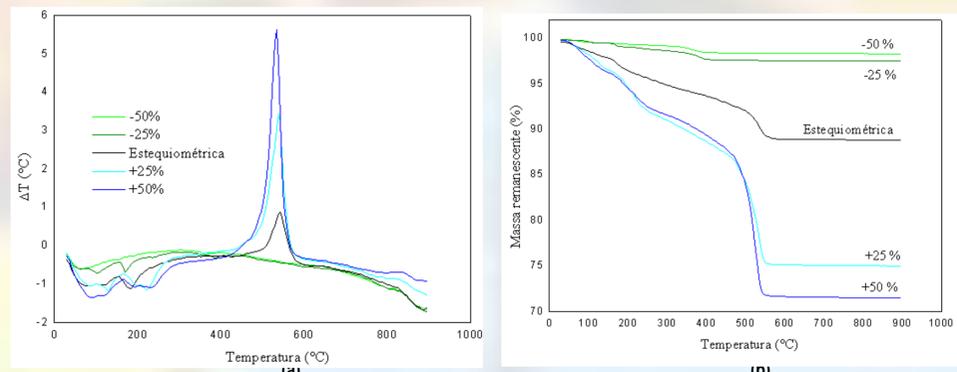


Figura 5 - ATG (a) e ATD (b) de ZnO obtido pelo método de combustão em solução com diferentes quantidades de ureia.

Verificou-se que os agregados formados nos produtos da síntese de ZnO obtidos utilizando glicina possuem partículas no formato de aglomerados irregulares com uma larga distribuição de tamanho de partículas. As partículas de ZnO utilizando ureia cresceram no formato de conjunto “flores”, configurando aglomerados maiores.

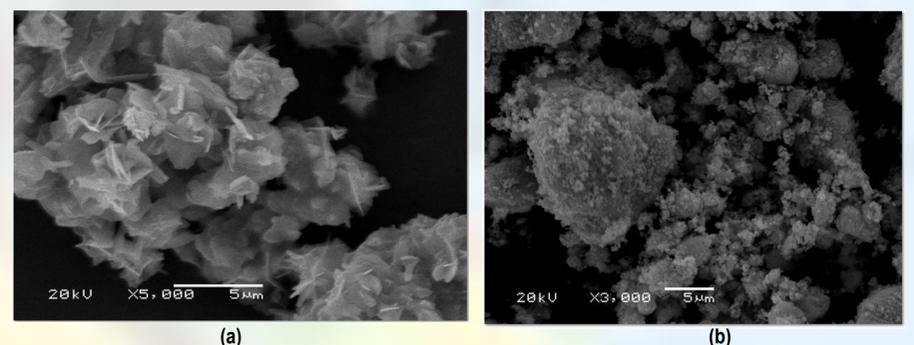


Figura 6 – Imagens de MEV das amostras de ZnO (a) reação com 25% de excesso de ureia (5000 X) e (b) com deficiência de 50% de glicina (3000 X)

5. CONCLUSÕES

- Foi possível obter óxido de zinco nanoestruturado pelo método de combustão em solução utilizando como combustível a glicina em todas as proporções analisadas e a ureia nas proporções +50% e +25%.
- A razão combustível/oxidante tem forte influência nas características microestruturais dos produtos de síntese obtidos;
- A morfologia do pó sintetizado é formada por aglomerados de partículas, que em função da quantidade de combustível apresentou distribuição de formatos e tamanhos;
- A síntese de ZnO por reação com deficiência em combustível apresentaram picos nos padrões de difração de raios X mais intensos, o que sugere uma maior cristalinidade.

6. AGRADECIMENTO

Ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS.