

1. INTRODUÇÃO

O advento da Nanociência/Nanotecnologia e a ampla potencialidade tecnológica das nanoestruturas têm subsidiado muitas pesquisas com a intenção de produzir materiais com pelo menos uma de suas dimensões na nanoescala (10^{-9} m). Sabe-se que as nanopartículas possuem diferentes propriedades quando comparadas com materiais de tamanhos convencionais.

A intensificação da nanotecnologia como uma área de pesquisa vem gerando grandes expectativas na ciência de materiais, tendo em vista a vasta gama de novas propriedades físico-químicas e as potencialidades tecnológicas decorrentes dos materiais nanoestruturados. O óxido de zinco (ZnO) encontra importantes aplicações tecnológicas em borrachas e tintas industriais. As propriedades químicas e microestruturais desse óxido, por sua vez, dependem do método de síntese empregado. Este trabalho teve como objetivo principal a síntese de ZnO através do método de combustão em solução e sua caracterização quanto às suas características microestruturais.

2. OBJETIVOS

Síntese e caracterização de ZnO pelo método de combustão em solução usando glicina, ureia e ácido cítrico 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
Ácido cítrico monohidratado	$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$	99,5	Combustível
Glicina	CH_2N_2O	98,5	Combustível
Ureia	$C_2H_5NO_2$	99,98	Combustível

3.2 PARTE EXPERIMENTAL

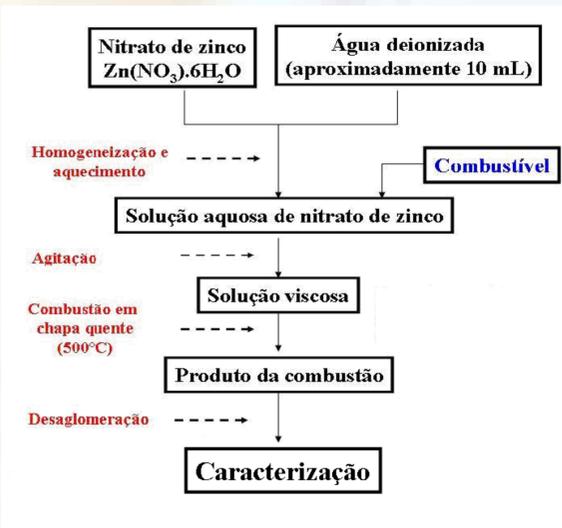


Figura 1: Fluxograma do procedimento experimental adotado na síntese de ZnO diferentes combustíveis

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

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

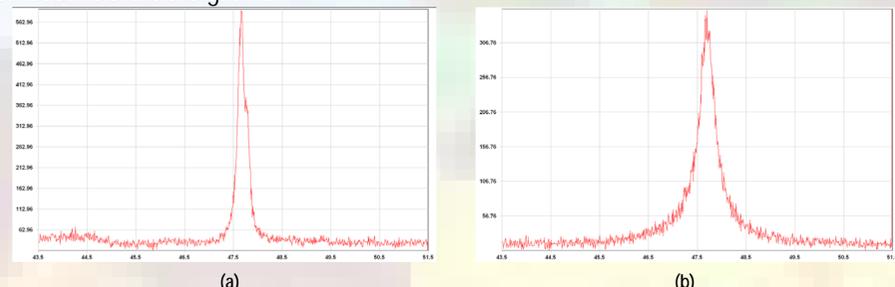


Figura 2: Difratograma de raios X do produto da síntese de ZnO por combustão em solução utilizando ureia (a) e glicina (b) como combustíveis.

Os demais resultados apresentados são referentes aos pós obtidos utilizando ácido cítrico como combustível, em função do seu maior rendimento na síntese.

Observou-se que os valores de tamanho de cristalito para as amostras estudadas apresentaram-se na escala nanométrica, situados entre 9,2 a 41,6 nm. Esses valores de tamanho de cristalito estão aumentando à medida que a reação diminui a quantidade de combustível (Tabela 2).

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

Proporção em relação ao estequiométrico (%)	Tamanho de cristalito (nm)
+ 50	9,2
+ 25	28,1
Estequiométrica	10,7
- 50	30,7
- 25	41,6

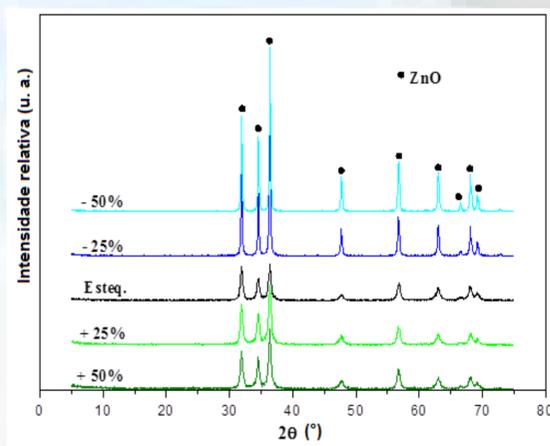


Figura 3 – Difratogramas de raios X dos produtos da síntese de ZnO em função da estequiometria dos reagentes na reação. Verificou-se, que a área superficial de ZnO aumenta em função do aumento de combustível até a razão combustível 0,35 (25% em excesso). Na mesma Figura 4 é indicada a área superficial (7,35 m²/g) do ZnO comercial, utilizado para comparação na determinação da atividade fotocatalítica dos ZnO obtidos por SCS.

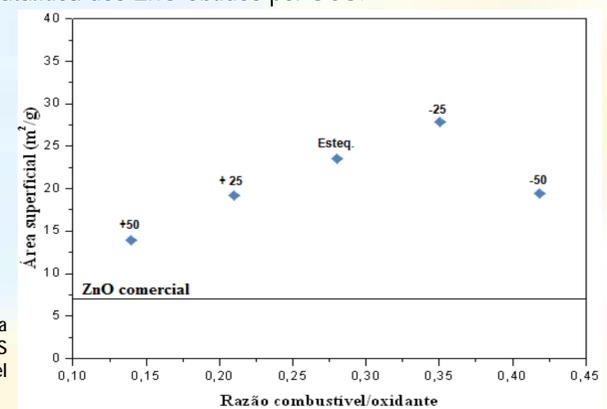


Figura 4 - Variação da área superficial para os pós de ZnO obtidos por reações de SCS com diferentes quantidades do combustível ácido cítrico

A perda de massa em função da temperatura (Figura 5 (a) e (b)) variou significativamente, cerca de 6%, 16% e 10% para as formulações estequiométrica, 25% e 50% de excesso de combustível, respectivamente. Para as amostras deficientes em combustível verificou-se perda de massa < 2%, sugerindo que a reação de combustão se processou utilizando a parte oxidante do sal metálico (NO³⁻) como fonte de oxigênio.

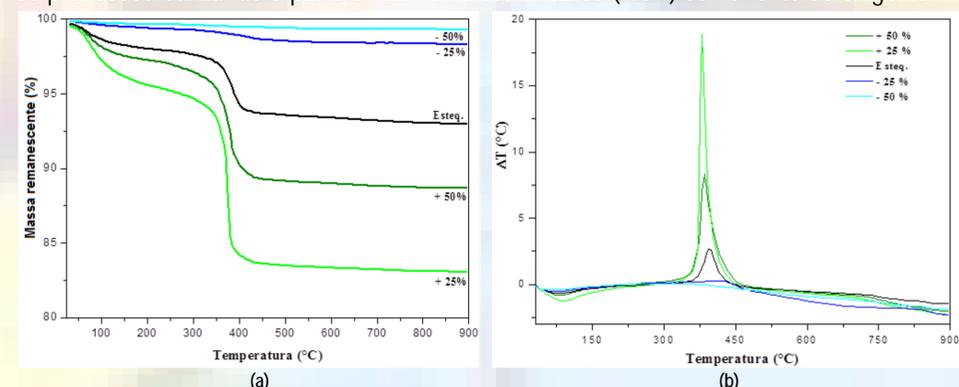


Figura 5 - ATG (a) e ATD (b) de ZnO obtido pelo método de combustão em solução com diferentes quantidades de ácido cítrico

Observou-se para todas as amostras a formação de partículas secundárias (agregados), o que é totalmente justificado e explicado pelo fato de que partículas finas, particularmente as nanoestruturadas, por apresentarem grandes áreas superficiais frequentemente aglomeram formando partículas maiores (aglomerados).

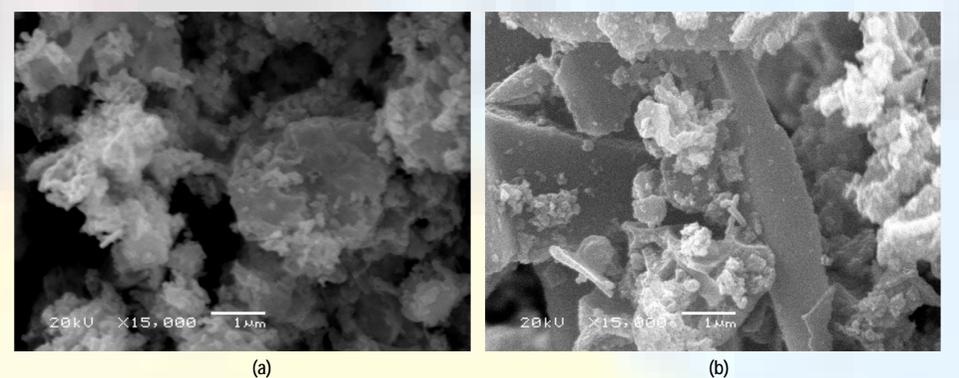


Figura 6 – Imagens de MEV das amostras de ZnO (a) deficiente em 50% e (b) 25% em excesso de ácido cítrico

5. CONCLUSÕES

- Foi possível obter óxido de zinco nanoestruturado pelo método de combustão em solução utilizando como combustível o ácido cítrico e nitrato de zinco como oxidante, para todas as proporções de combustível/oxidante investigadas (-50%, -25%; estequiométrica, +25% e +50%);
- 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 extensa 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.