

INSTITUTO FEDERAL DE
EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
BAHIA
Campus Eunápolis



pindorama
Revista Eletrônica Científica do IFBA

**Revista Eletrônica Multidisciplinar Pindorama do Instituto Federal de
Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia – IFBA Nº 02 – Ano 3 – junho/2012 –
www.revistapindorama.ifba.edu.br**

Efeito do agente precipitante na formação cristalina em materiais nanoestruturados Fe₂O₃ sintetizados através do processo sol - gel

Haroldo José dos Santos*

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia/Campus
Eunápolis. Avenida David Jonas Fadini, S/N, Rosa Neto, 45820-970,
Eunápolis/Ba, Brasil.
GEMAA - Grupo de Estudos em Materiais e suas Aplicações.

Ludmilla Carvalho Porto

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia/Campus
Eunápolis. Avenida David Jonas Fadini, S/N, Rosa Neto, 45820-970,
Eunápolis/Ba, Brasil.
PAE - Programa de Assistência ao Educando - Aluna bolsista do projeto.

RESUMO

A teoria aliada a atividades práticas são fundamentais no processo Ensino-Aprendizagem e torna o ensino de Química mais significativo. Nesse trabalho foram sintetizados materiais à base de óxido de ferro (III) através do processo sol-gel não hidrólítico, utilizando o cloreto de ferro (III) e dois diferentes precursores o hidróxido de sódio e a uréia. O sólido sintetizado com hidróxido de sódio foi denominado FeNa e aquele obtido com uréia como FeUr. A partir dos resultados de difração de raios-X, verificou-se reflexões relacionadas ao padrão da hematita, em todos os sólidos obtidos. O tamanho médio dos cristais do óxido de ferro foi realizado com o auxílio da técnica de difração de raios-X e aplicando-se a Equação de Scherrer. Os resultados obtidos indicaram a obtenção de materiais nanoestruturados confirmando a eficiência do método utilizado. Verificou-se também que ambos os materiais apresentaram o padrão da hematita mostrando que os agentes precipitantes não foram determinantes na formação da estrutura cristalina dos materiais.

*email: hharoldoo@gmail.com

Palavras-chave: Ensino de Química, Sol-Gel, Óxidos de Ferro, Nanopartículas, Estrutura cristalina.

ABSTRACT

The theory combined with practical activities are essential in Teaching-Learning process and it makes the teaching of chemistry more meaningful. In this study were synthesized materials based on iron oxide (III) through the non-hydrolytic sol-gel process using chloride iron (III) and two different precursors sodium hydroxide and urea. The solid synthesized by sodium hydroxide was named FeNa and that one obtained with urea was named FeUr. From the results of X-ray diffraction, it was found reflection related to the pattern of hematite, in all the obtained solids. The average size of the iron oxide crystals was performed with the aid of diffraction X-rays, applying Scherrer's Equation. The results indicated that was obtained nanostructured materials confirming the efficiency of the method. It was also found that both materials presented hematite pattern showing that the precipitating agents were not responsible for the formation of materials crystalline structure.

Keywords: Chemistry Teaching, Sol-Gel, Iron Oxides, Nanoparticles, Crystalline Structure.

Introdução

A Química sempre necessitou de comprovações práticas para se firmar como ciência, mesmo sendo considerada um ramo da filosofia. Levar ao discente experiências adquiridas não é um processo simples, há inicialmente a necessidade do conhecimento dos modelos e há maiores necessidades como: didática do professor, conhecimento e domínio do conteúdo, instalações adequadas para a realização das práticas e o mais importante, trabalhar com o lado do coração para fazer com que o acadêmico se aproprie do conteúdo ¹.

A Nanotecnologia leva a ciência dos materiais ao domínio de partículas e interfaces com dimensões muito pequenas, no intervalo de um a cem nanômetros ².

Nos últimos anos, a pesquisa na área de novos materiais nanoestruturados tem crescido consideravelmente. Nesse sentido, o grande potencial das nanopartículas abriu um novo campo de atuação científica e esse interesse é revelado pelo grande número de publicações na área^{3,8}. As

nanopartículas metálicas possuem propriedades físico-químicas que as tornam particularmente atrativas como meio reativo na remediação ambiental e como catalisadores redutivos e/ou oxidativos para compostos orgânicos e inorgânicos. A utilização das nanopartículas de óxidos metálicos pode ser dividida em duas classes: materiais que apresentam elevadas áreas superficiais específicas e aqueles em que as propriedades físicas e químicas são dependentes do tamanho. Existem aplicações em uma e/ou outra classe, mas na catálise, por exemplo, necessita-se de materiais com altas áreas superficiais específicas e com propriedades otimizadas pelo pequeno diâmetro das partículas.

Nanopartículas de óxidos metálicos são preparadas freqüentemente utilizando a metodologia sol-gel^{9,12}. O processo sol-gel envolve uma química baseada na polimerização inorgânica, em que os precursores geralmente empregados são sais inorgânicos em solução aquosa ou alcóxido em solução orgânica permitindo uma boa homogeneidade química.

Materiais á base de óxido de ferro são usados como catalisadores em diversos processos industriais. Os catalisadores usados são comercializados, em sua maioria, na forma de hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), mas em alguns casos podem ser encontrados como maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ou goethita, $\alpha\text{-FeOOH}$. Esses materiais devem ser reduzidos, para formar a fase ativa, magnetita (Fe_3O_4)¹³.

Nesse trabalho foram sintetizados materiais nanoestruturados a base de óxido férrico com diferentes precursores e estudado os seus efeitos nas propriedades texturais desses materiais como parâmetro significativo do Ensino de Química.

Materiais e Métodos

Os materiais foram preparados via processo sol-gel não-hidrolítico reagindo-se uma solução $1,0 \text{ mol.L}^{-1}$ de cloreto férrico (FeCl_3) com uma solução dos precipitantes hidróxido de sódio $4,0 \text{ mol.L}^{-1}$ ou uréia $8,0 \text{ mol.L}^{-1}$. A solução de cloreto férrico e do hidróxido de sódio foram adicionadas simultaneamente (gota a gota) a um béquer sob agitação constante e todo processo foi regulado em pH 10 e temperatura ambiente, já com o a uréia realizou-se o mesmmo procedimento mas em uma faixa de temperatura de 90

a 100⁰C que é a temperatura de hidrólise da uréia ¹⁴. Os géis formados permaneceram no meio reacional sob agitação magnética durante 30 min. Em seguida, os géis foram isolados por decantação e lavados com água destilada até a completa remoção dos íons cloretos. O teste de cloreto foi conduzido utilizando uma solução 0,1 mol L⁻¹ de nitrato de prata. Os géis obtidos na etapa anterior foram secos em estufa a 120⁰C até obtenção de massa constante e depois foram calcinados ao ar a 600⁰C por 2 horas. O sólido sintetizado com hidróxido de sódio foi denominado FeNa e aquele obtido com uréia como FeUr.

Resultados e Discussão

A partir dos resultados de difração de raios-X ilustrados na Figura 1, verificou-se reflexões relacionadas ao padrão da hematita, em todos os sólidos obtidos ¹⁵. Observou-se também que os sólidos apresentaram alta organização da estrutura cristalina da α -Fe₂O₃ (hematita) visto que os picos mais intensos mostraram-se estreitos e bem definidos ¹⁶. Comparando-se os difratogramas das amostras FeNa e FeUr, percebe-se que os padrões de difração da amostra FeUr apresenta maior organização à média e longa distância do que aqueles FeNa, por apresentarem picos mais intensos.

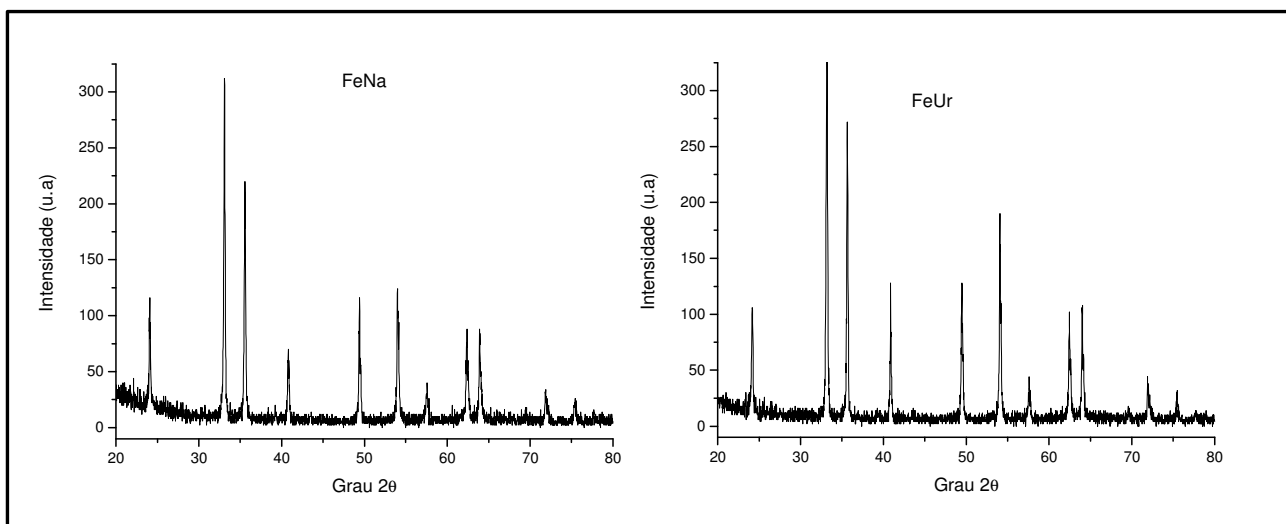


Figura 1. Difratogramas de raios – X dos materiais

Estimativa do tamanho de cristalito

O tamanho médio dos cristais do óxido de ferro foi realizado com o auxílio da técnica de difração de raios-X e aplicando-se a Equação de Scherrer às reflexões mais intensas do óxido de ferro ¹⁷.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Onde

D = diâmetro médio do cristalito

θ = ângulo de difração em que a intensidade é máxima

β = largura a meia altura do pico (em radianos)

λ = comprimento de onda da radiação incidente (CuK α = 1,5406 nm)

K= constante de proporcionalidade para partículas esféricas cujo valor é igual a 0.90

Os resultados obtidos indicaram a obtenção de materiais nanoestruturados confirmando a eficiência do método utilizado. Verificou-se domínio médio de cristalitos de 20,6 nm para o FeNa e de 25,6 nm para o FeUr. O material FeUr apresentou uma maior organização cristalina como mostra os difratogramas de raio-x, porém esse material apresentou um tamanho médio de cristalino maior do que o material FeNa. Contudo, faz-se necessário análises adicionais de tamanho de cristalito, como microscopia eletrônica, para confirmar as medidas encontradas nos sólidos cristalinos.

Conclusões

Os resultados obtidos mostraram que as amostras FeNa e FeUr apresentaram uma morfologia nanoestruturada, com tamanho médio de cristalito de 20,6 nm e 25,6 nm respectivamente, evidenciando a eficiência do processo sol-gel na síntese de nanopartículas, contudo, outras análises são necessárias para a confirmação do tamanho de cristais já que a equação de scherrer é apenas um dos parâmetros utilizados nessa determinação. Verificou-se também que ambos os materiais apresentaram o padrão da

hematita mostrando que os agentes precipitantes não foram determinantes na formação da estrutura cristalina dos materiais. Porém, o material FeNa apresentou menores diâmetros médios de cristalitos enquanto que o material FeUr apresentou maior organização da estrutura cristalina. Diante do exposto, faz-se necessário investigar futuramente a formação cristalina em temperaturas de calcinação diferentes da utilizada nesse trabalho. Verificou-se também o entusiasmo e a motivação por parte da aluna bolsista em realizar um trabalho onde se pode aplicar os conhecimentos teóricos de química em uma atividade prática de resultados tão significativos.

Referências

- [1] LEITE, F. **Práticas de Química Analítica**. Campinas, SP: Ed. Átomo, 1999.
 - [2] QUINA, F. **Química Nova**. Vol. 27, nº 6, SP, Nov./Dec. 2004.
 - [3] WANG, C.-B. & ZHANG, W.-X. **Environmental Science & Technology: Research Communications**, Vol. 31, No. 7, 2154-2156, 1997.
 - [4] ZANG, W.-X.; WANG, C.-B. & Lien, H.-L. **Catalysis Today**, Vol. 40, 387-395, 1998.
-

- [5] LIEN, H.-L. & ZHANG, W.-X. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Vol. 191, ED 1-2, 97-105, 2001.
- [6] ZHANG, W.- X., **Journal of Nanoparticle Research**, Vol. 5, 323-332, 2003.
- [7] WANG, C.Y.; JIQNG, W.Q.; WANG, Y.N.; CHEN, Z.Y. **Materials Research Bulletin**, Vol 35, 53-58, 2000.
- [8] LIN, H.- Y; CHEN, Y.-W. & WANG, W.-J. **Journal Of Nanoparticle Research**, Vol. 7, 249-263, 2005.
- [9] Oskam, G., **Journal of Sol-Gel Science and Technology**. Vol. 37, 161-164, 2006.
- [10] Armelao, L. *et al.* **Coordination Chemistry Reviews**. Vol. 250, 1294-1314, 2006.
- [11] Mongey, K. F. *et al.* **Coordination Chemistry Reviews**. Vol. 185-186, 417-429, 1999.
- [12] Mehner, A.; Datchary, W.; Bleil, N.; Zoch, H. –W. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**. Vol. 36, 25-32, 2005.
- [13] Souza, *et al.* **Química Nova**. Vol. 21, nº 4, SP, Nov./Dec. 1998.
- [14] Skoog, D. A.; Holler, F. J.; Nieman, T A. **Fundametos de Química Analítica**. 8ª Ed. Thompson, 2006.
- [15] Swanson. E. E. *et al.* **Standard X-ray Diffraction Powder Patterns**. National Bureau of Standards Monograph 25 — Section 5 & 18 Issued August 31, 1967.
- [16] Lee, Y.-H.*et al.* **J. of Non-Cristalline Solids**, Vol. 351, 3709-3715, 2005.
- [117] Carp, O., Patron, L. Reller, A. **Materials Chemistry and Physics**, Vol. 101, 142-147, 2007.

Agradecimentos

Os autores agradecem aos professores **Maria do Carmo Rangel Santos Varela, Eduardo Jorge Vidal Dultra e Aldemiro Jose Rocha Palma**

pelas análises de raios-X; ao Prof. **Marcus Luciano Souza de Ferreira
Bandeira** pelo apoio na etapa de calcinação no Campus de Porto Seguro.
