

## SÍNTESE POR COMBUSTÃO EM SOLUÇÃO DE $\text{Bi}_2\text{O}_3$ NANOESTRUTURADO E SUA CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

DIEGO ARMANDO MUNHOZ BARBOSA<sup>1</sup>; TIAGO MORENO VOLKMER<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Universidade Federal de Pelotas 1 – diegoarmando.1199@gmail.com* 1

<sup>2</sup>*Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.com* 2

### 1. INTRODUÇÃO

Pensando-se no contexto de procedimentos que envolvam aplicação de radiação X, o desenvolvimento de equipamentos protetivos de alto desempenho torna-se uma demanda constante e fundamental no que diz respeito à saúde pública de uma maneira geral, visto que a utilização de tal radiação é indispensável nos mais variados âmbitos, tanto de pesquisa e desenvolvimento quanto para soluções na área da saúde.

Durante toda a história da utilização dos raios X, chumbo tem sido o material empregado na configuração de tais equipamentos protetivos. Entretanto, o chumbo é extremamente denso, o que lhe confere altíssimo peso, além de possuir comprovada toxicidade aos organismos vivos e contaminar o meio ambiente no seu descarte pós uso (MOORE B; VANSONNENBERG; et. al.1992).

Segundo a BRASILRAD (2016), empresa brasileira especializada em física médica e proteção radiológica, a vida útil de equipamentos de proteção radiológica EPR`s convencionais a base de chumbo é relativamente curta, sendo estimada em aproximadamente 2 anos, podendo variar considerando-se a frequência de uso e a qualidade em sua armazenagem.

Desta forma, diversos estudos vem sendo realizados no intuito de buscar a substituição do chumbo por materiais mais leves, eficientes em exames e procedimentos radiológicos e que apresentem menor impacto ambiental. O óxido de bismuto  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nanoestruturado, devido a algumas características intrínsecas do elemento químico base, somado as propriedades únicas de materiais em escala nanométrica, pode ser um forte candidato a desempenhar essa função (HOOPER, 2002).

Atualmente existem varias pesquisas utilizando métodos diferentes para obtenção de óxidos metálicos, entretanto, uma rota precisa e pouco dispendiosa em termos de energia é raro. De acordo com (DINKA;MUKASYAM 2005), o método de síntese por combustão em solução (SCS), permite a formação de óxidos em tempos e temperaturas muito menores do que outras vias tradicionais, como por exemplo, pirólise em fornos, os quais necessitam da manutenção de temperaturas que superam os 1000°C. Já na SCS, segundo SOUZA (1999), a auto ignição e propagação da combustão ocorre entre partículas com tamanho da ordem de 1 a 100 $\mu$ , iniciando-se a temperaturas entre 150 e 200°C, passando a reação para um estágio onde a combustão torna-se auto sustentável (*Self-propagating High-temperature Synthesis – SHS*), devido a energia química envolvida no processo, podendo chegar a temperaturas de até 2000 K (1726°C).

Sendo assim, este trabalho visa a obtenção de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  nanoestruturado, através da síntese por combustão em solução, por ser uma rota simples e de baixo custo, e que não necessita de uma instrumentação específica, para uma posterior aplicação destes óxidos em equipamentos de proteção radiológica (EPR).

## 2. METODOLOGIA

Em um primeiro momento foram determinadas as proporções molares dos elementos constituintes da reação, utilizando-se a lei de Jain, chegando-se a seguinte relação estequiométrica para a formação teórica de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> estável por meio da síntese por combustão em solução do nitrato de bismuto penta hidratado (Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O) e uréia (CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O), seguindo a relação combustível/oxidante e seus produtos de reação, conforme mostrado na Equação 1.

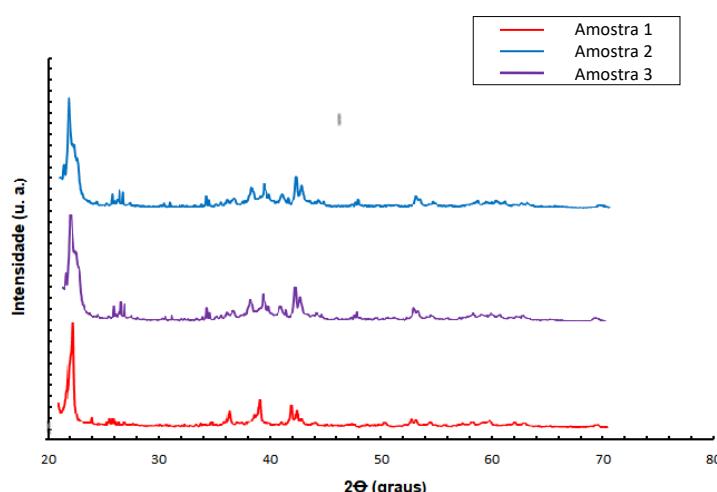


Os reagentes foram pesados em uma balança de precisão da marca Marconi, modelo AY220 com capacidade máxima de 220g, e adicionados em um bêquer. Em seguida, foram macerados 4,85g de Bi(NO<sub>3</sub>) e 1,5g de (CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O) e diluídos em 30mL de água destilada adicionando-se 2mL de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) pouco a pouco. Logo após, a solução foi levada a combustão em uma placa de aquecimento, aumentando-se a temperatura gradativamente até que o limite do equipamento fosse atingido em ~300°C, mantendo-se esta temperatura constante durante 20 min. A reação foi realizada em uma capela de exaustão de gases devido a volatilização de alguns elementos durante a síntese. Numa etapa subsequente, os procedimentos foram replicados outras duas vezes, variando-se as proporções molares de ácido nítrico e do combustível, mantendo-se fixa a quantidade de nitrato de bismuto, no intuito de obter óxidos com características e propriedades distintas. As variações em massa estão dispostas na tabela 1. Para confirmar a obtenção das estruturas desejadas, foram realizadas análises de difração de raios X (DRX) Bruker, D8 Advance, disponível no Centro de Microscopia da Universidade Franciscana (UNIFRA), localizada na cidade de Santa Maria (RS). Os parâmetros para a análise de DRX foram os seguintes : 2θ de a 70° com passo de 0,05° e tempo de 1s por passo. Assim, foi possível identificar a fase cristalina dos compostos sintetizados. Com base no alargamento dos picos, característicos de cada fase, calculou-se o tamanho de domínio cristalino, utilizando-se o software..., a partir da Equação de Scherrer (Equação 2).

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta \cos (\theta)} \quad (2)$$

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra os difratogramas das amostras sintetizados com diferentes parâmetros de reagentes. Com a análise dos difratogramas foi possível identificar a formação de duas fases cristalográficas: Uma tetragonal ( $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ), a qual possui P-42<sub>1</sub>c como seu grupo espacial (ficha/PDF nº 01-076-0147) e uma fase monoclinica ( $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ) (ficha/PDF nº 01-071-2274). Os resultados obtidos são condizentes com os intensidade reportados por (VANESSA R.L; RENATA A. et. al. 2014).



A tabela 1 apresenta os valores em massa de reagentes para cada amostra, seguido dos seus respectivos tamanhos de domínio cristalino.

Tabela 1 – Tamanhos de domínio cristalino obtidos a partir da equação de Scherrer

SOLUÇÃO	REAGENTES VARIADOS (g)		TAMANHO DE DOMÍNIO CRISTALINO (nm)
Solução 1 (A1)	HNO <sub>3</sub> = 2,0	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O = 1,5	20,9
Solução 2 (A2)	HNO <sub>3</sub> = 2,5	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O = 2,0	17,5
Solução 3 (A3)	HNO <sub>3</sub> = 3,0	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O = 2,5	19,9

### 4. CONCLUSÃO

A síntese por combustão em solução mostrou-se um método apropriado, simples e de baixo custo para a produção de óxidos metálicos em escala nanométrica.

Com base na análise de difração de raios X (DRX) das três amostras, estas apresentaram picos característicos das fases tetragonal ( $\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ) e monoclinica ( $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ) respectivamente. Com relação ao tamanho de cristalito, ambas as amostras apresentaram nanocristalinas, com uma estreita variação de tamanhos dos domínios cristalinos em função das proporções dos reagentes, culminando no objetivo principal do estudo em obter óxido de bismuto nanoestruturado com características promissoras para aplicação em equipamentos de proteção radiológica.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DINKA, P. Mukasyan, A.S. In Situ preparation of oxide-based supported catalysts by solution combustion synthesis. *Journal of physics and chemistry B*, volume 109, 2005, p. 21627-21623.

HOPPER KD, King SH, Lobell ME, et al. The breast: in-plane x-ray protection during diagnostic thoracic CT – shielding with bismuth radioprotective garments. *Radiology*. 2002; p. 853–856.

MOORE B, vanSonnenberg E, Casola G, et al. The relationship between back pain and lead apron use in radiologists. *AJR Am J Roentgenol*. 1992; 158:191-3.

SOUZA V.C, Mrelli, M.R, Kiminami, R.H.G.A. Combustion synthesized ZnO powders for varistor ceramics. *International journal of inorganic Materials*, volume 1, 1999, p. 235-241.

VANESSA L, Renata A, Adriana Campano L, Paulo Rogério Catarini S, Luiz H. Fotocatálise do azul de metíleno na presença de óxido de bismuto sob irradiação de luz UV e solar, *Ciências Exatas e Tecnológicas*, Londrina, v. 35, n. 1, p. 55-62, jan./jun. 2014.