



Tabela 1- Estequiométria das soluções

Bi(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O (g)	HNO <sub>3</sub> (mL)	(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CO (g)
4,85	2	1,5
4,85	2	2
4,85	2	2,5
4,85	2	3

As soluções foram pré- aquecidas sob agitação magnética constante até que chegassem numa temperatura de ~70 °C. Após 10 minutos, foi adicionado o combustível, e as soluções permaneceram por mais 10 minutos sob agitação magnética. Em seguida, a agitação magnética foi interrompida e, gradualmente, a temperatura foi aumentada até atingir ~300 °C, mantendo-se essa temperatura pelo tempo de 20 min.

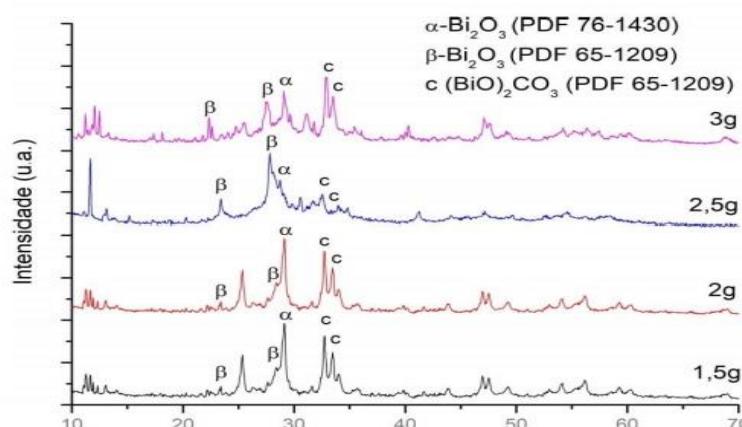
Os produtos resultantes dessa síntese foram macerados com almofariz por 10 minutos e separados para a etapa de calcinação, efetuadas em um forno tipo mufla, em um patamar de 600 °C, durante 3 horas, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 apresenta o difratograma de raios-X das amostras não calcinadas de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com diferentes teores de combustível.

Com essa análise foi possível identificar duas fases cristalográficas conhecidas do Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, uma tetragonal ( $\beta$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), conforme a ficha cristalográfica PDF n.º 65-1209, e uma monoclinica ( $\alpha$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), segundo a ficha cristalográfica PDF n.º 01-76-1430. Também pode-se observar a formação do carbonato de bismuto (BiO)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, onde todos os picos combinam-se entre si e estão em concordância com os valores encontrados na literatura, conforme ficha PDF 65- 1209.

A amostra contendo 2,5g de combustível apresenta picos de BiCO<sub>3</sub> menores, indicando que este teve uma formação de pó com maiores teores de óxido e menos carbonato, logo optou-se por fazer uma calcinação nessa amostra a 300 °C por 2h de modo a eliminar o restante de carbonato presente. Após ser feita a calcinação da amostra, o tamanho do cristalito foi de 46nm, o que confirma a formação de nanoestruturas do óxido de bismuto.


 Figura 1- DRX das amostras de Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com diferentes teores de combustível.

Para que sua morfologia fosse analisada, os pós foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

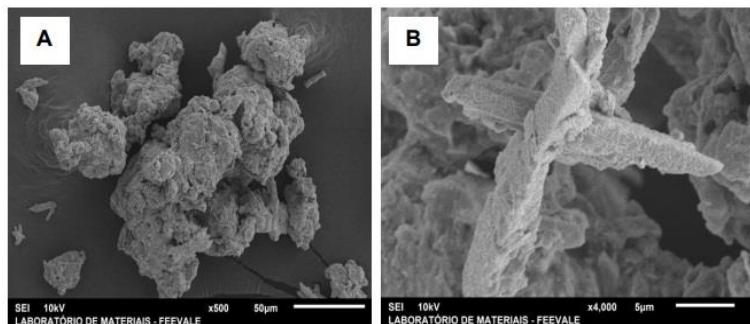


Figura 2 – MEV das amostras com diferentes teores de combustível; 1,5g (A) e 2g (B).

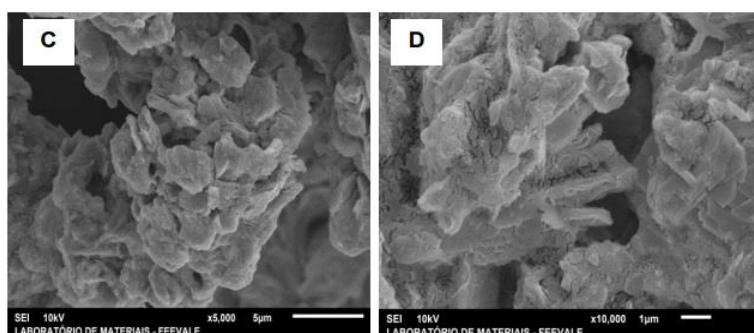


Figura 3 – MEV das amostras com teores de combustível de 2,5 g (C/D).

Observando a figuras 3 (C e D) percebe-se que as estruturas apresentam morfologia de nanoflocos aglomerados que estão fracamente ligados por ligações secundárias. Provavelmente essa morfologia se dá pela fase  $\beta$  - $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , esta que se apresentou em maior quantidade nas análises de DRX.

Analizando todas as figuras de MEV apresentadas, nota-se que as amostras que foram sintetizadas com maiores teores de combustível apresentam maiores níveis de degradação, que pode ser explicado pela maior quantidade de gases liberados durante a reação formadora. Quanto maior a quantidade de gases dissipada nessa etapa, maior é a quantidade de energia envolvida no processo, logo, para as fases seguintes, como a cristalização, haverá menos energia disponível, o que favorece a degradação do produto final e consequentemente há um aumento na porosidade média.

#### 4. CONCLUSÕES

Levando em conta o que foi observado, conclui-se que o método SCS é simples, barato e totalmente eficaz, uma vez que foi possível produzir o óxido de bismuto nanoestruturado através desse método.

Com a análise de microscopia eletrônica de varredura também foi possível identificar os efeitos que os teores de combustível causam na morfologia do material. E por fim, pode-se constatar a efetividade da reação de combustão por conta do comportamento de nanobastões que a morfologia apresentou.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARUNA, S. T. MUKASYAN, A. S. Combustion synthesis and nanomaterials. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, v. 44, p. 8-9, 2008.

GERSHONY, G. et al. Novel Lead-free Lightweight Radiation Attenuating Material for Interventional Procedures. **Journal of Vascular and Interventional Radiology**, v. 22, n. 12, p. 1784-1789, 2011.

SAHM T.; MADLER L.; GURLO A.; BARSAN N.; PRATSINIS S.; WEIMAR U.; Flame spray synthesis of tin dioxide nanoparticles for gas sensing. **Sensors and actuators B**, v.98, p. 148-153, 2004.

SANTOS, Fernanda Teixeira Cruz. **Síntese e caracterização de peneiras moleculares contendo bismuto (SaBiOs) e sua potencial aplicação catalítica**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, 2011.

TONIOLO J. C. **Síntese de Pós de alumina Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocristalina por combustão em solução**. Porto Alegre: UFRGS. Dissertação de mestrado – Programa de pós graduação de em Engenharia e Minas, Metalurgia e Materiais, 2004.