

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO Bi_2O_3 OBTIDO PELO MÉTODO SCS E A INFLUÊNCIA DAS CONCENTRAÇÕES DO COMBUSTÍVEL UTILIZADO

LUANA RICARDO FARIAS¹; TIAGO MORENO VOLKMER²

¹ Universidade Federal de Pelotas – luana.fariasc@hotmail.com

² Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos é de grande relevância a obtenção de nanomateriais para o desenvolvimento de novas tecnologias e dispositivos. Com isso, diversos estudos estão sendo apresentados na literatura com o intuito de desenvolver rotas simples para o desenvolvimento desses materiais (SAHM; MADLER; GURLO, 2004).

Para este trabalho foi utilizado o método de síntese por combustão em solução (SCS), visto que o processo é rápido, fácil, não necessita de uma instrumentação específica e mesmo assim permite a formação de óxidos nanoestruturados com alto grau de pureza e homogeneidade (ARUNA e MUKUSAYAM, 2008; TONIOLO, 2009).

Segundo SANTOS (2011), o bismuto elementar e consequentemente seus compostos possuem grande destaque pelo fato desse metal pesado provir da natureza, ser atóxico, não radioativo e não estimula a formação de carcinomas, sendo assim, a escolha de um material como o óxido de bismuto se dá pelas suas propriedades físico-químicas interessantes. Logo, esses compostos possuem grande parte de suas aplicações em produtos relacionados a odontologia e procedimentos radiológicos, já que esse óxido possui a propriedade de radiopacidade.

Diante disso, o óxido de bismuto mostra-se como uma boa alternativa ao chumbo, que é o material mais utilizado em equipamentos protetivos em exames e procedimentos radiológicos, visto que promove maior segurança as pessoas envolvidas nesses processos pela sua não toxicidade (GERSHONY et. al. 2011).

Portanto, o objetivo deste trabalho é sintetizar o óxido de bismuto pelo método de combustão em solução, caracterizar os produtos e investigar as propriedades obtidas neste processo.

2. METODOLOGIA

Primeiramente, foram preparadas 4 soluções contendo nitrato de bismuto pentaidratado, ureia e ácido nítrico com as quantidades presentes na tabela logo abaixo. Foram adicionados 30 mL de água deionizada para a dissolução completa dos reagentes.

Tabela 1- Estequiometria das soluções

$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (g)	HNO_3 (mL)	$(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ (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 $\sim 70^\circ\text{C}$. 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 $\sim 300^\circ\text{C}$, 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 $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 apresenta o difratograma de raios-X das amostras não calcinadas de Bi_2O_3 com diferentes teores de combustível.

Com essa análise foi possível identificar duas fases cristalográficas conhecidas do Bi_2O_3 , uma tetragonal ($\beta\text{-Bi}_2\text{O}_3$), conforme a ficha cristalográfica PDF n.º 65-1209, e uma monoclinica ($\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$), segundo a ficha cristalográfica PDF n.º 01-76-1430. Também pode-se observar a formação do carbonato de bismuto $(\text{BiO})_2\text{CO}_3$, 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_3 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.

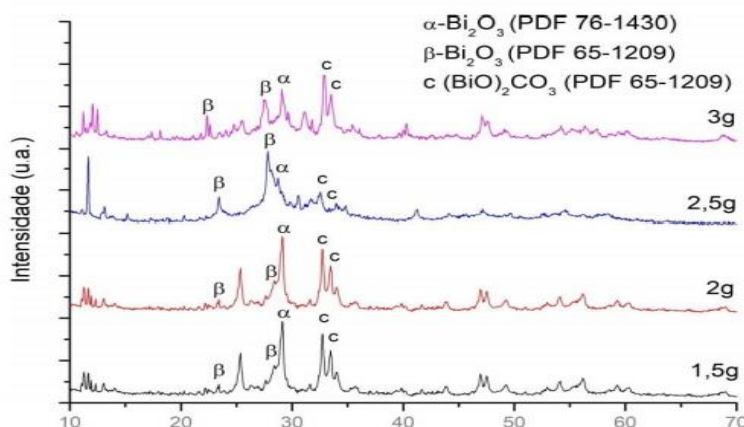


Figura 1- DRX das amostras de Bi_2O_3 com diferentes teores de combustível.

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

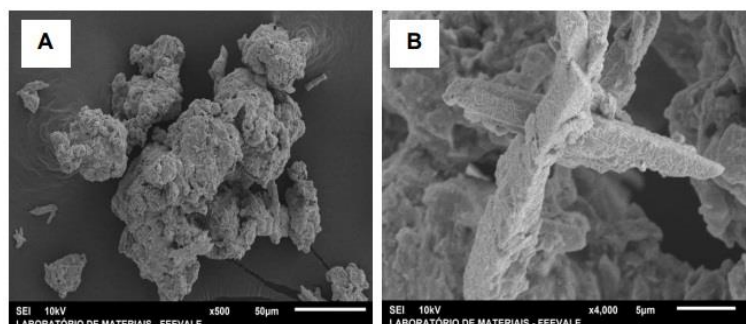


Figura 2 – MEV das amostras com diferentes teores de combustível; 1,5g (A) e 2g (B).

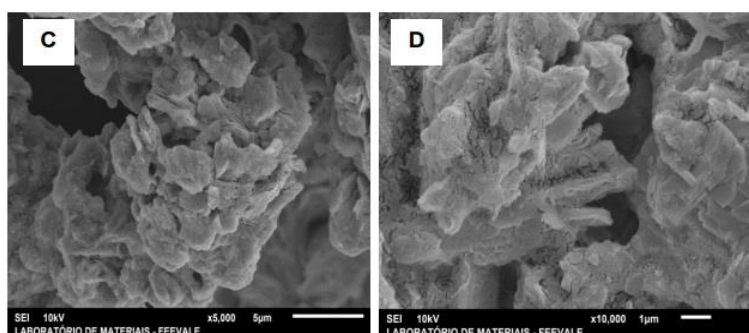


Figura 3 – MEV das amostras com teores de combustível de 2,5 g (C/D).

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 β - Bi_2O_3 , esta que se apresentou em maior quantidade nas análises de DRX.

Analisando 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 Al₂O₃ nanocristalina por combustão em solução**. Porto Alegre: UFRGS. Dissertação de mestrado – Programa de pós graduação de em Engenharia e Minas, Metalurgia e Materiais, 2004.