

OBTENÇÃO DE PÓS NANOESTRUTURADOS DE BIFEO₃ POR SÍNTESE POR COMBUSTÃO E A CARACTERIZAÇÃO DAS FASES CRISTALINAS

Emanoel Gomes do Espírito Santo¹, Thiago Fernandes Santos Malta², Felipe Fernandes de Oliveira¹

¹ Instituto Federal de Mato Grosso do Sul (IFMS), *campus* Corumbá-MS

emanoelgomes801@gmail.com, thiago23malta@gmail.com, felipe.oliveira@ifms.edu.br

Área/Subárea: Ciências Agrárias e Engenharias / Materiais e Metalúrgica

Tipo de Pesquisa: Científica

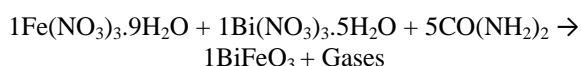
Palavras-chave: ferrita de bismuto, síntese por combustão, nanoestruturas.

Introdução

A ferrita de bismuto (BiFeO₃) é um material multiferróico que possui potencial para diversas aplicações devido à algumas características de sua estrutura, sua configuração cristalina do tipo perovskita (ABO₃) atribui ao óxido metálico capacidades catalíticas em diversos setores da indústria, tendo destaque na geração de energia limpa agindo como agente catalítico na obtenção de hidrogênio a partir da quebra da molécula da água (H₂O) [1] [3]. Por esse motivo o presente trabalho objetiva produção de nanopós de BiFeO₃, além de avaliar a influência na adição dos elementos níquel e cobalto em suas características via síntese por combustão em solução (SCS) [2].

Metodologia

O trabalho dividido em 2 etapas, para as quais a quantidade estequiométrica dos reagentes empregados foi estimada a partir dos cálculos da química dos propelentes, pelo balanço de valências das espécies presentes nos reagentes oxidantes e redutores (NOX).



Os reagentes foram pesados em uma balança de precisão e solubilizados em meio aquoso, em seguida a solução foi aquecida até a combustão. Esse procedimento é comum a ambas as etapas e para todos os ciclos de combustão. A partir desse ponto cada etapa do trabalho conduziu sua atenção à diferentes aspectos (Variação na concentração de Combustível e adição de Ni e Co).

Durante a primeira etapa, a massa dos reagentes foi calculada a partir da estequiometria, obtendo os seguintes resultados: 1Fe(NO₃)₃ · 9H₂O = 6,46g; 1Bi(NO₃)₃ · 5H₂O = 7,75g; 5CO(NH₂)₂ = 4,80g. Após o cálculo da quantidade de sais precursores necessários para essa etapa, foi decidido variar a massa de uréia nas proporções ½:1 ; 2:1 e 3:1, resultando nos seguintes valores: 5CO(NH₂)₂ pobre em 50% = 2,40g; 5CO(NH₂)₂ rico em 100% = 9,60g; 5CO(NH₂)₂ rico em 200% = 14,40g. Com as massas definidas, foi dada continuidade ao procedimento de combustão.

A segunda etapa utilizou a quantidade estequiométrica de sais precursores e CO(NH₂)₂ para obter um padrão de concentração da fase BiFeO₃. Os nitratos hexahidratados de cobalto e níquel foram escolhidos como dopantes a serem utilizados na pesquisa, os mesmos foram adicionados de forma separada, substituindo 10%, 30% e 50% da molaridade de nitrato de ferro definida para a síntese.

O tratamento térmico foi realizado a 550°C/1h com taxa de 10°C/min em forno mufla. A caracterização foi realizada utilizando o equipamento de DRX da marca Shimadzu modelo 6100, com varredura de 10° a 80° e passo de 0,02° com 5 segundos em cada passo.

Resultados e Análise

A Figura 1 mostra o DRX da amostra estequiométrica pura como-sintetizada (BFO_EST) e da amostra estequiométrica pura calcinada (BFO_EST_T), visando avaliar a formação de BiFeO₃ antes do tratamento térmico, buscando otimizar o processo. Porém, na Figura 1 é evidente a presença de diversas fases com baixa cristalinidade, provenientes dos compostos orgânicos presentes inicialmente nos reagentes. A calcinação a 550°C/1h com taxa de 10°C/min promoveu a cristalização da amostra, resultando em uma concentração de aproximadamente 79,2% de BiFeO₃ e 20,8% de Bi₂O₃.

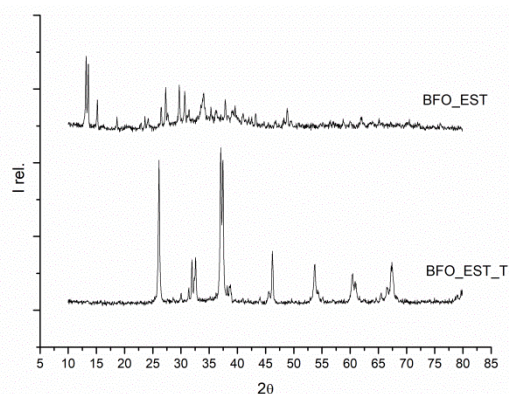


Figura 1. Comparação entre pó como-sintetizado e o pó tratado (Estequiométrico) a 550°C por 1h.

A Figura 2 apresenta o DRX com diferentes percentuais de BiFeO₃ e Bi₂O₃ obtidos no pó tratado. Na amostra

BFO_EST_T, houve um percentual de 79,2% de BiFeO_3 e 20,8% de Bi_2O_3 . A BFO_P50_T formou apenas 74,2% de BiFeO_3 e 25,8% de Bi_2O_3 . Com o dobro de combustível se obteve 84,2% de BiFeO_3 e 16,8% de Bi_2O_3 do combustível (BFO_R100_T). Por fim, para a amostra com 200% (BFO_R200_T) de combustível foi observado 90,9% de BiFeO_3 e 9,1% de Bi_2O_3 . Foi observado um aumento gradativo na concentração de BiFeO_3 quando ocorre maior adição de ureia.

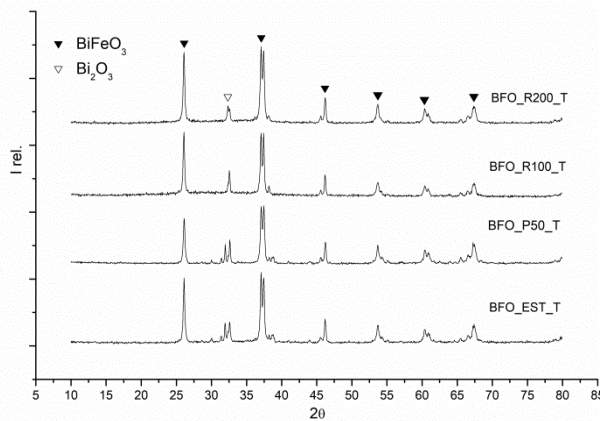


Figura 2. Comparação entre as amostras tratadas (EST, P50%, R100% e R200%).

A Figura 3 ilustra o comportamento das fases presentes em BFO_EST_T em função da adição de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ no processo de formação. A medida que o aumento da concentração de dopante gera a saturação de Co em BiFeO_3 , a formação de fases secundárias como o Bi_2O_3 e $\text{Bi}_{25}\text{CoO}_{40}$ é favorecida pelo excesso de nitrato de cobalto, enquanto a concentração de ferrita de bismuto dopada com Co decai.

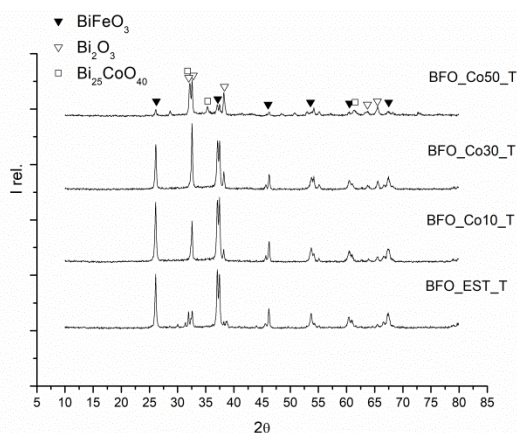


Figura 3. Comparação entre amostras acrescidas de nitrato de cobalto.

A Figura 4 ilustra o comportamento das fases presentes em BFO_EST_T em função da adição de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ no

processo de formação. Da mesma forma como visto anteriormente, a medida que o excesso de dopante gera saturação de Ni em BiFeO_3 , a formação de fases secundárias é favorecida e a concentração da fase principal (BiFeO_3) é reduzida.

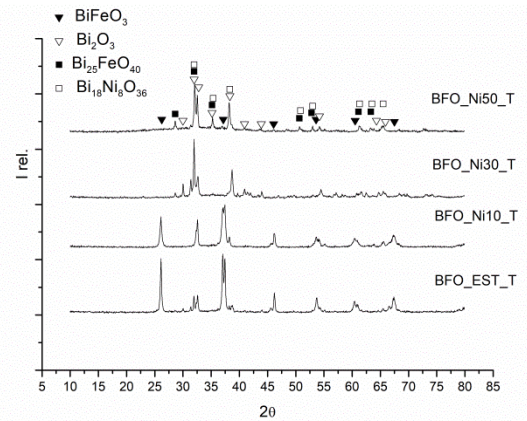


Figura 4. Comparação entre amostras acrescidas de nitrato de níquel.

Considerações Finais

Para a variação de combustível concluiu-se que: A formação de BiFeO_3 é diretamente proporcional a adição de combustível ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) promovendo um aumento gradativo de acordo com a concentração de ureia usada.

Para a adição de dopantes concluiu-se que: O grau de dopagem é inversamente proporcional a quantidade de dopante adicionado em ambos os casos, tanto para Co quanto para Ni, ha influência negativa na concentração de BiFeO_3 quando aplicados em elevadas quantidades.

Agradecimentos

Agradecemos ao IFMS, campus Corumbá, pela ajuda com toda estrutura necessária para a realização da pesquisa. Além disso, agradecemos ao CNPq pelo fomento ao desenvolvimento do trabalho.

Referências

- [1] ASEFI, N.; HASHEMINIASARI, M.; MASOUDPANAH, S. M. Solution Combustion Synthesis of BiFeO_3 Powders Using CTAB as Fuel. Journal of Electronic Materials, v.48, n.1, p. 409-415, 2019.
- [2] DA SILVA, M.C. et al. Síntese por reação de combustão e caracterização de nanoferritas Ni-Zn: estudo dos combustíveis anilina, ácido cítrico e sua mistura. Congresso Brasileiro de Cerâmica. v.56, p. 599-610, 2012.
- [3] DENG, J. et al. Bismuth iron oxide nanoparticles as photocatalyst for solar hydrogen generation from water. Journal of Fundamentals of Renewable Energy and Applications. v.1, 2011.