



XXII CONGRESSO
BRASILEIRO DE
ENGENHARIA QUÍMICA
23 a 26 de Setembro de 2018
Hotel Maracanã Plaza
São Paulo - SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO
SOBRE O ENSINO DE
ENGENHARIA QUÍMICA
27 a 28 de Setembro de 2018
USP
São Paulo - SP

ANÁLISE DA FORMAÇÃO DE FERRITAS DE NÍQUEL-ZINCO A PARTIR DO MÉTODO SOL-GEL PROTÉICO

RIBEIRO JJK², MUNIZ EP², DALVI FF², SANTOS PF¹, SANTOS RV³, OLIVEIRA RCS³.

¹Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Pós-Graduação em Química.

²Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Pós-Graduação em Energia.

³Instituto Federal do Espírito Santo – IFES *campus* Linhares

E-mail para contato: renatim@ifes.edu.br

RESUMO – *Este trabalho tem como objetivo avaliar a produção de ferritas mistas de níquel-zinco ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$) por um método alternativo de síntese, denominado de sol-gel protéico, utilizando como precursor a pectina extraída por hidrodestilação do albedo da laranja. A pectina, um polissacarídeo de cadeia longa foi utilizada como meio reacional para a produção da ferrita. Os produtos obtidos foram caracterizados por meio de técnicas de Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Difração de Raios-X (DRX). A fase obtida em maior porcentagem foi a de ferrita de Níquel-Zinco. As amostras apresentaram outras fases, compostas por NiO e ZnO. O tempo de calcinação não exerceu influência significativa na pureza das ferritas sintetizadas.*

1. INTRODUÇÃO

As ferritas de Níquel-Zinco ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$) despertam o interesse dos pesquisadores, pois apresentam propriedades singulares como a alta permeabilidade magnética, que permitem diversas aplicações tecnológicas na indústria eletrônica e de telecomunicações, sendo utilizadas para a fabricação de diversos dispositivos magnéticos (Brito, 2006; Tsutaoka, 2003).

Metodologias de síntese vêm sendo exploradas para a obtenção destes materiais, como a hidrotermal, coprecipitação, moagem, sol-gel e entre outros (Afkhami *et al.*, 2015). Em uma das vertentes da técnica sol-gel, encontra-se um procedimento experimental alternativo, que utiliza como precursor o albedo da laranja, denominada de sol-gel protéico, como desenvolvido por Proveti *et al.* (2015) para síntese da ferrita de cobalto (CoFe_2O_4).

Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a produção da ferrita de Níquel-Zinco ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$) pelo método sol-gel protéico, utilizando como precursor a pectina proveniente da extração por hidrodestilação do albedo da laranja, bem como caracterizar estruturalmente as amostras por meio da Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier e Difração de Raios-X.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados foram o albedo da laranja-pera, nitrato de níquel hexahidratado ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), nitrato de Zinco hexahidratado ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), nitrato de ferro III nonahidratado ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) e água destilada. Para extração da pectina por hidrodestilação, foram dispostos 80 g de albedo e 500 ml de água destilada em um béquer. Com o auxílio de uma chapa de aquecimento com agitação magnética, essa solução foi agitada e aquecida a uma temperatura de 353 K por 30 minutos. Após este procedimento a solução foi filtrada, e armazenada em um béquer. O béquer contendo a solução foi transferido para uma estufa convencional a 393 K, por 24 h. Por fim, a pectina seca obtida foi solubilizada em água destilada com concentração de 3,58 g/L. Então, os nitratos de ferro, zinco e níquel juntamente com 50 ml dessa solução foram encaminhados em forno convencional a 373 K por 24 h. Os cálculos estequiométricos foram realizados para produção de 6 g de $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$.

Após esse processo, foi obtido o precursor, e este material submetido ao tratamento térmico a 1073 K por 1, 2, 3 e 4 h. As amostras produzidas foram caracterizadas por meio da DRX com o ajuste dos dados pelo refinamento de Rietveld através do *software freeware* MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*) (Lutterotti *et al.*, 2010) e por FTIR.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Difração de Raios-X

Os dados experimentais obtidos pela técnica de difração de Raios-X foram ajustadas no *software MAUD* (Lutterotti *et al.*, 2010), utilizando a base de dados - ICDS (*Inorganic Crystal Structure Database*) - para as fases de NiO (ICDS = 61324), ZnO (ICDS= 26170) e $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (COD ID= 9009920). O ajuste do difratograma de Raios-X da amostra de 1h de calcinação está apresentado na Figura 1-(a) e o de todos os difratogramas na Figura 1-(b).

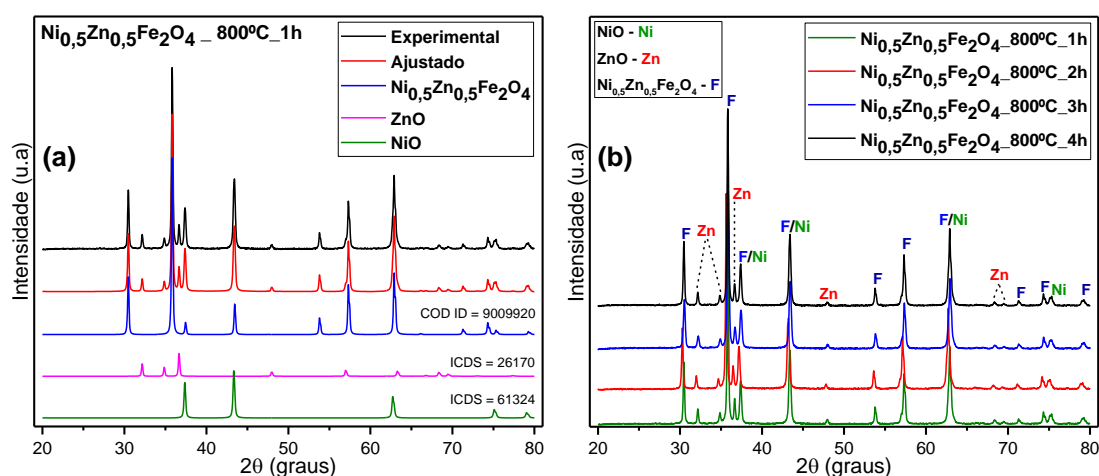


Figura 1 – Difratogramas de Raios-X das ferritas de níquel-zinco: (a) amostra sintetizada por 1 h e suas fases e (b) amostras sintetizadas em tempos de 1, 2, 3 e 4 h.

Com este conjunto de dados, observou-se que as amostras são compostas por três fases:

ferrita mista de níquel-zinco, óxido de níquel e óxido de zinco, e suas porcentagens foram obtidas por meio do ajuste no *software* MAUD, como ilustrado na Tabela 1. Constata-se que o tamanho do grão cristalino sofreu alteração a partir de 2 h, apresentando redução e estabilização nos tempos de calcinação de 3 e 4 h. A fase em maior quantidade de massa, para todas as amostras produzidas, é a ferrita de níquel-zinco. À medida que aumenta o tempo de calcinação ocorre aumento da porcentagem de fase das ferritas a qual varia de 74 a 77%. O óxido de níquel está presente em maior quantidade que o óxido de zinco para todas as amostras. O tempo de calcinação, para o intervalo explorado, não influenciou de forma significativa na formação da ferrita.

Tabela 1 – Propriedades químicas e estruturais das ferritas de níquel-zinco obtidas por meio do *software* MAUD através do refinamento Rietveld.

Amostras	(% $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$)	(% NiO)	(% ZnO)	T _G (nm)
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -1h	74	18	8	141,63
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -2h	75	18	7	142,40
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -3h	76	17	7	132,50
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -4h	77	16	7	134,86

3.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A deconvolução do espectro de Infravermelho da amostra de ferrita calcinada por 1h está ilustrada na Figura 2-a. Já na Figura 2-b, estão ilustrados os demais espectros no Infravermelho das amostras calcinadas de 1 h a 4 h. A banda de baixa frequência (ν_1), por volta de 398 cm^{-1} , está relacionada ao sítio octaédrico, enquanto a banda de maior frequência (ν_2), por volta de 575 cm^{-1} , refere-se ao sítio tetraédrico, as duas bandas dentro da faixa esperada para essa ferrita de acordo com Kurian *et al.*, (2013). A banda de absorção em 469 cm^{-1} consiste da sobreposição dos picos referentes às fases ZnO e NiO comumente localizadas entre 450 e 470 cm^{-1} respectivamente (Barick *et al.*, 2010; Allahyar *et al.*, 2017). Estes resultados confirmam a formação das fases discutidas, já evidenciada pela Difração de Raios-X.

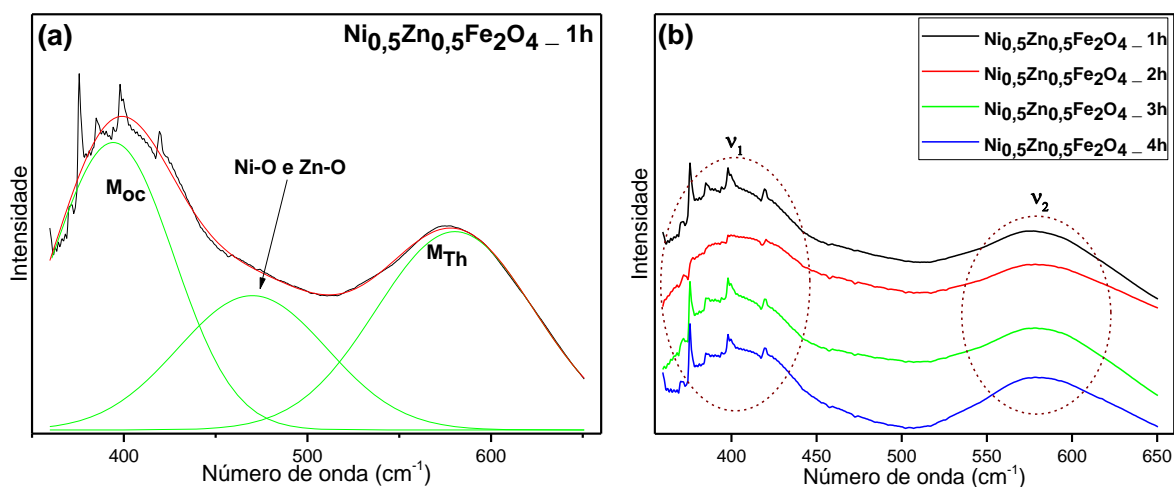


Figura 2 – Espectros de Infravermelho das ferritas de níquel-zinco: (a) deconvolução da amostra sintetizada por 1 h e (b) amostras sintetizadas em tempos de 1, 2, 3 e 4 h.



XXII CONGRESSO
BRASILEIRO DE
ENGENHARIA QUÍMICA
23 a 26 de Setembro de 2018
Hotel Marquês Plaza
São Paulo - SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO
SOBRE O ENSINO DE
ENGENHARIA QUÍMICA
27 a 28 de Setembro de 2018
USP
São Paulo - SP

4. CONCLUSÃO

A partir da análise dos resultados obtidos, conclui-se que por meio da síntese pelo método sol-gel protéico, houve a formação em predominância do composto desejado, e foi possível ainda, identificar outras duas fases no material, os óxidos de níquel e zinco, o que caracteriza uma reação incompleta do material. Ainda, foi acompanhada a variação do tamanho de grão cristalino para as ferritas mistas de níquel-zinco em relação ao tempo de calcinação, observando a diminuição e posterior estabilização deste parâmetro a partir de 2 h de tratamento.

5. REFERÊNCIAS

AFKHAMI A, SAYARI S, MOOSAVI R, MADRAKIAN T, Magnetic nickel zinc ferrite nanocomposite as an efficient adsorbent for the removal of organic dyes from aqueous solutions. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 21, p. 920–924, 2015.

ALLAHYAR S, TAHERI M, ABHARYA A, MOHAMMADI K, Simple new synthesis of nickel oxide (NiO) in water using microwave irradiation. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v. 28, n. 3, p. 2846–2851, 2017.

BARICK KC, NIGAM S, BAHADUR D. Nanoscale assembly of mesoporous ZnO: a potential drug carrier. *Journal of Materials Chemistry*, v. 20, n. 31, p. 6446–6452, 2010.

BRITO VLO. Ferritas Ni-Zn: breve revisão sobre o processo convencional de fabricação e as propriedades permeabilidade magnética e constante dielétrica. *Cerâmica*, v. 52, n. 324, p. 221–231, 2006.

KURIAN M, NAIR DS. Effect of preparation conditions on Nickel Zinc ferrite nanoparticles: A comparison between sol-gel auto combustion and co-precipitation methods. *Journal of Saudi Chemical Society*, v. 20, p. 517–522. 2013.

LUTTEROTTI L, WENK HR, MATTHIES S. Maud: Material Analysis Using Diffraction. Versão 2.33. 2010. Método RITA/RISTA.

PROVETI JRC, PORTO PSS, MUNIZ EP, PEREIRA RD, ARAUJO DR, SILVEIRA MB. Sol-gel proteic method using orange albedo pectin for obtaining cobalt ferrite particles. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, v. 75, n. 1, p. 31–37, 2015.

TSUTAOKA T. Frequency dispersion of complex permeability in Mn-Zn and Ni-Zn spinel ferrites and their composite materials. *Journal of Applied Physics*, v. 93, n. 5, p. 2789–2796, 2003.