

Produção de microesferas de ferrita por gelificação interna

Diego Santiago Matos e Luis Antonio Genova
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

INTRODUÇÃO

As ferritas são uma classe de materiais de fórmula molecular MFe_2O_4 , em que M representa um cátion de um metal bivalente, tal como: cobre, zinco, cobalto, níquel, entre outros. São considerados óxidos mistos com uma composição molar de 70% de óxido de ferro e 30% de um óxido de um cátion bivalente [1]. As ferritas possuem propriedades magnéticas e estabilidade química e térmica, com propriedades para serem utilizadas como adsorventes de metais pesados [2], no tratamento de câncer por hipertermia [3], como absorvedores de microondas ou como blindagem contra interferência eletromagnética [4], na fotocatalise excitada pela luz visível [5,6], entre outras aplicações. Estes óxidos são considerados materiais cerâmicos magnéticos e possuem normalmente estrutura cristalina do tipo espinélio, podendo ainda conter estruturas do tipo granada, hexaferritas, dentre outras [7]

OBJETIVO

Produzir por meio do processo de gelificação interna, microesferas de ferrita dopada com Ni e Zn, avaliando-se o efeito de diferentes parâmetros para a obtenção de microesferas isentas de trincas.

METODOLOGIA

Utilizamos como base a composição $Ni_{0,2}Zn_{0,5}Fe_2O_4$. Através de diferentes testes, variando a relação entre os reagentes, estão sendo avaliadas composições, sendo apresentados a seguir os resultados referentes à mistura apresentada na Tabela 1.

TABELA 1 – Composição dos reagentes para a produção de microesferas de ferrita.

Reagentes	Quantidade (g)
$Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	16,99
$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	3,13
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	2,50
Ureia	2,39
HMTA	5,59
Água	2,00

Feita a solução, são misturadas a frio (3 a 5°C) de forma a inibir a gelificação, que deverá ocorrer somente quando a mistura for gotejada em coluna contendo óleo aquecido. Foi utilizado óleo de silicone, aquecido a 90°C, mas sabe-se que a gelificação pode ocorrer acima de 70 °C. As microesferas gelificadas foram mantidas por 1 h no óleo aquecido para que completasse toda a reação.

Após o término, as microesferas foram calcinadas a diferentes temperaturas (700 e 900 °C / 1h), e caracterizadas quanto às fases cristalinas presentes por difração de raios X, a superfície específica e a morfologia e tamanho por microscopia eletrônica de varredura.

Por fim foram realizados diversos experimentos durante a etapa de lavagem das microesferas, buscando-se extrair nesta etapa, o máximo da fase orgânica, com a consequente redução da massa a ser retirada durante a calcinação, por meio da utilização da autoclave de esterilização. Após a lavagem as microesferas foram secas ao ar por 24 horas, seguida de secagem em estufa a 110 °C, também por 24 h, e calcinação.

RESULTADOS

As microesferas secas e calcinadas a 700 °C podem ser avaliadas pelas figuras 1 e 2, podendo-se observar que após a calcinação ocorreu elevado índice de trincamento das mesmas. Supõe-se que os tratamentos de lavagem antes da secagem não tenham sido eficientes o suficiente para extrair a fase orgânica das microesferas, o que fez com que esta fase fosse retirada com o tratamento térmico, provocando a formação das trincas. Assim, esse tema deverá ser melhor explorado. Na figura 3 observa-se o difratograma de raios-X, podendo-se observar a formação da fase ferrita.



Figura 1 – microesferas de ferrita após a etapa de lavagem.

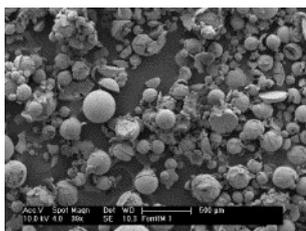


Figura 2 – Micrografias das microesferas após calcinação a 700 °C, observando-se a elevada formação de trincas.

CONCLUSÕES

O método da gelificação interna se mostrou eficiente para a produção de microesferas de ferrita. Os tratamentos de lavagem e térmico empregados ainda não proporcionaram a eliminação das trincas, e por isso deverão ser realizados estudos e experimentos com

novas composições e novos tratamentos, baseando-se em ensaios de análise térmica (ATG e ATD), e de adsorção/dessorção para avaliar a estrutura de poros e a superfície específica destas microesferas.

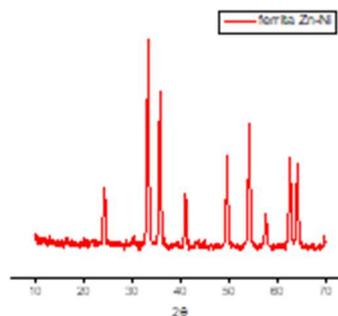


Figura 3 – Difração de raios X das microesferas de ferrita

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Hajalilou, A.; Mazlan, S. A.; Appl. Phys. A 680 2016 1-15.
- [2] Liu, F.; Zhou, K.; Chen, Q.; Wang, A.; Chen, W.; Adsorption Science & Technology 36(7–8) 2018 1456–1469
- [3] Miyazaki, T.; Miyaoka, A.; Ishida, E.; Li, Z.; Kawashita, M.; Hiraoka, M.; Materials Science and Engineering C 32 2012 692–696
- [4] Harris, V. G.; IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, 48(3) 2012 1075-1104
- [5] Casbeer, E.; Sharma, V. K.; Li, X-Z; Separation and Purification Technology 87 2012 1–14
- [6] Liu, Y.; Hsu, J.; Fu, Y.; Tsai, K.; International Journal of Hydrogen Energy 41 2016 15696-15702
- [7] Pullar, R. C.; Progress in Materials Science 57 2012 1191–1334

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq, CNEN