

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ UTILIZANDO O MÉTODO DE COMBUSTÃO*

Camila Oliveira Baptista¹

Danúbia Bordim de Carvalho²

Letícia dos Santos Aguilera³

Flávio James Humberto Tommasini Vieira⁴

José Brant de Campos⁵

Claudio Luiz de Oliveira⁶

Ronaldo Sérgio De Biasi⁷

André Ben-Hur da Silva Figueiredo⁸

Resumo

Nanopartículas de hexaferrita de bário ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) foram produzidas por combustão utilizando razão glicina/nitrato (GN) 1,0, 1,5 e 2,0. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX) e foi identificada duas fases, uma monoclinica ($\text{BaFeO}_{2,5}$) e outra hexagonal ($\text{BaFeO}_{2,07}$). Também, foi verificado que o aumento da taxa de combustível GN aumenta a cristalinidade na hexaferrita de bário, possivelmente devido ao aumento no tamanho das partículas. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou aglomerados de partículas constituintes do produto da combustão.

Palavras-chave: Nanopartículas; Combustão; Hexaferrita de bário.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ NANOPARTICLES USING THE COMBUSTION METHOD

Abstract

Barium hexaferrite nanoparticles ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) were produced by combustion using glycine/nitrate ratio (GN) 1,0, 1,5 e 2,0. The samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) and two phases were identified, one monoclinic ($\text{BaFeO}_{2,5}$) and another hexagonal ($\text{BaFeO}_{2,07}$). Also, it has been found that increasing the NG fuel rate increases the crystallinity in barium hexaferrite, possibly due to the increase in particle size. Scanning electron microscopy (SEM) revealed agglomerates of particles that constituted the product of combustion.

Keywords: Nanoparticles; Combustion; Barium hexaferrite.

¹ Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestra em Engenharia Nuclear, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Bacharel em Engenharia Química, Mestra em Ciência dos Materiais, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Bacharel em Engenharia de Petróleo, Mestra em Ciência dos Materiais, Doutora em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Graduado em Desenho Industrial Projeto de Produto, Mestre em Ciência de Polímeros, Doutor em Ciência de Polímeros, Pós-Doutor em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestre em Engenharia Metalúrgica, Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁶ Bacharel em Engenharia Mecânica e de Automóveis, Mestre em Ciências em Engenharia Nuclear, Ph.D em Engenharia Nuclear, Professor/Pesquisador da Seção de Engenharia Nuclear, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁷ Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestre em Engenharia Elétrica, Ph.D. em Engenharia Elétrica, Professor Emérito Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁸ Bacharel em Física, Mestre em Engenharia Nuclear, Doutor em Ciência dos Materiais, Professor, Curso Básico e Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, com o desenvolvimento cada vez maior da indústria e das pesquisas, a cerâmica é aplicada na área nuclear, óptica, química, eletroeletrônica, termomecânica e magnética.

Partículas cerâmicas magnéticas com dimensões nanométricas não têm o mesmo comportamento que partículas do mesmo material com dimensões maiores, sendo assim, uma vez estendidas suas propriedades, essas partículas podem ser utilizadas para a melhoria de materiais ou até para a obtenção de novos materiais. Estava aberto assim, um campo de pesquisa visando entender as propriedades das nanopartículas magnéticas, especialmente nanopartículas de um grupo de óxidos metálicos denominados ferritas.

Os primeiros produtos comerciais de ferritas foram desenvolvidos a partir de 1945 por Kato e Takesi [1], desde então, o enfoque do desenvolvimento deste material tem sido para a fabricação de componentes menores e de grande confiabilidade [2]. A hexaferrita de bário do tipo $BaFe_{12}O_{19}$, tem sido amplamente aplicada para ímãs permanentes, mídia de gravação magnética e absorvedores de micro-ondas, devido à sua alta estabilidade, excelente resposta de alta frequência, anisotropia magnetocristalina e grande magnetização [3].

Várias técnicas de preparação como sol-gel/combustão e coprecipitação, podem ser usadas para preparar nanopartículas de ferrita [4,5].

O método de combustão tem sido empregado com sucesso na síntese de supercondutores de alta temperatura crítica, alguns tipos de perovskitas e algumas ferritas [6-8]. O método foi proposto na literatura para a síntese de nanomateriais, por ser mais simples, rápido e econômico que os métodos tradicionais [9,10,11].

Neste trabalho, as nanopartículas de $BaFe_{12}O_{19}$ foram sintetizadas pelo processo de combustão e caracterizadas por difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

2 DESENVOLVIMENTO

A síntese por reação de combustão para preparação do pó de $BaFe_{12}O_{19}$, envolveu uma mistura contendo íons metálicos, como reagentes oxidantes (Nitratos) de $Ba(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ e de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ com 98% de pureza, da marca Aldrich, e um combustível (Glicina) $C_2H_5NO_2$, com 98,5% de pureza, da marca Aldrich, onde foram dissolvidos em água deionizada para obter solução precursora. A água excedente foi evaporada e em seguida foi feita a ignição, gerando uma combustão homogênea em todo o material.

A temperatura de combustão foi controlada ajustando a razão entre a quantidade de glicina e a quantidade de nitrato (GN) em 1,0; 1,5 e 2,0.

Os difratogramas de DRX das amostras foram obtidos em um difratômetro de raios X Expert Pro Panalytical com radiação $Cu-K\alpha$ (1,5418Å) que opera com tubo alvo de cobre a uma voltagem de 40kV e 45mA de corrente, do Setor de Cristalografia e Raios X do Departamento de Física Aplicada do CBPF.

A micrografia da amostra do pó de $BaFe_{12}O_{19}$ foi obtida no Laboratório de Microscopia Eletrônica da Seção de Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, em um microscópio eletrônico de varredura da marca FEI company, modelo QUANTA FEG 250.

2.1 Resultados e Discussões

Os difratogramas das amostras de $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, mostrados na Figura 1, passaram por um processo inicial de identificação utilizando o programa X'Pert HighScore Plus, onde observa-se as linhas típicas da estrutura de ferritas, como em Yan et al. [6], Vaidyanathan et al. [12], Tronc et al. [13] e Kavas et al. [14]. A determinação quantitativa de fases pelo Método de Rietveld [15] foram feitas usando o programa TOPAS Academic, versão 4.1, que inclui cálculos de Parâmetros Fundamentais (PF) [15] para a determinação das fases. É possível que essas fases sejam indicativas das seguintes fases: $\text{BaFeO}_{2,5}$ (Monoclínica) e $\text{BaFeO}_{2,07}$ (Hexagonal), o qual foi comprovado pelo método de Rietveld usando as fichas: ICSD 238015 e ICSD 93751. Para estes cálculos, o parâmetro de rede, o tamanho cristalito e a escala foram ajustados onde o valor do primeiro parâmetro indicou a porcentagem da fase de peso.

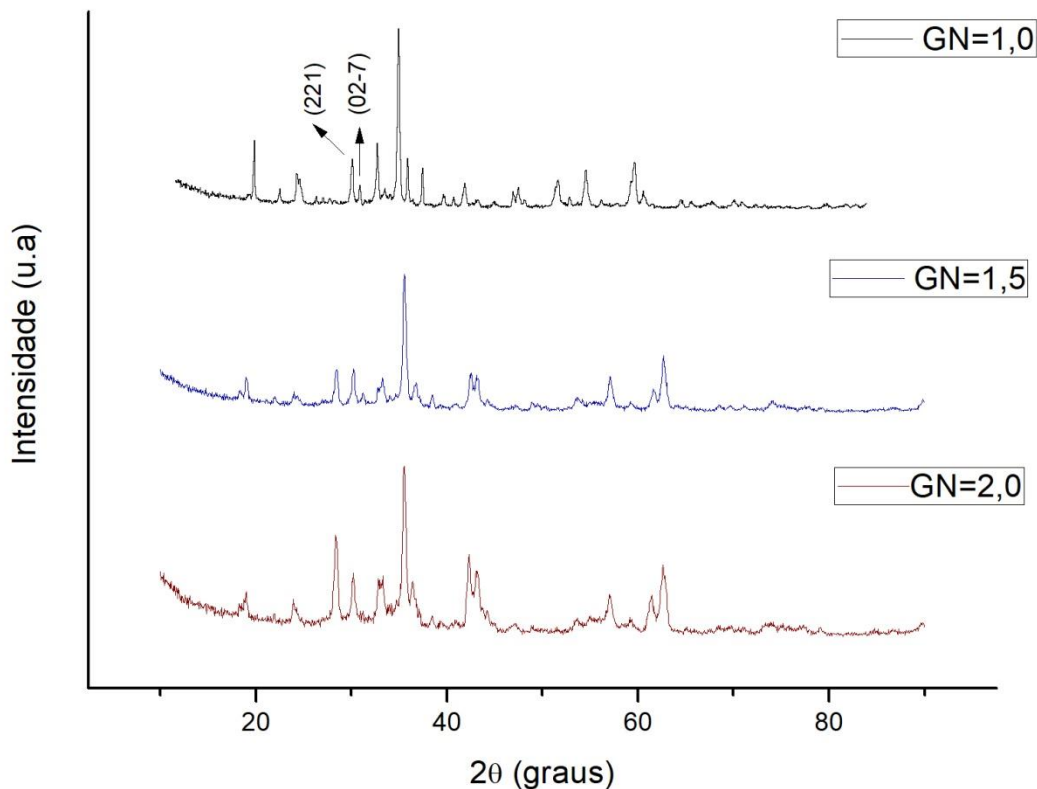


Figura 1. Difratogramas de raios X da amostra $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ com razão GN em 1,0; 1,5 e 2,0.

Na microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, mostrados na Figura 2, observa-se a morfologia do pó obtido pelo método de combustão.

Nas micrografias das amostras de GN em 1,0; 1,5 e 2,0 verificou-se a formação de aglomerados de nanopartículas, construindo uma espuma porosa e não densa, característica do produto da combustão.

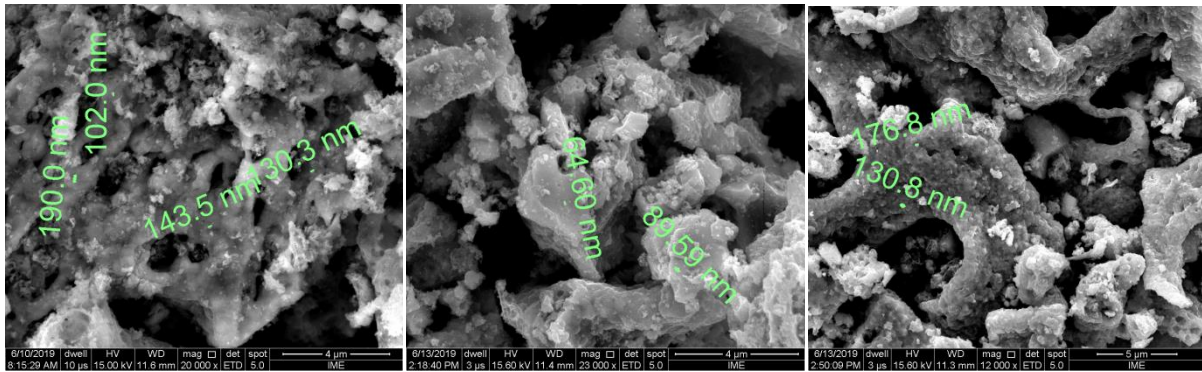


Figura 2. Micrografia obtida por MEV mostrando a morfologia do pó obtido por reação de combustão das amostras GN 1,0; 1,5 e 2,0.

3 CONCLUSÃO

O método de combustão é promissor para obtenção da hexaferrita de bário, na forma de pó nanométrico e cristalino, onde é possível serem duas estequiometrias distintas. O aumento da taxa de combustível GN aumenta a cristalinidade na hexaferrita de bário, devido ao aumento no tamanho das partículas. Os dois picos são indicativos da presença das ferritas e o processo está sendo otimizado.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ, à CAPES e ao CNPQ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 KATO, Y.; TAKESI, T. Japan Patent, 98844, 1932, In: T, Ohiai, Current Status os Soft Ferrite in Japan. Journal Physical IV, France, 1997, C1-27.
- 2 GAMA, A. M.; LANGDRAF, F. J. G.; GOUVÊA, D.; RODRIGUES, D.; JANAS, I. S. R., "Efeito das condições de sinterização na microestrutura e nas propriedades magnéticas das ferritas Mn-Zn", 57º Congresso Anual da ABM- Internacional, 2002, p. 832-841.
- 3 JUNIOR, E. S. G.; JUNIOR G. G. G. e OGASAWARA T., "Síntese e caracterização de hexaferrita de bário tipo M pó inter-dispersão ultrassônica de precipitação química", 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais-CBECiMat, 2010, Campos do Jordão, SP, p. 1245-1253.
- 4 CARP, O.; PATRON, L.; RELLER, A., "Coordination containing urea as precursors for oxides – a new route of obtaining nanosized CoFe_2O_4 ", Mater. Chem. Phys., 2007, v. (101), p. 142.
- 5 ZHANG, S.; DONG, D.; SUI, Y.; LIU, Z.; WANG, H.; QIAN, Z.; SU, W., "Preparation of Shell particles consisting of cobalt ferrite and sílica by sol-gel process", J. Alloys Comp., 2006, v. (111), p.257.
- 6 YAN, C. -H.; XU, Z. -G; CHENG, F. -X; WANG, Z. -M; SUN, L. -D; LIAO, C. -S.; JIA, J. -T., "Nanophased CoFe_2O_4 prepared by combustion method", Solid State Commun., 1999, v. (111), p. 287.
- 7 DE BAISI, R. S.; FIGEUREDO, A. B. S.; FERNANDES, A. A. R. e LARICA, C., "Synthesis of cobalt ferrite nanoparticles using combustion waves", Solid State Commun., 2007, v. (144), p. 15.
- 8 NAGABHUSHANA, B. M.; CHAKRADHAR, R. P. S.; RAMESH, K. P.; SHIVAKUMARA, C.; CHANDRAPPA, G. T., "Combustion synthesis, characterization and metal-insulator transition studies of nanocrystalline $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($0.0 \leq x \leq 0.5$)", Mater. Chem. Phys., 2006, v. (102), p.47.

- 9 KIMINAMI, R. H. G. A.; FOLZ, D. C.; CLARCK, D. E., "Microwave synthesis of alumina powders", Am. Ceram. Soc. Bull., 2000, v. (79), n. 3, p. 63-67.
- 10 MIMANI, T.; PATIL, K. C., "Solution combustion synthesis of nanoscale oxides and their composites", Mater. Phys. Mech, 2001, v. (4), p. 134-137.
- 11 CARVALHO, D. G.; FIGUEIREDO, A. B. S., "Síntese e caracterização de nanopartículas de NiFe_2O_4 utilizando o método de sol-gel/combustão e combustão homogênea", Revista Matéria, 2013, v. (18), n. 2, p. 1323-1328.
- 12 VAIDYANATHAN, G.; SENDHILNATHAN, S., "Characterization of $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles synthesized by co-precipitation method", J. Magn. Mater., 2008, v. (403), p. 2157.
- 13 TRONC, E.; EZZIR, A.; CHERKAOUI, R.; CHANÉAC, C.; NOGUÈS, M.; KACHKACHI, H.; FIORANI, D.; TESTA, A. M.; GRENÈCHE; JOLIVET, J. P., "Surface-related properties of $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles", J. Magn. Mater, 2000, v. (221), p. 63-79.
- 14 KAVAS, H.; KASAPOGLU, N.; BAYKAL, A.; KÖSEOGLU, Y., "Characterization of NiFe_2O_4 nanoparticles synthesized by various methods", Chemical Papers, 2009, v. (62), p. 450-455.
- 15 CHEARY, R. W. and COLEHO A., Journal of Applied Crystallography 25, 1992, p.109-121.