

EFEITO DO TIPO DE RECIENTE NA SÍNTESE POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO DO $ZnAl_2O_4$

D. A. R. Silva¹; L. R. C. Cavalcanti¹; A. L. S. Moura¹; M. L. Rocha¹; O. L. A. Neto¹; I. C. Cabral¹; K. M. S. Viana²; A. C. F. M. Costa³

¹Estudantes da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Bacharelado em Ciências e Tecnologia - RN, 59072-970

²Professora da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Escola de Ciências e Tecnologia - RN, 59072-970

³Professora da Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais - PB, 59072-970

Escola de Ciências e Tecnologia/UFRN, Campus Universitário s/n, Lagoa Nova, Natal-Rn, CEP: 59078-970 (kalineviana@ect.ufrn.br)

RESUMO

No presente trabalho realizou-se um estudo sobre a influência do recipiente na síntese por reação de combustão do $ZnAl_2O_4$. Os produtos obtidos da combustão, para os dois procedimentos de síntese, foram desaglomerados em um almofariz e peneirado em peneira 325 mesh (44 μ m). Os pós resultantes dos dois tipos de síntese foram caracterizados por: difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura. Por meio da análise de DRX observou-se a formação da fase principal do espinélio aluminato de zinco (Z) monofásico na forma do mineral guanina nos dois procedimentos de síntese. Por meio da análise de MEV observou-se que no procedimento que utilizou o cadinho metálico o aluminato de zinco apresentou-se na forma de aglomerados menores. Portanto, o recipiente utilizado na síntese de combustão influencia a microestrutura do material sintetizado.

Palavras-chave: aluminato de zinco, reação de combustão, síntese.

INTRODUÇÃO

Os óxidos metálicos mistos do tipo espinélio são uma importante classe de materiais catalíticos mundialmente investigados em diferentes campos de aplicações. Desta forma, grande interesse tem sido focado em materiais com estrutura do tipo espinélio tais como aluminatos de magnésio, níquel, cálcio e zinco. Eles são interessantes como catalisadores bem como transportadores para metais nobres substituindo alguns sistemas convencionais⁽¹⁾.

O aluminato de zinco é um óxido com estrutura do tipo espinélio normal AB_2O_4 , que consiste de um arranjo de empacotamento fechado CFC de átomos de oxigênio com grupo espacial de simetria $Fd3m$, apresentando sítios

cristalográficos não equivalentes tetraédricos *A* e octaédricos *B*, onde *A* e *B* são os sítios de rede ocupados pelos íons bivalentes e trivalentes, respectivamente⁽²⁾. Estes pós encontram aplicações na cerâmica industrial devido a elevada performance e requinte. O aluminato de zinco é muito utilizado como catalisador, suporte catalítico e camadas ópticas. Esse material também é interessante como suporte de catalisadores bi-metálicos Pt-Sn usados na dehidrogenação de alcanos e isomerização de ciclohexanos. É também ativo na síntese do metanol e na seletiva redução do NO_x, especialmente com adição de cobre. Desta forma, o aluminato de zinco passa a ser um importante promissor a suporte catalítico também nas reações de produção de biodiesel⁽¹⁾.

Diversos métodos de síntese têm sido utilizados para a obtenção de pós com partículas nanométricas de aluminato de zinco, dentre os quais podemos citar a síntese hidrotérmica, coprecipitação e sol-gel. Entre os métodos químicos, a síntese por reação de combustão destaca-se como uma técnica promissora⁽³⁾.

O método de combustão é auto-sustentável, após o início da reação e atinge altas temperaturas, que garantem a cristalização e formação de pós em curto período de tempo, com liberação de grande quantidade de gases, o que tende a minimizar o estado de aglomeração das partículas que se formam. Os gases quebram grandes aglomerados e criam poros entre as partículas. De fato, os aglomerados são desintegrados à medida que é elevada a geração de gases e mais calor é liberado do sistema, dificultando o crescimento das partículas. Sendo assim considerado simples, o método de combustão não envolve muitas etapas e produz pós com elevado grau de pureza, homogeneidade química e quase sempre em escala nanométrica⁽³⁻⁵⁾.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os reagentes que foram utilizados na realização deste trabalho estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 – Reagentes utilizados na síntese por combustão do $ZnAl_2O_4$.

Reagente	Fórmula Química	Peso Molecular (g/mol)	Pureza
Nitrato de alumínio	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	375,14	99,0%
Nitrato de zinco	$[Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O]$	297,48	99,0%
Uréia	$[CO(NH_2)_2]$	60,06	99,0%

Os pós do aluminato de zinco foram obtidos pela síntese por reação de combustão. Todas as reações de combustão foram realizadas em dois tipos de cadinho: cerâmico (procedimento I) e metálico (procedimento II) como recipiente com capacidade de 200 mL. Os reagentes correspondentes à composição desejada ($ZnAl_2O_4$) foram colocados no cadinho, formando uma mistura redutora, onde os agentes oxidantes, que são a fonte de cátions (Al^{3+} , Zn^{2+}), foram os nitratos de alumínio e zinco. Como agente redutor foi utilizada a uréia.

A proporção de cada reagente na mistura obedeceu aos conceitos da química dos propelentes e foram calculadas de acordo com as valências dos elementos reativos, de modo a favorecer a relação oxidante/combustível = 1 ⁽⁶⁾.

O cadinho contendo todos os reagentes foi colocado sobre uma resistência em forma de espiral (temperatura máxima em torno de 600°C), onde se formou uma solução devido à desidratação dos nitratos e do combustível. Com o aquecimento ocorreu um aumento da viscosidade, formando bolhas e dando início à volatilização de gases e posteriormente a ignição, seguida da combustão. Os pós obtidos da combustão foram desaglomerados em um almofariz e peneirado em peneira 325 mesh (44µm) e encaminhados para a caracterização por: difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os difratogramas de raios-X do $ZnAl_2O_4$ obtido por reação de combustão.

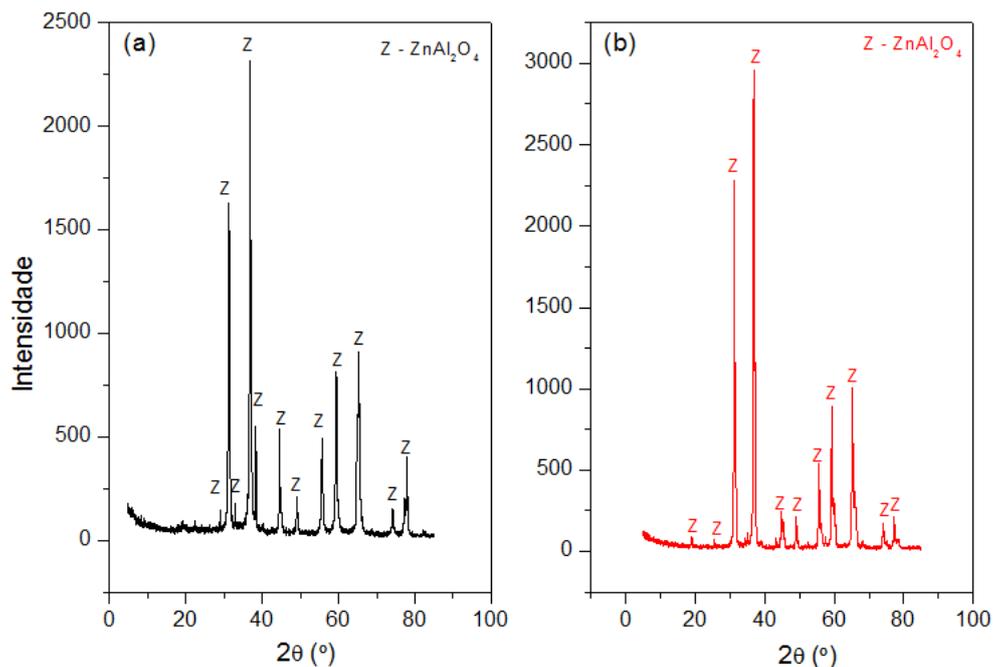


Figura 1: Difratogramas de raios-X das amostras de aluminato de zinco sintetizadas por reação de combustão. (a) procedimento I e (b) procedimento II.

Por meio dos difratogramas, observa-se a formação direta da fase cristalina cúbica espinélio $ZnAl_2O_4$ (ficha padrão JCPDS 05-0669) como fase única na forma do mineral guanina nos dois procedimentos de reação.

A Figura 2 mostra os difratogramas de raios-X do $ZnAl_2O_4$ obtido por reação de combustão pelo procedimento I.

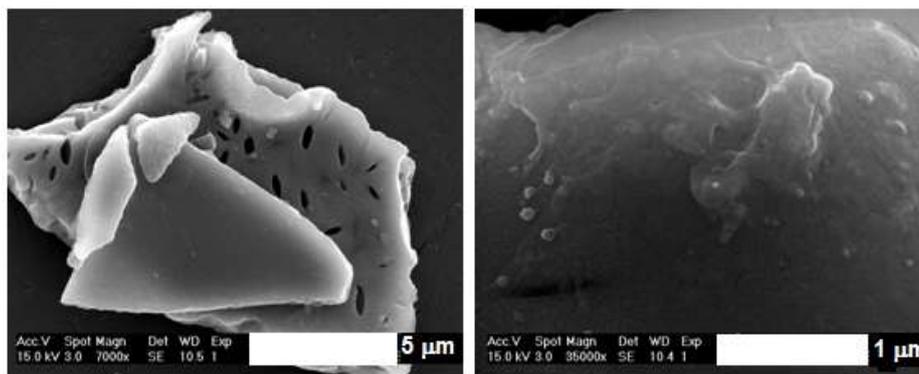


Figura 2: microscopia eletrônica de varredura das amostras de aluminato de zinco sintetizadas por reação de combustão pelo procedimento I em dois aumentos diferentes.

Por meio da análise das micrografias contidas na Figura 2 podemos observar que o aluminato de zinco obtido pelo procedimento I é constituído por

aglomerados moles (poroso) com tamanho médio de 10 μm , de formato irregular na forma de placas e com uma distribuição heterogênea de tamanhos, com partículas em torno de 1,3 μm .

A Figura 3 mostra os difratogramas de raios-X do ZnAl_2O_4 obtido por reação de combustão pelo procedimento II.

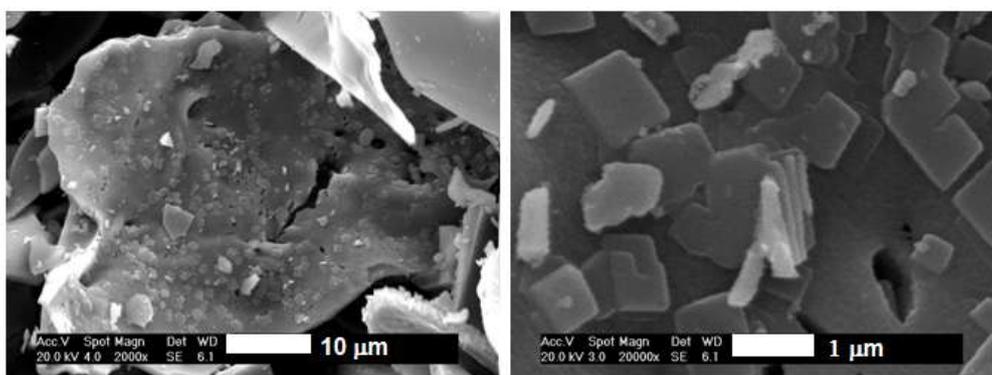


Figura 3: microscopia eletrônica de varredura das amostras de aluminato de zinco sintetizadas por reação de combustão pelo procedimento II em dois aumentos diferentes.

Analisando as micrografias contidas na Figura 3 podemos observar que o aluminato de zinco obtido pelo procedimento II é constituído por aglomerados moles (poroso) com tamanho médio de 43,33 μm , de formato irregular na forma de placas e com uma distribuição heterogênea de tamanhos, apresentando partículas em torno de 0,97 μm (Figura 3b).

CONCLUSÕES

Por meio dos resultados obtidos pode-se concluir que os dois tipos de recipientes utilizados na síntese do ZnAl_2O_4 deste trabalho influenciaram apenas na morfologia dos pós obtidos mantendo a característica estrutural sem modificações uma vez que, nos dois procedimentos de síntese obteve-se o aluminato de zinco monofásico. Porém no procedimento II conseguiu-se a formação de partículas menores do que no procedimento I, provavelmente porque o cadinho do procedimento II proporcionou uma distribuição homogênea de temperatura, ocasionando uma temperatura de reação maior e conseqüentemente maior liberação de gases de reação.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao LabSMac/UFCG pela doação dos reagentes utilizados nesta pesquisa e ao NEPGN/NUP-ER/UFRN pela realização dos ensaios de MEV.

REFERÊNCIAS

- (1) COSTA, A. C. F. M.; VIEIRA, D. A.; LULA, R. P. T.; KIMINAMI, R. H. G. A.; GAMA, L. Influência da uréia e glicina na síntese por reação de combustão do suporte catalítico $ZnAl_2O_4$. In: Anais do 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu – PR, 2006.
- (2) BARROS, B. S.; MELO, P. S.; GAMA, L.; ALVES-JR, S.; FAGURY-NETO, E.; KIMINAMI, R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M. Caracterização morfológica e luminescente de nanopartículas de aluminato de zinco dopadas com Eu^{3+} . Rev. Ceram., v.51, p.63-69, 2005.
- (3) COSTA, A. C. F. M., LULA, R. T., KIMINAMI, R. H.G. A., GAMA, L. F. V., JESUS, A. A., ANDRADE, H. M. C. Preparation of nanostructured $NiFe_2O_4$ catalysts by combustion reaction. J. Mat. Sc., v.41, p. 4871-4875, 2006.
- (4) GANESH, I.; SIRINIVAS, B.; JOHNSON, R.; SAHA, B.P.; MAHAJAN, Y.R. Effect of fuel type on morphology and reactivity of combustion synthesized $MgAl_2O_4$ powders. Brit. Ceram. Transac., v.101, p. 247-254, 2002.
- (5) McCRRITTRICK, J.; SHEA, L. E.; BACALSKI, C. F.; BOSZE, E. J. The influence of processing parameters on luminescent oxides produced by combustion synthesis. Disp., v.19, p.169-172, 1999.
- (6) JAIN, S. R.; ADIGA, K. C.; VERNEKER, V. R. P. A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixture. Comb. Flam., v.40, p.71-79, 1981.

EFFECT OF THE TYPE OF RECIENTE SYNTHESIS BY REACTION OF COMBUSTION $ZnAl_2O_4$

ABSTRACT

In the present work is a study on the influence of the container in the synthesis of the combustion reaction $ZnAl_2O_4$. Products of combustion obtained for both synthesis routes, were broken and sieved in 325 mesh (44 μ m). The powders resulting from two types of synthesis were characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscopy. By means of XRD analysis showed the formation of the main phase of zinc aluminate spinel (Z) as phase the mineral guanine in the two procedures synthesis. By means of SEM analysis showed that in the procedure used the crucible metal zinc aluminate is introduced in the form of smaller agglomerates. Therefore, the container used in the synthesis of combustion influences the microstructure of the material synthesized.

Key-words: zinc aluminate, combustion reaction, synthesis.