

PRODUÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO EM ESCALA LABORATORIAL

Ana Paula Santos da Silva, ana.paula1@outlook.com¹
Cristiane Inácio de Campos, cristiane@itapeva.unesp.br²
Higor Rogério Favaram, higor@itapeva.unesp.br²

¹UNESP - Câmpus de Guaratinguetá, Rua Geraldo Alckmin, 519, Bairro: Vila N. Sr^a. de Fátima. 18409-010 - Itapeva, SP,

² UNESP - Câmpus de Itapeva, Rua Geraldo Alckmin, 519, Bairro: Vila N. Sr^a. de Fátima. 18409-010 - Itapeva, SP,

Resumo: A utilização de nanopartículas em materiais compósitos tem aumentado devido às diferentes propriedades que estes materiais proporcionam em diferentes sistemas. Em particular, o óxido de zinco apresenta uma grande gama de aplicações como sensores de gás, sensores químicos, células solares, fotoabsorvedores de radiação ultravioleta e, em algumas situações efeitos fungicida e bactericida. Em virtude da sua vasta aplicação inúmeras rotas de síntese têm sido estudadas a fim garantir as propriedades desejadas. Neste trabalho estudou-se a produção de nanopartículas de óxido de zinco pelo método sol-gel protéico a partir de precursores de baixo custo como a gelatina comestível e baixas temperaturas de calcinação. As nanopartículas foram caracterizadas por difração e raio X e mostram a presença de um material com fase única e boa cristalinidade.

Palavras-chave: Materiais compósitos, síntese química, caracterização estrutural

1. INTRODUÇÃO

As nanopartículas fazem parte da grande classe de nanomateriais que possuem diâmetro variando de um nanômetro até algumas centenas de nanômetros. É uma área de pesquisa e desenvolvimento que se baseia nos mais diversificados tipos de materiais (polímeros, cerâmicas, metais, semicondutores, compósitos e biomateriais), estruturados em escala nanométrica (nanoestruturados), Durán et al (2006).

Atualmente a tecnologia apresenta a possibilidade de utilização de aditivos com dimensões na escala nanométrica. Esses materiais são promissores devido as nanopartículas apresentarem diferentes características em comparação com o material em escala macroscópica, Roumeli et al (2012).

Partículas deste tamanho, ou “nanopartículas”, apresentam uma grande área superficial e, frequentemente, exibem propriedades mecânicas, ópticas, magnéticas ou químicas distintas de partículas e superfícies macroscópicas. O aproveitamento dessas propriedades em aplicações tecnológicas formam a base da nanotecnologia de materiais. Não há dúvida de que a nanotecnologia oferece a perspectiva de grandes avanços que permitam melhorar a qualidade de vida e ajudar a preservar o meio ambiente, Quina (2004).

Sabdin (2010) apresenta em sua pesquisa a aplicação de nanopartículas de óxido metálico no painel (*Medium Densit Fiberboard*) MDF para aumentar a transferência de calor em seu processo de prensagem. No processo produtivo convencional do MDF é comumente adicionada as fibras de madeira a resina ureia-formaldeído no processo de prensagem a quente. Para o estudo da transferência de calor é observado o tempo e a temperatura de prensagem, e melhor transferência de calor resultará em uma maior qualidade superficial do painel. Indústrias estão à procura de estratégias para reduzir o tempo de prensagem a quente, para reduzir os custos de produção e aumentar a capacidade de produção chapas de painéis de madeira. No método convencional de produção de painéis, a formação da chapa precisa de mais tempo durante a prensagem, pois fibra de madeira não é um bom condutor, contudo, a adição de nanopartículas de óxido de metal mostrou uma maior transferência de calor reduzindo o tempo de prensagem.

Kumar et al (2013) avaliaram a influência da adição de nanopartículas de óxido de alumínio sobre as propriedades físicas e mecânicas do painel MDF. Nanopartículas de óxido de alumínio foram adicionadas a resina ureia-formaldeído (UF) para a produção de painéis de fibras de média densidade. A transferência de temperatura das chapas aumentou durante a prensagem a quente com a adição de nanopartículas, as emissões de formaldeído provenientes da prensagem do MDF diminuíram com o aumento da concentração de nanopartículas, a resistência da ligação interna e módulo de ruptura dos painéis melhorou significativamente depois da adição de nanopartículas.

Marzbani et al (2015) investigaram em sua pesquisa a resistência a degradação de painéis particulados tratados com nanopartículas de óxido de zinco expostos ao ataque de fungos da espécie de fungo branco (*Trametes versicolor*) e a espécie de fungo causador de podridão parda (*Coniophora puteana*). O nanomaterial foi empregado na fabricação dos painéis em porcentagens de 5, 10 e 15% com base no peso do adesivo. Os resultados mostraram que todas as amostras tratadas tinham uma boa resistência contra a deterioração fungos e a perda de massa de material diminuiu nas amostras

que possuíam maior porcentagem de nanopartículas conferindo aos painéis alta resistência ao ataque de organismos xilófagos.

Existem diferentes métodos de preparação de nanopartículas, os mais conhecidos são: método Pechini, método sol-gel convencional, método sol-gel protéico que faz uso de água de coco, método sol-gel protéico que faz uso de gelatina de peixe ou ainda o método sol-gel protéico que faz uso da gelatina comestível. O processo sol-gel por dispersões coloidais usando precursores orgânicos é uma variante do método protéico, Maia (2005).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Os materiais e equipamentos utilizados para a produção de nanopartículas em escala laboratorial foram: gelatina comestível, nitrato de zinco da marca Synth, água deionizada, estufa de secagem com Circulação/Renovação de Ar modelo MA035/5 da marca Marconi e forno mufla microprocessado modelo Q318M da marca Quimis.

Os equipamentos utilizados para a produção de nanopartículas em escala laboratorial são representados na Fig. (1).



Figura 1. Estufa de secagem e forno mufla.

2.2 Métodos

O processo esquemático da rota de síntese das nanopartículas de óxido de zinco está representado na Fig. (2). Pode-se observar que o procedimento adotado para a produção das nanopartículas emprega a utilização de poucos reagentes em uma rota química simples.

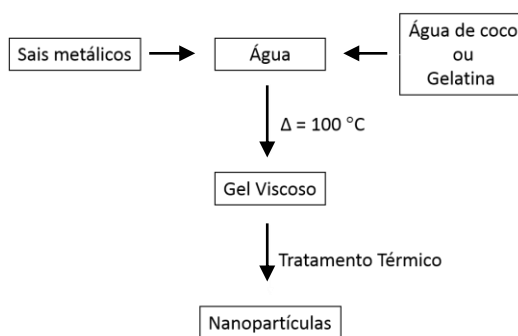


Figura 2. Diagrama de bloco ilustrativo do procedimento de síntese.

Inicialmente os materiais precursores são dissolvidos em água a 50 °C sob constante agitação. A Figura 3 representa o aquecimento da mistura de gelatina e nitrato de zinco na água sob aquecimento.



Figura 3. Solução do início do desenvolvimento de nanopartículas.

A mistura tem sua temperatura elevada e mantida por algumas horas a fim de eliminar o excesso de água e formar o gel, onde é mantido na estufa para secar completamente. O material seco em estufa é macerado e em seguida queimado no forno mufla em duas etapas, na primeira etapa ocorre a eliminação de parte do material orgânico e na segunda etapa a produção das nanopartículas.

3. RESULTADOS

No processo de síntese do material o gel passa por um processo de perda de água na estufa a 100 °C por alguns dias a fim de secar completamente. A Figura 4 representa o processo de secagem da mistura em estufa, com a diminuição do excesso de água até a formação de uma estrutura que apresenta a forma de uma espuma quebradiça amarelada.



Figura 4. Sequência de secagem do material.

O material seco é macerado e queimado em um forno mufla aproximadamente 180°C por 10 minutos, a fim de eliminar parte do material orgânico, tendo como resultado um material que apresenta consistência de uma espuma preta (puff) (Fig. (5a)), devido à queima parcial do material orgânico. O puff macerado e acondicionado em cadinhos para o processo de calcinação, conforme a Fig. (5b).



Figura 5. (a) Material após o processo de queima inicial. (b) acondicionamento em cadinhos.

Os cadinhos seguem novamente para o forno para o processo de queima a temperatura de 550 °C por 3 horas, tendo como resultado as nanopartículas de óxido de zinco, um pó branco, leve e bem fino. O processo é representado na Fig. (6).



Figura 6. Nanopartículas de óxido de zinco.

A análise por difração de raios X mostrou que as nanopartículas obtidas apresentaram fase única de ZnO com boa cristalinidade e estrutura hexagonal compacta de wurtzite (ICSD no.26170 e JCPDS 36-1451), assim como ilustrado na Fig. (7). O tamanho de cristalito foi estimado em 22 nm a partir da Eq. (1), a equação de Scherrer.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

Na Equação (1) considerou-se os 5 primeiros picos do espectro de difração. Nesta equação D é o tamanho de cristalito, K é o coeficiente de forma ($K = 0,90$), λ é o comprimento de onda da radiação utilizada ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), β é a largura a meia altura do pico de difração (FWHM), e θ é a posição angular do pico.

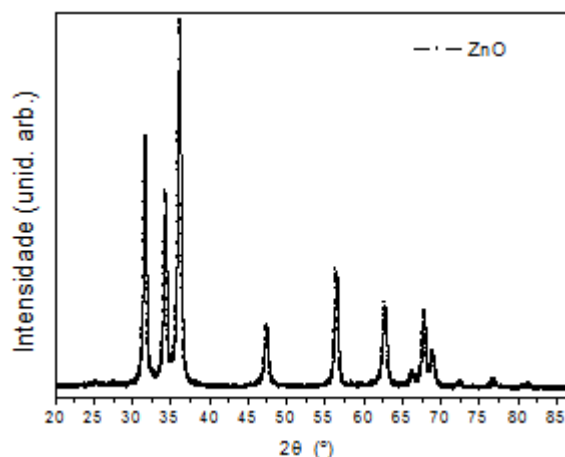


Figura 7. Difratoograma de raios X da amostra ZnO tratada a 550 °C por 3 horas.

4. CONCLUSÕES

O processo sol-gel protéico mostrou-se uma eficiente técnica para a obtenção de nanopartículas de óxido de zinco. Os resultados da análise por difração de raios X mostrou que as nanopartículas obtidas apresentaram fase única de ZnO com boa cristalinidade. Comprovando assim a qualidade das nanopartículas com etapas de procedimento mais simples e reagentes mais baratos.

5. AGRADECIMENTOS

A Capes pela concessão da bolsa de mestrado e apoio a pesquisa.

6. REFERÊNCIAS

- Durán, N.; Mattoso, L. H. C.; Morais, P. C., 2006, “Nanotecnologia: Introdução, preparação e caracterização de nanopartículas e exemplos de aplicação”, Ed. 1, São Paulo: Artliber Editora, 208 p.
- Kumar, A.; Gupta, A.; Sharma, K. V.; Nasir, M., 2013, “Influence of aluminum oxide nanoparticles on the physical and mechanical properties of wood composites”, Peer-reviewed article. Bioresources.com.

- Maia, A. O. G., 2005, “Sinterização de nanopartículas de NiO por gelatina comestível”, Dissertação (Dissertação de Mestrado em Física) – Universidade Federal do Ceará, UFC, Fortaleza, 121 p.
- Marzbani. P; Afrouzi. Y. M; Omidvar. A., 2015, “The effect of nano-zinc oxide on particleboard decay resistance”, Maderas, Ciencia y tecnologia 17 (1), pp. 63 – 68.
- Quina, F. H., 2004, “Nanotecnologia e o meio ambiente: perspectivas e riscos”. Quim. Nova, Vol. 27, No. 6, pp. 1028-1029.
- Roumeli, E.; Papadopoloub, E.; Pavlidoua, E.; Vourliasa, G.; Bikiaris, D.; Paraskevopoulou, K. M.; Chrissafis, 2012, “Synthesis, characterization and thermal analysis of urea–formaldehyde/nanoSiO₂ resins”, Thermochimica Acta 527 (2012), pp. 33– 39.
- Sabdin, S. B., 2010, “Use of nanoparticle in the wood composite to enhance the heat transfer”, A thesis submitted in fulfillment for the award of the Degree of Bachelor in Chemical Engineering, Faculty of Chemical and Natural Resources Engineering, Universiti Malaysia Pahang, 50 p.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

PRODUCTION OF ZINC OXIDE NANOPARTICLES IN LABORATORY SCALE

Ana Paula Santos da Silva, ana.paula1@outlook.com¹

Cristiane Inácio de Campos, cristiane@itapeva.unesp.br²

Higor Rogério Favarim, higor@itapeva.unesp.br²

¹UNESP - Câmpus de Guaratinguetá, Rua Geraldo Alckmin, 519, Bairro: Vila N. Sr^a. de Fátima. 18409-010 - Itapeva, SP,

²UNESP - Câmpus de Itapeva, Rua Geraldo Alckmin, 519, Bairro: Vila N. Sr^a. de Fátima. 18409-010 - Itapeva, SP,

Abstract: *The use of nanoparticles in composite materials has increased because of the different properties that these materials provide in different systems. In particular, zinc oxide has a wide range of applications such as gas sensors, chemical sensors, solar cells, photoabsorbers of ultraviolet radiation and, in some situations, fungicidal and bactericidal effects. Due to its wide application numerous routes of synthesis have been studied in order to guarantee the desired properties. In this work the production of zinc oxide nanoparticles by the sol-gel protein method was studied from low cost precursors such as edible gelatin and low calcination temperatures. The nanoparticles were characterized by diffraction and X-ray and show the presence of a material with a single phase and good crystallinity.*

Keywords: Composite materials, Synthesis, characterization