



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE FORMAÇÃO DE PROFESSORES
UNIDADE ACADÊMICA DE CIÊNCIAS EXATAS E DA
NATUREZA
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA
DISCIPLINA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTICULAS DE
ESPINÉLIO DE ALUMINATO DE FERRO (FeAl_2O_4) OBTIDOS POR
REAÇÃO DE COMBUSTÃO

CAJAZEIRAS – PB

2018

ANDRÉ DA SILVEIRA VASCONCELOS

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTICULAS DE
ESPINÉLIO DE ALUMINATO DE FERRO (FeAl_2O_4) OBTIDOS POR
REAÇÃO DE COMBUSTÃO**

O Presente trabalho foi exigido como requisito de avaliação na disciplina de TCC, do Curso de Licenciatura em Química do CFP/UFCG, do período 2018.2, sob a orientação do professor Luciano Leal de Moraes Sales.

CAJAZEIRAS - PB

2018

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação - (CIP)
Denize Santos Saraiva Lourenço - Bibliotecária CRB/15-1096
Cajazeiras - Paraíba

V985s Vasconcelos, André da Silveira.
Síntese e caracterização de nanopartículas de espinélio de aluminato de ferro (FeAl_2O_4) obtidos por reação de combustão / André da Silveira Vasconcelos. – Cajazeiras, 2018.
53f.
Bibliografia.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Leal de Moraes Sales.
Monografia (Licenciatura em Química) UFCG/CFP, 2018.

1. Espinélio sintético. 2. Espinélio de aluminato de ferro. 3. Síntese de combustão. 4. Nanotecnologia. I. Sales, Luciano Leal de Moraes. II. Universidade Federal de Campina Grande. III. Centro de Formação de Professores. IV. Título.

UFCG/CFP/BS

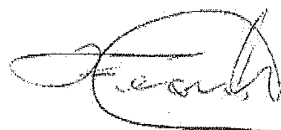
CDU - 679.824

ANDRÉ DA SILVEIRA VASCONCELOS

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE
ESPINÉLIO DE ALUMINATO DE FERRO (FeAl_2O_4) OBTIDOS
POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO

O Presente trabalho foi exigido como
requisito de avaliação na disciplina de
TCC, do Curso de Licenciatura em
Química do CFP/UFG, do período
2018.2, sob a orientação do professor
Luciano Leal de Morais Sales.

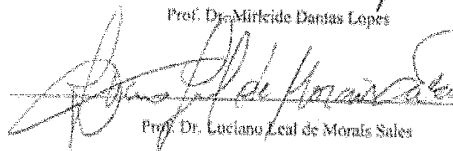
Aprovado em Cajazeiras/PB: 20 / 12 / 2018



Prof. Dr. Fernando Antonio Partela da Cunha



Prof. Dr. Mirleide Dantas Lopes



Prof. Dr. Luciano Leal de Morais Sales

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus por ter me dado força todos os dias para obter êxito nesta etapa da minha vida.

A meus pais por ter me concedido força, ajuda e entendimento em todos os momentos da minha vida.

A minha irmã pelo auxílio e disponibilidade oferecidos em ocasiões difíceis e significativas.

A minha namorada pela compreensão nos momentos ausentes e pelo suporte oferecido.

A meu orientador, professor Luciano Leal de Moraes Sales pelas sugestões, orientações e apoio que foram de fundamental importância.

A Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-RJ)

Ao LabNano - Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF)

Por fim, aos colegas de classe e professores pelos momentos de aprendizado, alegria, satisfação, e troca de conhecimento.

RESUMO

O espinélio aluminado de ferro (FeAl_2O_4) é um composto muito promissor, que dispõe de propriedades eficientes, como a elevada ductibilidade, apresenta boa flexibilidade porém ainda é pouco estudado, principalmente no âmbito nacional. Este trabalho pretende sintetizar o espinélio de aluminato de ferro (FeAl_2O_4) por meio da síntese de combustão e caracterizar o material pelas técnicas de difração de raios-X (DRX) e análises termogravimétricas, e também realizar um estudo educacional através de uma palestra/vídeos sobre o desenvolvimento laboratorial da fase FeAl_2O_4 e posteriormente aplicar um questionário de conhecimento em uma turma de Química inorgânica descritiva no curso de licenciatura em química do CFP/UFCG, campus Cajazeiras - PB. Foram executadas as análises de difração de raios-X em dois momentos, inicialmente com o pó produzido direto da síntese e depois com o mesmo calcinado a $400^\circ\text{C}/4\text{h}$ em atmosfera ambiente. A amostra obtida direto da síntese formou um sistema monofásico com estrutura do tipo espinélio de aluminato de ferro (FeAl_2O_4). Segundo a análise de DRX, constatou-se que o pó de características amorfo apresentou um crescimento da fase cristalina com a presença dos picos característicos de sua estrutura. A análise DRX do material calcinado a $400^\circ\text{C}/4\text{h}$ determinou um aumento na intensidade dos picos no difratograma, demonstrando valores de intensidade relativa mais elevada, tendo assim, maior cristalinidade. Apoiado nas análises dos questionários pode-se certificar que boa parte dos alunos submetidos a esse tipo de pesquisa desconhece ou possui pouca informação sobre a nanotecnologia e temas similares. Percebe-se ainda um pouco de confusão em princípios básicos de química por esses graduandos em química.

Palavras Chave: Espinélio de aluminato de ferro, síntese de combustão, nanotecnologia.

ABSTRACT

The aluminized iron spinel (FeAl_2O_4) is a very promising compound, which has efficient properties, such as high ductility, presents good flexibility but is still little studied, mainly at the national level. This work aims to synthesize the iron aluminate spinel III (FeAl_2O_4) by means of the combustion synthesis and to characterize the material by X-ray diffraction (XRD) techniques and thermogravimetric analysis, and also conduct an educational study through a lecture / videos about the laboratory development of the FeAl_2O_4 phase and later to apply a knowledge questionnaire in a group of descriptive inorganic Chemistry in the degree of chemistry of the CFP / UFCG, campus Cajazeiras - PB. X-ray diffraction analyzes were carried out at two moments, initially with the powder produced directly from the synthesis and then with the same calcined at 400°C / 4h in ambient atmosphere. The sample obtained directly from the synthesis formed a monophasic system with iron aluminate spinel structure (FeAl_2O_4). According to the XRD analysis, it was verified that the powder of amorphous characteristics showed a growth of the crystalline phase with the presence of the characteristic peaks of its structure. The XRD analysis of the material calcined at 400°C / 4h determined an increase in the intensity of the peaks in the diffractogram, showing higher values of relative intensity, thus obtaining greater crystallinity. Based on the analysis of the questionnaires, it can be verified that a good part of the students submitted to this type of research is unaware or has little information about nanotechnology and similar topics. There is still some confusion in basic Chemistry principles by these chemistry graduates.

Key words: Iron aluminate spinel, combustion synthesis, nanotechnology.

LÍSTA DE FIGURAS

Figura 1.....	16
Figura 2.....	20
Figura 3.....	21
Figura 4.....	22
Figura 5.....	25
Figura 6.....	27
Figura 7.....	29
Figura 8.....	30
Figura 9.....	31
Figura 10.....	31
Figura 11.....	32
Figura 12.....	33
Figura 13.....	34
Figura 14.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.....18

LISTA DE SIGLAS

AlFeO_3	Perovskita
Al_2O_3	Alumina
CFP	Centro de Formação de Professores
CS	Síntese de combustão em solução em bateladas
CTSA	Ciências tecnologia sociedade e ambiente
DRX	Difração de raios-x
Fe^{2+}	Cátion de ferro bivalente
Fe^{3+}	Cátion de ferro trivalente
FeAl_2O_4	Aluminato de ferro
FeO_4	Magnétita
Fe_2O_3	Maghemita
μ	Momento magnético
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MgAlO_4	Mineral de espinélio
MgAl_2O_4	Aluminato de magnésio
SCCS	Síntese continuada por combustão em solução
T_c	Temperatura ou lei de Curie
TGA	Análise termogravimétrica
UFMG	Universidade Federal de Campina Grande
ZnCr_2O_4	Cromita de Zinco

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	14
2.1 NANOTECNOLOGIA E NANOMATERIAIS.....	14
2.2 ESPINÉLIOS E MATERIAIS CERÂMICOS.....	15
2.3 CONEXÃO COM O ENFOQUE CTSA.....	23
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	28
4.1 ANÁLISE EXPERIMENTAL.....	28
4.2 ANÁLISE EDUCACIONAL.....	33
5. CONCLUSÕES.....	37
REFERÊNCIAS	
APÊNDICE	
ANEXO	

1. INTRODUÇÃO

Com o crescimento bastante acelerado das ações tecnológicas, o mundo passa por um novo momento altamente conectado às áreas de tecnologia, principalmente a área que trata do desenvolvimento de materiais avançados. O material cerâmico tem sido muito utilizado, tanto nos processos industriais, como na área de pesquisa, esses materiais passam por processos sintéticos cada vez mais sofisticados e eficientes. No meio científico as cerâmicas tem sido foco em distintos estudos, em sua maioria destinada à criação de novos materiais avançados, fazendo uso de muitas das suas propriedades intrínsecas e no qual também se encaminham pesquisas direcionadas à busca de processos de síntese mais eficientes para a obtenção desses compostos. Tem crescido consideravelmente o uso de nanopartículas cerâmicas, que oferecem melhores desempenhos nos diversos meios no qual são aplicadas.

O emprego da nanotecnologia e da nanociência nos processos de aplicação e sintetização de cerâmicas tornam-nas uma das principais áreas de pesquisa em tecnologia desta última década. Existe a utilização deste material em diversos meios tecnológicos como na indústria aeronáutica, nos equipamentos automotivos, na construção civil, na fabricação de acessórios eletrônicos, em aparelhos utilizados na medicina e entre outras finalidades.

Um material cerâmico bastante promissor no campo de pesquisa apresenta em sua composição as partículas de espinélio, tendo como fórmula geral AB_2O_4 , o mesmo dispõe de uma estrutura cristalina derivada do mineral espinélio ($MgAl_2O_4$), seu arranjo estrutural é cúbico de face centrada, com cátions metálicos localizados nos sítios tetraédricos e cátions trivalentes de alumínio encontrados nos sítios octaédricos (PATIL ET AL, 2008). Compostos como esses possuem características notáveis para a utilização em processos de síntese. Suas propriedades se sobrepõem em relação a uma classe expressiva de materiais cerâmicos, oferecendo em muitos métodos uma maior eficiência. As propriedades magnéticas deste composto cristalino ajuda-o a compor dispositivos modernos de alto grau de funcionamento dentro do sistema mundial de tecnologia.

A indústria cerâmica tem se tornado um dos principais ramos em aplicabilidade de conceitos tecnológicos, muitos de seus métodos e ferramentas são empregados em diversas áreas de conhecimento. Apesar disso, muitas dessas utilizações ainda precisam ser otimizadas e a busca por novos equipamentos não pode ser interrompida. Têm crescido os estudos e as aplicações de ferritas de espinélio em ramos significativos da ciência e da tecnologia, essas

ferritas apresentam uma versatilidade incrível, principalmente quando são formuladas e manipuladas através do uso de nanomateriais. O processo de síntese de ferritas utilizando o método tradicional ainda expressa algumas limitações, muitas dessas deficiências são observados na formação de produtos, na difícil homogeneidade dos reagentes, na alta duração de procedimentos reacionais e no elevado custo que é empregado para a realização dessas técnicas. As altas temperaturas tem sido um fator crítico na produção e sintetização dos materiais de espinélio, essas partículas ainda apresentam certa irregularidade quando submetidas durante um intervalo de tempo a elevadíssimos níveis de temperatura, que na maioria das vezes acaba enfraquecendo-os e diminuindo suas vidas-útil.

Com a crescente ação de pesquisas destinadas aos compostos de espinélio, tem-se buscado a elaboração de novas sínteses bem mais eficientes e designadas em um menor espaço de tempo. Um material cerâmico que apresenta este tipo de estrutura cristalina é o aluminato de ferro (FeAl_2O_4), é um composto muito promissor, que dispõe de propriedades de auto grau de efetividade, como a elevada resistência mecânica á fratura e um bom comportamento térmico, mas ainda é pouco estudado, principalmente no âmbito nacional. O mineral dessa espécie de espinélio é conhecido como hercínita, encontrado em sedimentos argilosos e em rochas ígneas, suas principais aplicações estão indústria de cimento, em processos refratários, no uso de aditivo cerâmico e como pigmento.

Os avanços na tecnologia são constantes, a ciência vem alcançando patamares elevadíssimos, mas muitas dessas pesquisas não se tornam conhecimento de muitos da sociedade. O movimento CTSA (ciência tecnologia, sociedade e ambiente) trouxe para a sala de aula a discussão de temas tecnológicos para serem debatidos e analisados, estes debates que propiciam aos discentes ampliar a sua compreensão sobre o desenvolvimento tecnológico atual, fornecendo a eles olhares críticos sobre essas temáticas, tornando a aprendizagem mais significativa.

Este trabalho propõe-se sintetizar o espinélio de aluminato de ferro (FeAl_2O_4) utilizando como combustível o ácido cítrico através da síntese de combustão, analisar a fase formada por Técnica de difração de raios-X, fazer um estudo calorímetro do material por TGA/DTA e também realizar um estudo educacional pela mediação de palestra sobre o tema com a reprodução de vídeos de experimentos e posteriormente aplicar um questionário de conhecimento em uma turma de Química inorgânica no curso de licenciatura em química da UFCG/CFP.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 NANOTECNOLOGIA E NANOMATERIAIS

A nanotecnologia se estende como uma ciência de materiais para a manipulação de partículas com tamanhos minúsculos, que variam de 1 a 100 nanômetros. Partículas desta dimensão dispõem de propriedades químicas e físicas diferentes daquilo que é observado em dimensões superiores (QUINA, 2004). As mudanças nos arranjos dos átomos e moléculas proporcionam alterações significativas em suas propriedades, dessa forma quando existe uma modificação em uma escala nanométrica isso acaba refletindo em sua forma externa. Toda a nanotecnologia está fundamentada nesta ideia, pois a forma com que os átomos e moléculas estão ordenados proporciona direta ou indiretamente como está matéria se apresenta caracteristicamente (CADIOLI; SALLA, 2006).

Uma aplicação importantíssima que tem possibilitado numerosas contribuições na área de saúde são as nanopartículas magnéticas compostas principalmente por magnetita (Fe_3O_4) e maghemita (Fe_2O_3) e também os complexos de ferritas, suas utilizações nesta área se deve a viabilidade de manipulação de algumas propriedades dessas nanopartículas (FONTANIVE; KHALIL; COTICA; MAINARDES, 2014).

As nanopartículas magnéticas podem ser utilizadas para o controle biológico da produção de combustíveis ou qualquer outro material proveniente do petróleo procurando conter o derramamento de óleo desses compostos durante as suas produções. As mesmas podem ser manipuladas para agir por meio de suas propriedades magnéticas, a ação deve ocorrer através da interação das mesmas com a mancha de óleo, onde haverá o confinamento do poluente pelo efeito do campo magnético criado (TASCA; ALMEIDA; DA SILVA; DE MELO; TOMA, 2014).

A aplicação catalítica de nanopartículas apresenta grande contribuição ao meio reacional, a partir da redução das dimensões do material utilizado na reação o sistema reacional exibirá melhor rendimento. A nanotecnologia faz a junção dos dois tipos de catalizadores que favorece a eficiência dos produtos da reação, logo haverá maior efetividade, á aplicação catalítica, se tornando bastante seletiva e gerando menor custo energético, haverá a atribuição magnética das nanopartículas ao meio, e concluída a reação o catalizador facilmente será extraído do produto esperado (LU; SALABAS; SHÜTH, 2007).

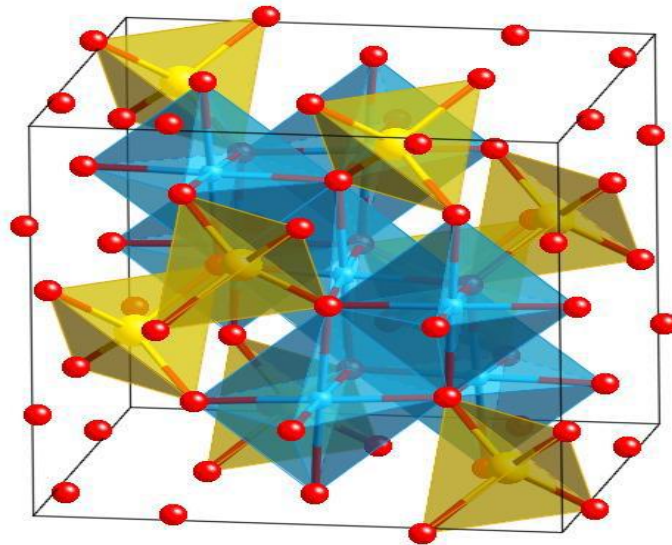
Na escala nanométrica existem fatores que modificam as propriedades dos materiais que se apresentam nestas dimensões. Partículas nesta ordem de tamanho exibem comportamento quântico e geralmente estão ligadas as leis da mecânica quântica, devido a isso suas propriedades físicas tendem a se apresentar de formas diferentes. Propriedades que sofrem esse efeito é a cor, a condutividade elétrica e entre outras. Outra consequência importante quando se discute os nanomateriais, é o efeito da área superficial, que é verificada a partir da diminuição no tamanho das partículas, onde ocorre o aumento da razão entre a área e o volume. As propriedades das partículas e sua interação com outros sistemas são afetados com o aumento nesta razão nesses determinados materiais. A alta área superficial fornece um desempenho mais eficiente a catalisadores e eletrodos, que acaba oferecendo um melhor funcionamento a equipamentos tecnológicos (MAMANI, 2009).

2.2 ESPINÉLIOS E MATERIAIS CERÂMICOS

Um dos principais materiais cerâmicos são as ferritas, os mesmos são óxidos de ferro com composição Fe_2O_3 . Apesar de apresentarem saturação magnética inferior à metade das ligas ferromagnéticas, elas possuem muitas vantagens, tais como maior poder de aplicação, menor custo, maior resistência térmica e menos corrosivos (SUGIMOTO, 1999). Conforme sua conformação estrutural as ferritas são classificadas em quatro espécies, espinélio, granada, orthoferritas e hexagonais, as mesmas são cerâmicas que possuem propriedades magnéticas significativas e apesar de isolantes apresentam condução elétricas em altas temperaturas (RIBEIRO, 2015).

As ferritas são espinélios com estrutura cristalina, que se originam do mineral espinélio, MgAlO_4 . O mesmo apresenta uma disposição cristalina de 8 posições em uma confirmação simétrica tetragonal e 16 posições em uma simetria octaédrica (SILVA, 2010). O arranjo estrutural da célula unitária do espinélio é formado de oito fórmulas mínimas, de forma que cada parte da estrutura cristalina dispõe de 32 anions O^{2-} , 8 cátions divalentes e 16 cátions trivalentes, resultando em um total de 56 íons. (SILVA, 2010).

Figura 1 - Estrutura Cúbica do espinélio: Sítios tetraédricos (amarelo) e sítios octaédricos (azul).



FONTE: RIBEIRO, 2015

A fórmula geral das ferritas de espinélio é apresentada como $M.Fe_2O_4$, no qual o M se identifica como um íon de transição divalente. A organização estrutural dos cristais de ferrita pode ser exibida como uma rede de intertravamento de íons positivos de metais e de íons negativos divalente de oxigênio. (ARAVIND, RAVINDER, 2013).

A propriedade magnética de uma determinada substância está associada intimamente a sua estrutura eletrônica. As características ferro-, ferri- ou antiferromagnéticas são determinadas por um ordenamento magnético proveniente de materiais que possuem uma interação de alcances extensos entre os momentos magnéticos (μ) de seus átomos, gerando assim um alinhamento espontâneo. Este tipo de alinhamento, no qual há um acoplamento entre os elétrons desemparelhados, só acontece abaixo de uma medida de temperatura específica, a temperatura ou lei de Curie (T_c). Em temperaturas superiores a essa, há uma queda das interações entre os momentos magnéticos atômicos em grandes alcances, ocorrendo assim o paramagnetismo. Em substâncias ferromagnéticas os campos magnéticos dos elétrons se alinham formando regiões (ou domínios) que exibem magnetismo espontâneo e o efeito spin-órbita é paralelo. As ferritas são consideradas ferrimagnéticas, porque nestas espécies de materiais os momentos de dipolo magnéticos vizinhos se manifestam como antiparalelos e não têm a mesma intensidade, onde existirá um $\mu > 0$ (JACINTHO, 2007).

A difração de raios-x é uma técnica muito utilizada para a análise de estruturas de cristais de proporções macroscópicas. A partir dela pode-se definir a conformação estrutural correspondente a um certo material, os domínios da estrutura do cristal e as fases presentes. Porém no processo de caracterização de nanomateriais a compreensão referente aos difratogramas proporciona um maior nível de complicação, no qual o imenso número de planos cristalinos apresenta como resultado ao alargamento dos picos de difração (MAMANI, 2009). Neste tipo de análise as amostras de um material devem ser investigadas na forma de pó. Em relação às ferritas existe a complexidade em distinguir uma das outras por esse tipo de caracterização pelo fato de apresentarem o mesmo arranjo estrutural (JACINTHO, 2007).

O método de síntese de combustão tem obtido destaque, no que se refere à obtenção de pós de ferrita, ele se apresenta com um método promissor, rápido e muito seguro para a preparação de nanopartículas de ferritas, com características cristalinas acima de 50% (BEZERRA; FERMEDES, SILVA, 2010). O mesmo é quimicamente exotérmico, onde produz luz e calor. Reações altamente exotérmicas são muito vantajosas devido a sua eficiência energética, dessa forma não necessitando de fonte de energia externa para o prosseguimento da reação e oferece também produtos com alto grau de pureza (MARTINS, 2013).

A síntese de combustão também é conhecida como síntese de fogo ou ainda como auto-propagante. O fogo é ocasionado por um oxidante, um combustível e altas temperaturas são fundamentais. Todos os reagentes utilizados formam um reator químico ou triângulo de fogo, o resultado dessa queima ocasiona calor, luz e cinzas. Esse tipo de reação é exotérmica, os reagentes são redox e as temperaturas são bastante elevadas. A utilização de compostos óxidos neste tipo de método laboratorial foi inicialmente utilizado com o uso de nitrato de alumínio e ureia, onde esses reagentes foram aquecidos em uma mufla com uma temperatura de cerca de 500°C, na qual o produto produzido após a queima foi a alumina (Al_2O_3) (PATIL, 2008).

O ácido cítrico já foi aplicado como combustível em alguns processos de síntese de combustão e apesar de não ser utilizado com muita frequência, pela fundamentação literária é possível comprovar sua eficiência nestes processos. Miranda, Carvajal e Baena (2015), desenvolveram um estudo que trouxe entre seus principais objetivos a comparação do poder de combustível de três reagentes empregados em uma síntese de combustão, ácido cítrico, glicina e ureia. Nesta pesquisa foi preparado o nanopigmento de espinélio de cromita de zinco (ZnCr_2O_4) e posteriormente houve caracterização por microscopia eletrônica de varredura de

emissão de campo (FESEM), difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TGA), microscopia diferencial de varredura (DSC), espectroscopia de reflectância difusa e análise calorimétrica (CIEL). Baseado nos resultados das análises se concluiu que a glicina atribuiu um grau superior de porosidade ao material sintetizado em comparação com os outros combustíveis. Em concordância com esse resultado a glicina também exibiu uma maior liberação de gases durante a fase de preparação, apresentou partículas com dimensões menores de modo que área superficial é superior as demais e em consequência disso o grau de dispersão de luz é mais elevado em relação à nanopartículas produzidas por meio de ácido cítrico e de ureia.

Tabela 1 - Tamanho médio de cristalito de pós-sintetizados por solução combustão como preparada e calcinada.

	Como preparado (nm)	Calcinação de 700°C/6h (nm)
Glicina	8.8	18.4
Ureia	10.9	42.1
Ácido cítrico	7.3	18.7

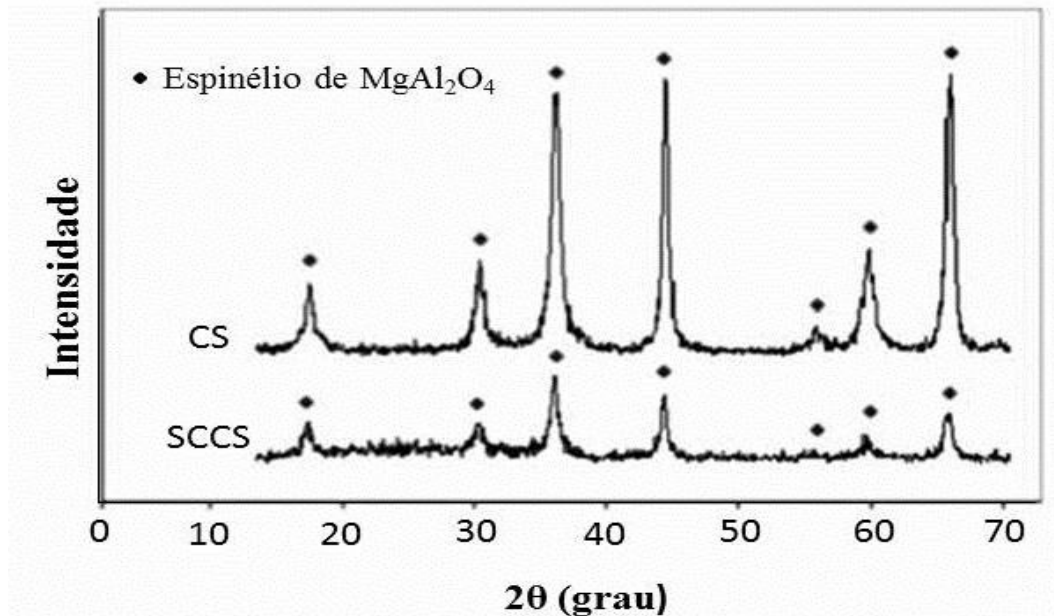
Fonte: MIRANDA, CARVAJAL E BAENA, 2015

Os espinélios de óxido de alumínio possuem morfologias e propriedades similares, muitos trabalhos demonstram essa afirmação. I. Ganesh et al (2004), desenvolveu em sua pesquisa duas sínteses, no qual foi realizada uma comparação entre ambas, para obtenção do aluminato de magnésio ($MgAl_2O_4$). Inicialmente se sucedeu a prática pelo método de síntese de combustão assistida por micro-ondas e posteriormente realizou-se o método de combustão da forma convencional. Nas duas sínteses foram utilizados os mesmos reagentes, os nitratos de alumínio e de magnésio, e como combustível foi usado a ureia. A partir da caracterização de ambos os métodos empregados se observou diferenças estruturais nos pós de espinélio. O produto de reação obtido pela síntese de combustão convencional apresentou menos

estabilidade em sua estrutura cristalina, que também exibiu uma menor área superficial e maior tamanho em seus cristais, em comparação ao outro pó produzido pelo processo sintético assistido por micro-ondas.

Vitor et al (2016), desenvolveu em seu trabalho a preparação e caracterização do espinélio de aluminato de magnésio ($MgAl_2O_4$) nanoestruturado, foi aplicado o método de síntese de combustão em solução, fazendo diferentes rotas durante o procedimento experimental. Os reagentes empregados foram os nitratos de alumínio e de magnésio e a sacarose foi o combustível usado. A pesquisa é fundamentada em duas vias para a obtenção do produto, a síntese continuada por combustão em solução (SCCS) e a combustão em solução em bateladas (CS). Durante o estudo foram analisadas diferentes razões de combustível/oxidantes, conteúdo quantidades crescentes de combustível. A caracterização transcorreu por meio das técnicas difração de raios-X (DRX), análise termogravimétrica, adsorção gasosa, granulométrica por difração a laser, microscopia eletrônica de transmissão (MET) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Todas as vias de preparação obtiveram pós de elevados graus de pureza e cristais de dimensões nanométricas, das quais apresentaram propriedades condizentes as razões de óxidos/combustível. A partir das técnicas de análises empregadas se verificou que o espinélio $MgAl_2O_4$ foi produzido através de dois trajetos de síntese de combustão. A rota por síntese continuada (SCCS) demonstrou uma maior formação cristalina do pó nanométrico em comparação com a via em batelada (CS), que só apresentou a cristalinidade do material após um tratamento térmico. A rota SCCS também exibiu melhores resultados em parâmetros de área superficial, onde apresentou unidades maiores dessa propriedade, e menores dimensões de partículas, conforme o DRX dessa via demonstrou 12,90nm, enquanto a via CS exibiu 21,69nm nos cristais.

Figura 2 - Difratomogramas de raios X dos pós de espinélio MA como sintetizados para as diferentes relações combustível-oxidante pela rota SCCS. SE: reação estequiométrica.

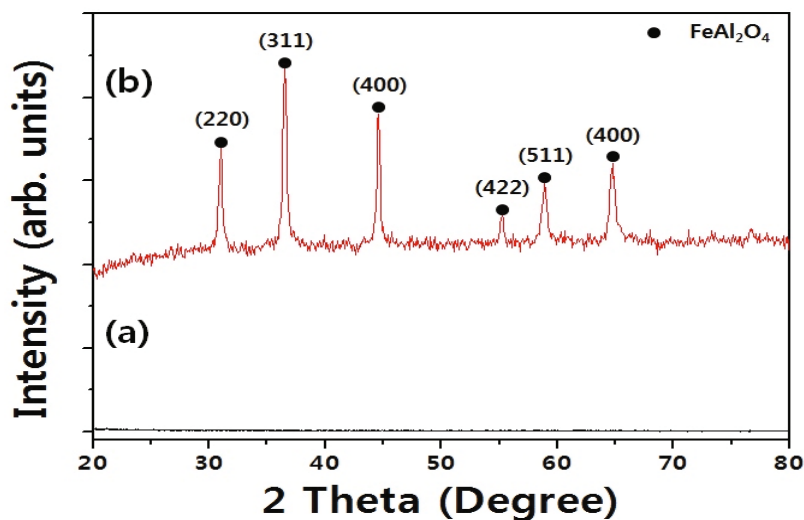


FONTE: VITOR et al, 2016

Os espinélios demonstram comportamentos semelhantes aos das perovskitas nas inversões de cátions. Caracas (2010), realizou um estudo computacional de duas fases da perovskita encontradas no manto interior da terra, e em seguida se discutiu as implicações de uma dupla substituição de elementos ($Mg + Si = Al + Fe$), com isso pode-se determinar detalhadamente a mudança do estado de spin do cátion Fe^{3+} conforme as altas pressões submetidas, no qual houve uma transição de perovskita para pós-perovskita. Foram utilizados cálculos estatísticos básicos, mas de alta precisão durante esse estudo. Observou-se que as duas fases de perovskita dipõem das mesmas estruturas cristalinas, onde se apresentam como ortorrômbicas formadas por cátions octaédricos intersticiais, mas exibiram espaços topológicos distintos. Na fase $AlFeO_3$ se observou que os átomos de alumínio (Al) e ferro (Fe) ocupam as posições A e B respectivamente, obtendo a estrutura ABC_3 . Verificou-se que em $FeAlO_3$ os cátions de ferro e alumínio estavam localizados em posições invertidas em comparação ao $AlFeO_3$, neste caso a estrutura ficou padronizada como ABC_3 , com Fe na posição A e o Al na posição B. A substituição para pós-perovskita só acontece se o ferro mudar do local tetraédrico para o octaédrico. A transição da fase perovskita para a fase pós perovskita sugere uma substituição dos cátions de Fe^{3+} para Fe^{2+} .

As nanopartículas de aluminato de ferro podem ser obtidas por alguns métodos de sintetização em laboratório. Yun e Kim (2015), realizaram em seu trabalho uma síntese de preparação de aluminato de ferro (FeAl_2O_4), na qual as nanopartículas foram sintetizadas pelo método de pirólise por pulverização. As estruturas das partículas foram constatadas usando caracterizações por MEV, DRX, analisador de partículas a laser e por fim se aplicou o Brunauer-Teller (analisa a área de superfície específica das partículas). O processo de preparação do espinélio submeteu-se em duas etapas, primeiramente o mesmo foi sintetizado utilizando uma pirólise em spray em temperaturas que chegaram aos 900°C e depois pelo método de moagem úmida. Logo após o procedimento experimental observou-se que as partículas tinham formas ocas e o material se apresentava na fase amorfa, depois o mesmo foi tratado termicamente até adquirir a fase cristalina e o processo de fabricação se concluiu com a moagem úmida. Com o resultado das análises as partículas de FeAl_2O_4 obtiveram um tamanho médio de 50nm e a área superficial é dada em $93,748\text{m}^2/\text{g}$, com isso foi determinado o sucesso de todo o processo experimental.

Figura 3 - Padrões de XRD de partículas de FeAl_2O_4 (a) antes do tratamento térmico e (b) Após tratamento térmico a 600°C por 3 horas em atmosfera de 5% de H_2 / Ar.

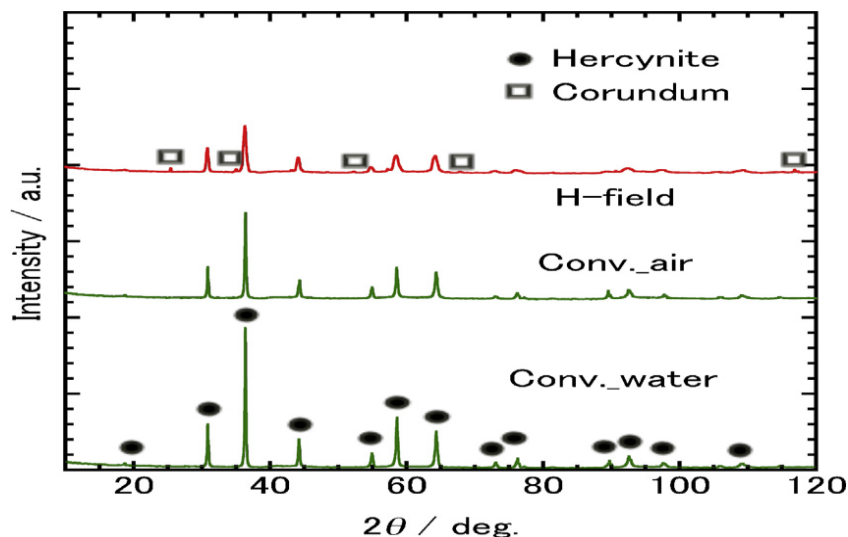


FONTE: YUN E KIM, 2010

Fukushima, Hayashi e Takizawa (2013), desenvolveram um estudo da estrutura e propriedades magnéticas do espinélio de hercínita (FeAl_2O_4), onde o mesmo foi submetido a

síntese por campo magnético de micro-ondas, para que ocorresse a investigação do efeito do campo-H (campo magnético) e de campos elétricos alternados sobre sua estrutura cristalina e o estudo de propriedades magnéticas em materiais antiferromagnéticos. Depois de sofrer um tempo de irradiação a amostra foi resfriada e posteriormente houve a caracterização pela difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de transmissão (MET), e ainda foi investigada a magnetização e susceptibilidade magnética do material. Após as análises da amostra identificou-se que a mesma apresentava cristais com tamanhos menores em relação à preparada pelo método de aquecimento convencional, também se percebeu que o cristal de hercínita depois da irradiação magnética converteu-se em uma fase amorfa, e se constatou um maior número de limite de grãos em comparação com a submetida pelo método tradicional e ainda se exibiu no material um maior nível de irradiação magnética.

Figura 4 - Padrões de difração de raios X (XRD) de aquecimento convencional e micro-ondas irradiação de campo magnético (campo H). Na figura, o campo H indica irradiação de campo-H, Conv. o ar indica aquecimento convencional e têmpera ao ar, e Conv. água indica aquecimento convencional e têmpera em água. As medições de XRD foram obtidos a uma velocidade de varredura de $0,2^\circ$ por minuto com radiação $\text{Cu-K}\alpha$.



FONTE: FUKUSHIMA, HAYASHI E TAKIZAWA, 2013

Rodriguez et al (2014), realizaram durante sua prática experimental uma análise do material cerâmico de hercínita (FeAl_2O_4), o mesmo foi preparado a partir do método de

ablação por laser pulsado em meio líquido (PLALM). Houve a formação de nanopartículas do material e depois se sucedeu a caracterização pelas técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET), difração de elétrons por área selecionada (SAED), análise de raios-X por energia dispersiva (EDX) e espectroscopia de fotoelétrons de raios-X. Os reagentes utilizados foram água destilada, álcool isopropílico e solução de 0,001M de n-dodecil sulfato de sódio (SDS). As análises de MET, SAED e EDX detectaram que as nanopartículas de hercínita possuíam formas esféricas e a difração de elétrons por área selecionada demonstrou que a estrutura dos cristais era cúbica. Determinou-se com base nas análises que o laser acabou influenciando nos tamanhos das partículas de espinélio. A pesquisa em questão entrou em concordância com a literatura em relação à estrutura catiônica do FeAl_2O_4 , exposta por Fe^{2+} e Al^{3+} e todo esse estudo demonstrou grande consonância com a base literária.

2.3 CONEXÃO COM O ENFOQUE CTSA

O enfoque ciência tecnologia sociedade e ambiente (CTSA) procura desenvolver um ensino mais enriquecedor, trazendo para o meio educacional metodologias mais fundamentadas em pensamentos mais amplos e contextualizados. Nesta concepção o ensino torna-se mais atrativo e a aprendizagem é baseada no contexto social, político, econômico, ambiental e científico, que possibilita ao aluno ter uma visão mais ampla do conteúdo e abrindo a possibilidade de envolvê-los em problemas de caráter público, que é apresentado a ele de acordo com a sua vivência e da sociedade como um todo, desta forma a aprendizagem se torna cada vez mais significativa (AKAHOSHI, 2012).

De acordo com De Jesus, Lorenzetti e Higa, (2015), a partir da abordagem CTS é possível construir um maior nível de compreensão e de caráter crítico sobre a nanotecnologia, tornando-a um “estranho íntimo das pessoas” e abrindo a possibilidade de o aluno adquirir um maior grau de conhecimento sobre tal área, possibilitando-o a ter propriedade de questionar e dar opinião a respeito do tema.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Os reagentes e materiais utilizados são:

- Pistilo e almofariz
- Chapa de aquecimento de temperatura máxima de 600°C
- Capsula de cerâmica
- Nitrato de Alumínio nonohidratado ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) - VETEC Fornecedor
- Nitrato de Ferro nonohidratado ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) – VETEC Fornecedor
- Ácido Cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) – VETEC Fornecedor

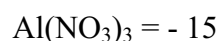
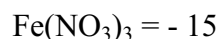
Neste presente trabalho inicialmente foi realizado uma pesquisa bibliográfica, onde se buscou por publicações acadêmicas, que apresentassem dentro de suas especificações o conceito de nanopartículas de espinélio e temas similares, e com base nisso foi discutido todas as ideias expostas durante a execução do trabalho.

Esta pesquisa acadêmica foi elaborada em duas etapas, uma parte experimental e outra com foco educacional, ambas buscando relatar e incentivar explorações futuras sobre esta temática.

A prática experimental se procedeu através da execução de uma síntese por método de combustão de nanopartículas de espinélio aluminato de ferro.

Para realizar o processo de síntese dos pós pelo método de reação por combustão, foram utilizados como reagentes $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (oxidantes), e como combustível foi utilizado o ácido cítrico $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$. A proporção da mistura inicial foi calculada de acordo com as valências dos reagentes, de modo a favorecer a relação Σ valências oxidantes + Σ valências redutoras = 0

Para a realização do cálculo das valências dos reagentes será utilizado os valores das valências de cada elemento presente como produtos da reação. Com isto para os elementos químicos N, O, C, H, Fe, Al, presentes nos reagentes, onde se utilizará como NOX os valores 0, -2, +4, +1, +2, +3, respectivamente. Ao Usar estes valores das valências de cada elemento a valência resultante de cada reagente será:



Calculo do valor de n:

$$(-15) + 2.(-15) + n.(+18) = 0$$

$$\rightarrow n = 2,5 \text{ mols}$$

Esta síntese de combustão foi realizada no laboratório de Química do CFP/UFCG, Campus Cajazeiras, utilizando equipamentos e reagentes próprios do centro Universitário. Este método de síntese como a própria literatura descreve é feito de forma simples, é considerado rápido em comparação a outros métodos. A preparação começou pela realização dos cálculos estequiométricos e depois se deu início ao processo de pesagem dos reagentes em uma balança de precisão, que apresenta quatro casas decimais. Posteriormente os reagentes foram dissolvidos em uma solução aquosa, e colocados em uma placa aquecedora que apresenta temperatura máxima de 600°C como mostra a Figura 5, o composto ficou submetido ao aquecimento pelo tempo médio de 45 minutos até ocorrer à combustão do material, terminado esse processo houve a formação do produto ainda com composição densa, depois o material foi pulverizado com uso do pistilo e do almofariz, este processo prosseguiu até que o pó fosse totalmente desaglomerado, e pra finalizar a prática experimental houve o processo de calcinação do material. O produto da síntese foi calcinado em um forno mufla com temperatura máxima de 1200°C em atmosfera ambiente durante 4 horas a temperatura de 400°C.

Figura 5 - Mostra o sistema de aquecimento da solução para a formação do produto da combustão.



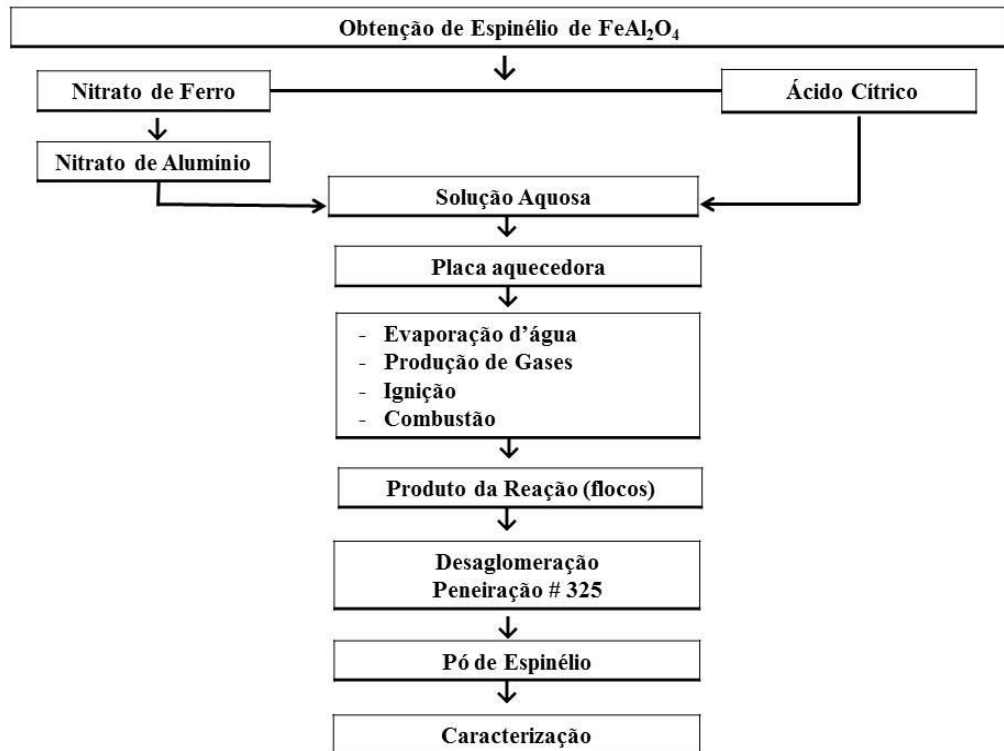
Todas as amostras foram encaminhadas à caracterização para determinação das fases formadas através da técnica de difratometria de raios-X, em equipamento marca SHIMADZU modelo XRD 6000, com fonte de radiação de $\text{CuK}\alpha$, voltagem de 30 kV e corrente de 30 mA, com filtro de Ni. A propriedade magnética do pó cerâmico foi verificada por meio da observação do comportamento deste composto em indução ao imã, onde se realizou uma demonstração utilizando uma folha de papel, contendo o pó sobre sua superfície, e um imã de HD de computador.

O material obtido direto da síntese foi submetido à análise termogravimétrica em sistema acoplado a um sistema de aquisição de dados (unidade computacional). Usou-se uma massa de aproximadamente de 5 mg de amostra depositada em um cadinho de platina. A faixa de temperatura de análise foi de 25 a 900°C , usando-se uma razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e um fluxo de atmosfera dinâmica de ar de $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

A análise térmica diferencial foi aplicada para o material obtido, utilizando-se um equipamento, modelo DTA-7, PERKIM ELMER, usando a faixa de temperatura de 25 a 1000°C . Os ensaios foram conduzidos utilizando uma massa da amostra de 35mg, numa razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, e sob um fluxo de atmosfera dinâmica de ar de $50\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

O fluxograma abaixo descreve como foi executado todo o procedimento experimental e posteriormente a execução da técnica de caracterização.

Figura 6 - Fluxograma da metodologia para a obtenção e caracterização do espinélio de Alumínio e ferro.



Fonte: Próprio autor, 2018

A etapa educacional se sucedeu através da realização de uma palestra/vídeos, que trouxe como tema “O uso de sínteses de compostos inorgânicos para o ensino de Química” e posteriormente houve a aplicação de um questionário de avaliação de conhecimento com perguntas referente à apresentação.

A exposição da palestra se procedeu com a explanação do experimento de síntese de aluminato de ferro preparado pelo método de combustão, todo o contexto que o cerca e procurando relacionar este estudo experimental a ferramentas didáticas tendo como principal foco o ensino superior e ainda no decorrer dessa apresentação houve a execução de vídeos de práticas experimentais e uma demonstração com a comprovação das propriedades magnéticas do pó cerâmico obtido através do uso de um ímã. Este momento transcorreu-se em uma turma de Química inorgânica descritiva do curso de licenciatura em Química da UFCG/CFP.

A palestra teve a duração de 30 minutos e depois se sucedeu a resolução do questionário pelos alunos presentes. Esta disciplina de graduação possui 14 alunos matriculados, onde no dia da aplicação desta pesquisa 9 alunos estavam presentes.

Durante a discussão do questionário os alunos submetidos à pesquisa foram representados pela denominação “aluno e um número de referência de 1 a 9”, escolhido aleatoriamente e de acordo com a quantidade de discentes que realizaram o questionário.

De uma forma geral esta pesquisa acadêmica se classifica como aplicada, explicativa, quantitativa e experimental.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

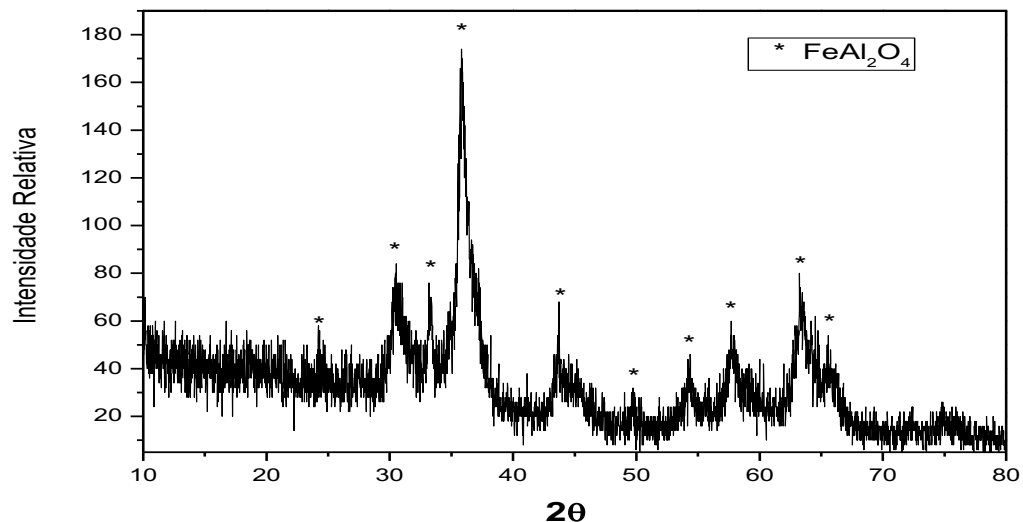
De modo que o trabalho foi realizado em duas etapas, se faz necessário fazer as discussões separadamente e esclarecer todos os pontos desses dois focos de pesquisa. Foi comprovado neste estudo que é possível realizar uma pesquisa experimental e procurar extrair dela alguma abordagem didática, que possa contribuir tanto na teoria como na prática.

4.1 ANÁLISES EXPERIMENTAIS

Foram realizadas as análises de difração de raios-X do material preparado em dois períodos, inicialmente com o pó produzido pelo processo de síntese e posteriormente com o mesmo depois da submissão no processo de calcinação de 3 horas a 400°C á atmosfera ambiente. A amostra obtida direto da síntese formou um sistema monofásico com estrutura tipo espinélio de aluminato de ferro (FeAl_2O_4). O difratograma de raios-X transmitiu resultados bem satisfatórios para o pó preparado, se percebeu que o pó amorfo apresentou tendências cristalinas em sua estrutura como é observado na Figura 7, onde o mesmo dispõe de um conjunto de picos com formato aberto e com a presença de fases carbonáceas, que é percebido pela dificuldade de visualização em alguns desses picos. Os ângulos de incidência dos picos determinados pela DRX para o pó direto da síntese foram: $\theta_1 = 24,17$; $\theta_2 = 30,58$; $\theta_3 = 33,21$; $\theta_4 = 35,84$; $\theta_5 = 43,74$; $\theta_6 = 43,74$; $\theta_7 = 54,37$; $\theta_8 = 57,66$; $\theta_9 = 63,21$; $\theta_{10} = 65,55$. A partir da análise foi possível indicar que esta fase obtida é determinada pela carta JCPDS 86-2320, além disso, a fase obtida mostra que não existe a presença de fase secundarias.

Ao relacionar os valores de DRX com o estudo realizado por YUN E KIM, 2015, pode-se verificar a grande semelhança das análises, comprovando que a fórmula estrutural do aluminato de ferro disposta por FeAl_2O_4 realmente foi obtida por meio da síntese produzida. Segundo Yun e Kim (2015), após a preparação do material, as partículas estavam em sua fase amorfa mesmo depois de submetidas a altas temperaturas pelo processo de pirólise, ainda não apresentavam cristalinidade devido ao curto espaço de tempo do meio reacional onde as mesmas estavam presentes. A fase cristalina das partículas só foi alcançada depois da calcinação de 3 horas a 600°C em uma atmosfera de 5% de H_2 / Ar. A análise de DRX do material (FeAl_2O_4) após ser calcinado determinou os seguintes picos em $2\theta = 30,988$; $36,510$; $44,394$; $55,123$; $58,782$; e $64,590$. Esses valores foram dispostos em planos reticulares como (220), (311), (400), (422), (511), e (440) respectivamente, conforme identificados pela carta JCPDS 86-2320.

Figura 7 - Mostra o difratograma de raio-x das amostras obtidas direto da síntese de espinélio de FeAl_2O_4

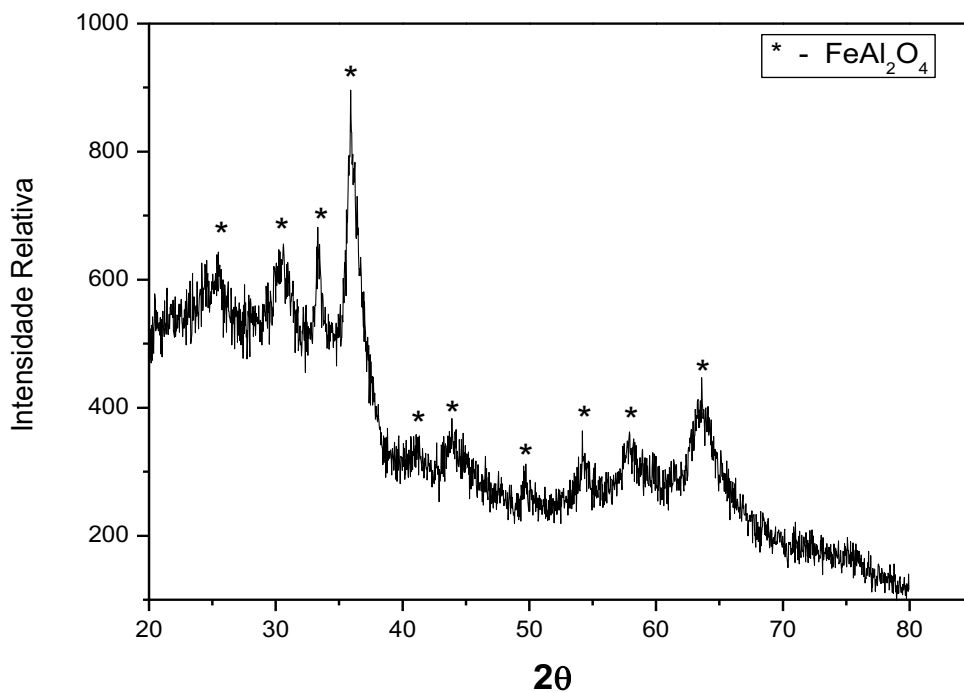


Fonte: Próprio Autor, 2018

De acordo com a Figura 8, o material calcinado determinou que houve diferença na sua estrutura cristalina, no qual o mesmo apresentou picos com intensidades menos elevadas

demonstrando sua maior cristalinidade, mas mantêm as fases catiônicas dos elementos que formam o cristal de espinélio, e a partir disso confirma que o seu arranjo estrutural cúbico de face centrada. Os valores de 2θ alcançados no gráfico mostram a aproximação de dados encontrados na literatura que confirma a conformação estrutural para o espinélio de hercínita. O aumento da cristalinidade se deve a eficiência do tratamento térmico, onde são liberadas partes das fases carbonáceas do pó, que possivelmente eram provenientes do ácido cítrico (combustível da reação).

Figura 8 - Mostra o difratograma de raios-X das amostras calcinadas a $400^{\circ}\text{C}/3\text{horas}$ de espinélio de FeAl_2O_4 .



Fonte: próprio autor, 2018

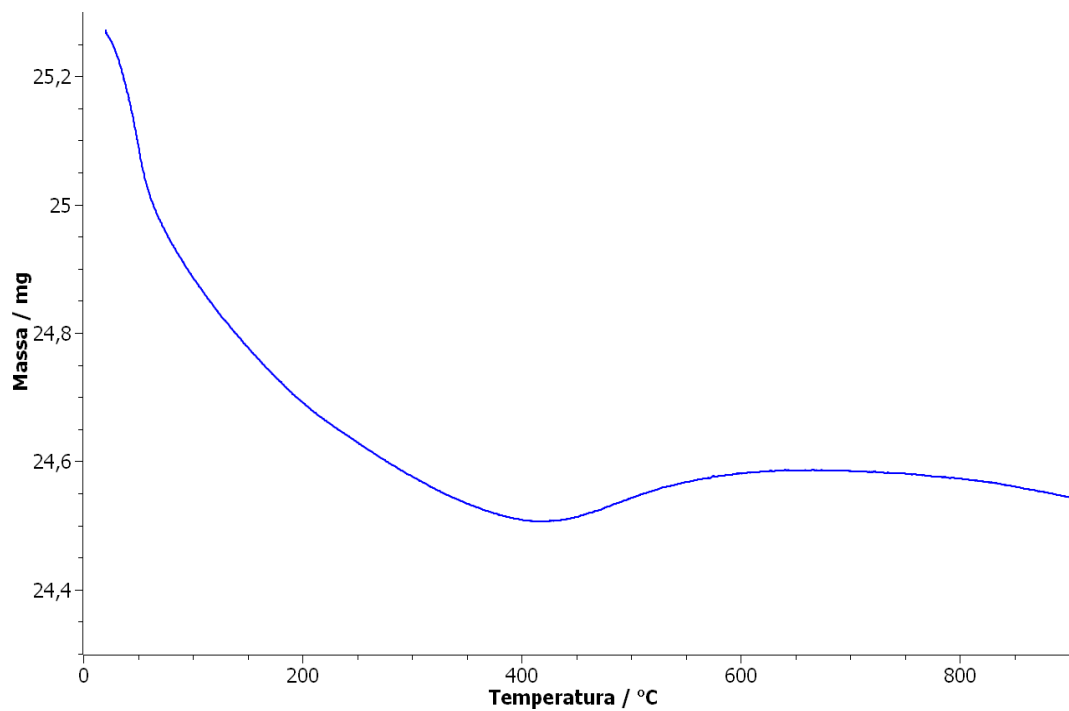
Através da demonstração de indução do material ao ímã, como mostra na figura 9, ficou certificado que o pó obtido pela síntese de combustão realmente apresenta propriedades magnéticas efetivas em sua composição, no qual o pó foi fortemente atraído pelo campo magnético gerado pelo ímã.

Figura 9 – Demonstração do pó obtido pela síntese de combustão sendo atraído pelo ímã.



Fonte: Próprio Autor, 2018

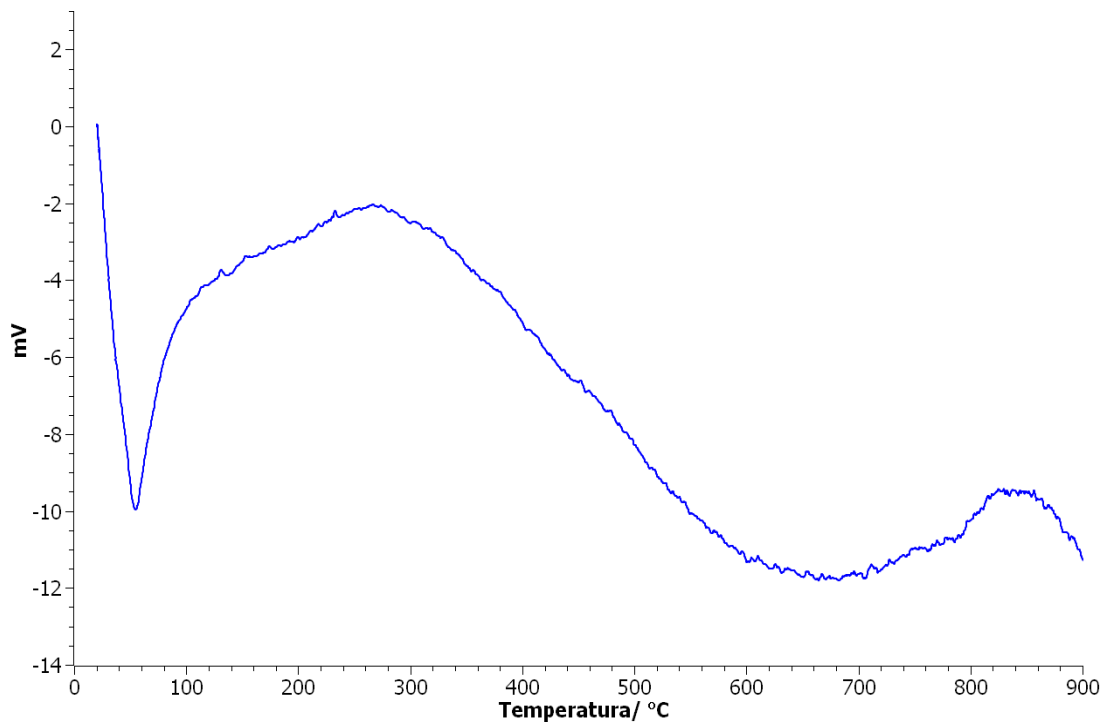
Figura 10 – Curva termogravimétrica da amostra obtida direto da síntese de combustão.



Fonte: Próprio Autor, 2018

De acordo com a Figura 10 observa-se que o material obtido tem uma excelente estabilidade com uma perda de massa de 0,75 mg, indicando aplicação em processos catalíticos em que as reações ocorrem em temperaturas de até 500°C aproximadamente, porém podem ser submetidos a reações com temperatura de até 900°C, de acordo com o comportamento estável da curva.

Figura 11 – Curva de DTA para a amostra obtida direto da síntese.



Fonte: Próprio Autor, 2018

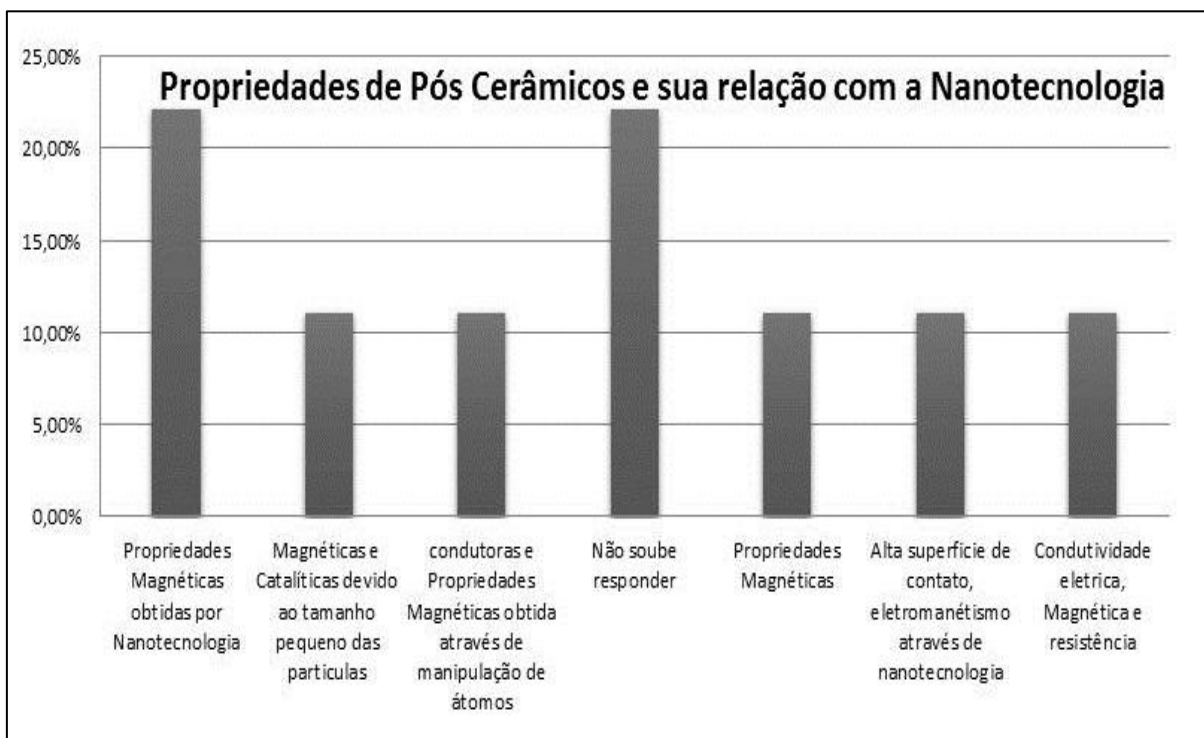
Como mostra a Figura 11, observa-se uma transformação bem característica com início em 80°C, possivelmente relativa à perda de água da amostra (água de dissolução) e inicial perda de matéria orgânica. A partir de 550°C observa-se uma transformação de fase que vai a aproximadamente a 750°C indicando a formação das fases de hematita e FeAl_2O_4 confirmadas pela difração de raio-X postadas na Figura 7.

4.2 ANÁLISE EDUCACIONAL

Antes de responderem as questões requeridas, todos os alunos presenciaram a palestra e a apresentação de vídeos de sínteses reais ocorridas na prática, no qual puderam absorver o conteúdo explanado.

Com a obtenção das respostas redigidas pelos graduandos pôde-se construir uma condição para facilitar a análise e conseqüentemente discutir explorando bem todas as respostas.

Figura 12 – Mostra as Concepções dos discentes sobre o pó cerâmico e o seu tamanho nanométrico.



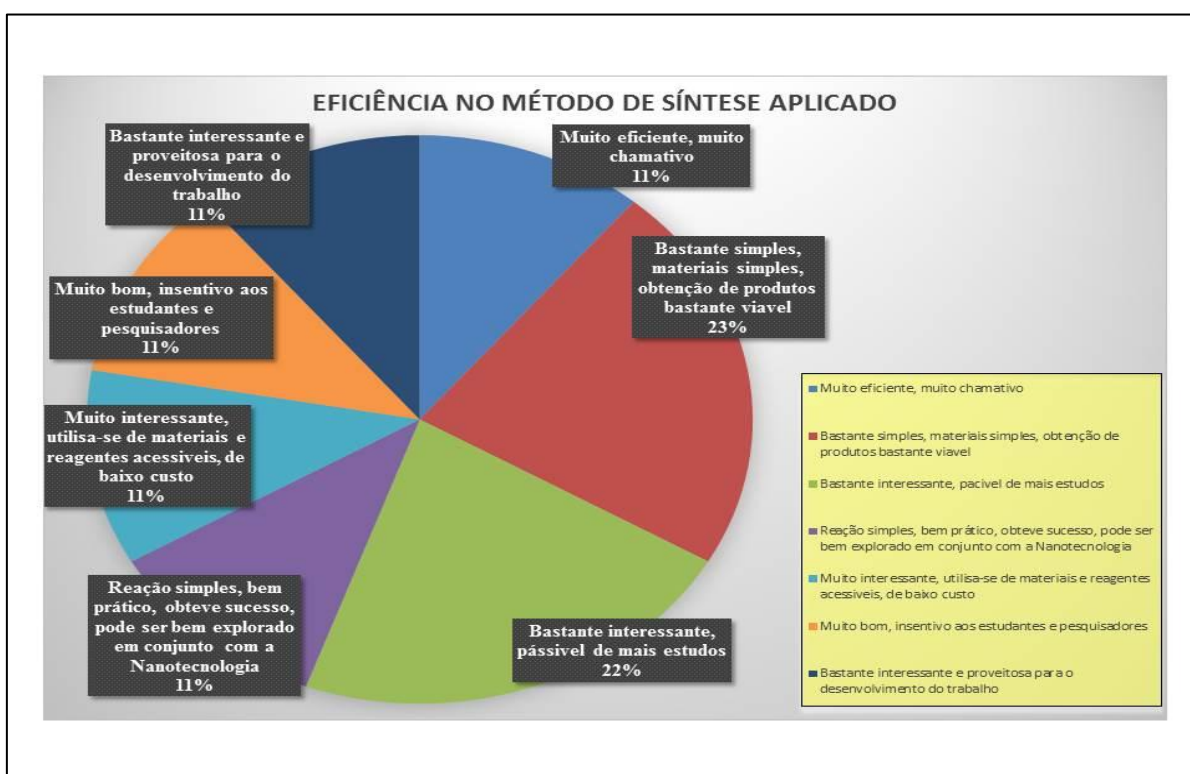
Fonte: Próprio Autor, 2018

De acordo com a Figura 12 percebe-se que considerando a propriedade magnética como resposta, cerca de 80% dos discentes citou a propriedade magnética com relação ao composto de tamanho nanométrico, isto mostra como é importante divulgar o desenvolvimento de materiais em todo o âmbito da sociedade principalmente entre os

formadores de opinião. Os outros 20 % não quiseram ou não souberam responder, este resultado mostra a falta de interesse ou a falta de base teórica dos discentes.

Ainda observando a figura 12, nota-se que mais da metade dos alunos (55,6%) não conseguiram fazer nenhuma relação entre as propriedades explanadas e o conceito de nanotecnologia. Realmente fica demonstrado que mesmo os graduandos em química possuem dificuldades no que se refere assimilação de partículas minúsculas e suas funcionalidades, ou ainda não conseguiram assimilar esta ideia durante a apresentação e também existe pouca ou quase nenhuma discussão em sala de aula sobre esse tipo de tecnologia que apresenta muita afinidade ao contexto químico.

Figura 13 – Mostra a partir da apresentação qual a concepção dos discentes sobre a eficiência do método de síntese aplicado.



Fonte: Próprio Autor, 2018

Como observado na Figura 13 cerca de 34% dos discentes acharam o método bastante simples, isto está em conformidade com a literatura, pois é um método rápido, porém sabe-se da complexidade reativa que ocorre em processo de alta temperatura e além disso, a questão da alta carga energética que está envolvida.

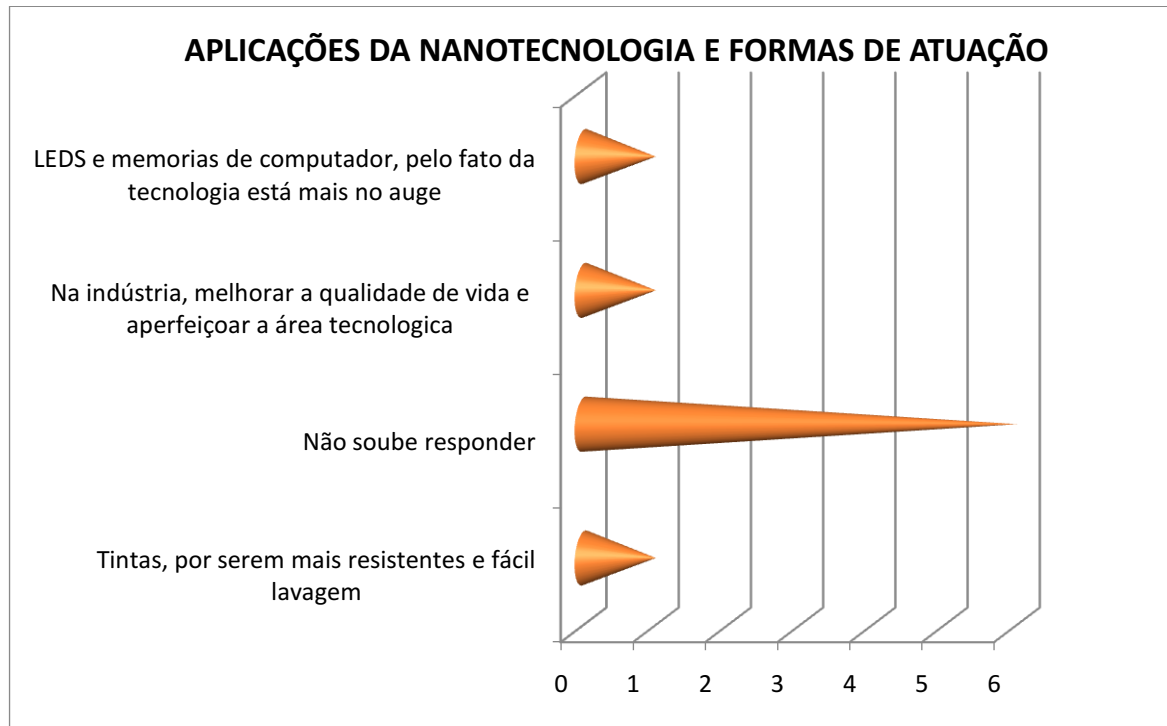
Muitos dos estudantes avaliados perceberam que os materiais utilizados neste tipo de método experimental são de fácil acesso, tornando possível a realização desta prática em laboratórios não muito sofisticados. Os equipamentos e reagentes empregados neste procedimento experimental realmente estão de acordo com a fundamentação do método de síntese de combustão, em relação à boa acessibilidade e o fácil manuseio dos mesmos, mas se deve salientar, que é necessário um controle rigoroso em todo esse processo de preparação.

Na questão 3 se pediu uma análise sobre o trabalho exposto na palestra, os alunos apontaram repostas distintas mostrando que obtiveram percepções diferentes pelo trabalho apresentado, mas todas entraram em concordância com a boa construção dessa pesquisa e com a ótima perspectiva que este tema proporciona.

O aluno 2, conforme destaca em sua escrita na 3ª questão: *“o trabalho realizado foi muito interessante pois o material estudado se mostra com grande potencial para aplicações visando a melhoria dos materiais e conseqüentemente a qualidade de vida.”* Este estudante relata de forma clara o que foi requerido no ato desta pergunta, visto que os nanomateriais representam desafios e metas no ramo da ciência e tecnologia, no qual dispõe de grandes peculiaridades, que os tornam um dos materiais mais surpreendentes no mundo tecnológico.

Ainda na questão três, o aluno 7 descreve a seguinte concepção sobre o trabalho: *“bom, nos mostra uma área pouco conhecida, mas bem promissora.”* A concepção deste estudante está de total acordo com a realidade do conteúdo principal desta pesquisa acadêmica, a mesma destinou pelo estudo e discussão sobre o material cerâmico de aluminato de ferro, que é o produto obtido pela síntese realizada. Este determinado espinelio ainda possui poucas pesquisas diretamente direcionadas ao estudo de sua morfologia, do seu comportamento em certos métodos de síntese e sua variada aplicabilidade, mas é um composto muito próspero e que apresenta características importantes para o campo da ciência e da nanotecnologia.

Figura 14 - Expõe aplicações da nanotecnologia abordadas e suas respectivas formas de atuação.



Fonte: Próprio Autor, 2018

De acordo com a figura 14 a maioria dos alunos (6) não soube responder este questionamento, indicando o pouco conhecimento tecnológico, e a desconexão dos mesmos a estudos científicos desta espécie ou se omitiram em relação a isso. Os outros 3 alunos redigiram aplicações que estão de acordo com a temática tecnologia apresentada.

As aplicações citadas por 2 alunos são revolucionárias para nanomateriais cerâmicos, que vem alcançando os mais variados estudos em tecnologia, são as aplicações em LEDs e tintas, ambos estão em constante avanço, tanto em fases de estudo, como também aqueles que já estão em fase de produção.

Nesta seguinte questão alguns discentes exprimiram confusão no ato de suas respostas, não reconhecendo exatamente conceitos simples como propriedade e aplicação, isto demonstra o pouco grau de conhecimento sobre princípios básicos da química, área no qual estão cursando ou optaram por não responder este tipo de questionamento. Como especifica o aluno 4: *“principalmente a dureza e o magnetismo, pois pode melhorar as propriedades de materiais existentes ou ser aplicados para desenvolver novas finalidades”*.

Ao longo deste trabalho foram abordados e implementados alguns pontos embasados no enfoque CTSA, em virtude da exposição desta pesquisa experimental, transformando o conceito científico estudado em ferramenta didática, e propiciando aos discentes conhecimentos em tecnologia e em procedimentos práticos de laboratório.

5. CONCLUSÕES

A síntese realizada por meio do método de combustão apresentou grande eficiência pelo qual foi obtido o produto monofásico de aluminato de ferro com a utilização do ácido cítrico como combustível da reação.

A carta JCPDS 86-2320 foi a que apresentou maior grau de semelhança para o material obtido nesta síntese, demonstrando que o espinélio realmente apresentou configuração FeAl_2O_4 .

De acordo com a análise termogravimétrica, A partir de 550°C observa-se uma transformação de fase que vai a aproximadamente a 750°C indicando a formação das fases de hematita.

O material realmente possui comportamento magnético como foi observado por sua atração ao ímã, percebida pela demonstração realizada.

A resolução da análise de difração de raios-X demonstrou que o pó apresenta uma grande tendência de possuir uma estrutura de configuração normal, apresentando os cátions de alumínio (Al^{3+}) na posição octaédrica e os cátions de ferro (Fe^{3+}) nas posições tetraédrica, através da DRX foi possível também determinar a cristalinidade do material, antes e depois do tratamento térmico, onde a fase cristalina atingiu melhores índices após a submissão do pó a esse processo.

Com base nas discussões dos respectivos questionários, pode-se afirmar que cerca de 80% dos alunos, submetidos à pesquisa educacional, mencionou a propriedade magnética com relação ao composto inorgânico de tamanho nanométrico, mostrando a grande assimilação desta propriedade a este tipo de material.

Ao longo de suas respostas os discentes reconheceram a eficiência e praticidade deste método de síntese e demonstraram entusiasmo em suas colocações

REFERÊNCIAS

ARAVIND, G.; RAVINDER, D. Preparation And Structural Properties Of Aluminium Substituted Lithium Nano Ferrites By Citrate-Gel Auto Combustion Method. Journal of Engineering Research and Applications, Vol. 3, Issue 6, Nov-Dec 2013, pp.1414-1421.

AKAHOSHI, Luciane Hiromi. Uma análise de materiais instrucionais com enfoque CTSA produzidos por professores em um curso de formação continuada. 2012. 162f. Dissertação (Mestrado) – Ensino de Ciências, Faculdade de Educação Instituto de Física, Instituto de Química, Instituto de Biociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

BEZERRA, Daniella C.; FERNANDES, Patrícia C.; SILVA, Taciana R. de G. Síntese de Ferrita NiFe₂O₄ e sua Incorporação em Compósitos de Poliamida 6. Parte 1: Caracterização Estrutural por DRX e MEV dos Pós e dos Compósitos. Polímeros, vol. 20, n. especial, p. 389-394, Campina Grande, PB 2010.

BORHAN, Drd. Chim. Synthesis and characterization of spinel oxide compounds AB₂O₄. 2013.32f. Tese (Doutorado) – AlexandruIoanCuzaUniversity, Faculty of Chemistry, Iasi.

CADIOLI, Luiz Paulo; SALLA, Luzia Dizulina. Nanotecnologia: um estudo sobre seu histórico, definição e principais aplicações desta inovadora tecnologia. Revista de Ciências Exatas e Tecnologia, v. 1, n.1, p.98-105, 2006.

CARACAS, Razvan. Spin and structural transitions in AlFeO₃ and FeAlO₃ perovskite and post-perovskite. Elsevier B.V. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 182, p.10–17. June,2010.

CHLAN, Vojtěch. Hyper ne Interactions in Ferrites with Spinel Structure. Ph.D. Thesis, Charles University in Prague Faculty of Mathematics and Physics, Prague 2010.

DE JESUS, Isabela Paulini; LORENZETTI, Leonir; HIGA, Ivanilda. A abordagem CTS em propostas de ensino da nanotecnologia. X Encontro nacional de pesquisas em educação em ciências – X ENPEC, Águas de Lindóia – SP, 2015.

FONTANIVE, V. C. P.; KHALIL, N. M.; COTICA L. F.; MAINARDES R. M. Aspectos físicos e biológicos de nanopartículas de Ferritas magnéticas. Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada. 2014. ISSN: 1808-4532.

FUKUSHIMA, Jun; HAYASHI, Yamato; TAKIZAWA, Hirotsugu. Structure and magnetic properties of FeAl_2O_4 synthesized by microwave magnetic field irradiation. *Journal of Asian Ceramic Societies* 1, Sendai, p.41–45. April 2013.

GANESH, I.; JOHNSON, R.; RAO, G.V.N.; MAHAJAN, Y.R.; MADAVENDRA, S.S.; REDDY, B.M. Microwave-assisted combustion synthesis of nanocrystalline MgAl_2O_4 spinel powder. *Ceramics International* 31, p.67–74. 2005.

JACINTHO, Guilherme Vianna de Melo; Síntese e caracterização de ferritas do tipo MFe_2O_4 (M = Fe e Co) modificadas pela adsorção de ácidos graxos derivados de óleos vegetais. 2007. 115f. Dissertação (Mestrado em Química), Instituto de Química, Universidade de Brasília, Brasília.

KLEMME, S.; MILTENBURG, J.C. Van. Thermodynamic properties of hercynite (FeAl_2O_4) based on adiabatic calorimetry at low temperatures. *American Mineralogist*, Volume 88, p. 68–72. 2003.

LU, An-Hui; SALABAS, E. L.; SCHÜTH, Ferdi. *Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application*. Weinheim: *Angew. Chem. Int. Ed.*, 46, 2007.

MAMINI, Javier Bustamante. Estrutura e propriedades via sol-gel. 2009. 200f. Tese (Doutorado em Ciências) – Universidade de São Paulo, Instituto de Física, Departamento de Física Aplicada. São Paulo.

MARTINS, Joêmia Leilane Gomes de Medeiros. Análise de antenas utilizando substrato cerâmico, ZPT, produzido por síntese auto propagante para aplicações em sistemas de micro-ondas. 2013.107f. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica e Computação) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

MIRANDA, Edgar Andrés Chavarriaga; CARVAJAL, Juan Fernando Montoya; BAENA, Oscar Jaime Restrepo. Effect of the Fuels Glycine, Urea and Citric Acid on Synthesis of the Ceramic Pigment ZnCr_2O_4 by Solution Combustion. *Materials Research*.18(5): 1038-1043. September de 2015.

PATIL, K. C.; HEGDE, M. S.; RATTAN, Tanu; ARUNA, S. T. *Chemistry of nanocrystalline oxide materials, combustion synthesis, properties and applications*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. 2008.

RIBEIRO, Vander Alkmin dos Santos. Propriedades Magnéticas e Elétricas da Ferrita de Cobre dopada com Chumbo. 2015.136f. Tese (Doutorado em Ciências em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá.

RODRIGUEZ, Guadalupe Alan Castillo; GUILLEN, Grisel García; PALMA, Maria Isabel Mendivil; ROY, TusharKanti Das; HERNANDEZ, Ana Maria Guzman; Synthesis and Characterization of Hercynite Nanoparticles by Pulsed Laser Ablation in Liquid Technique. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, p.1–10. 2014.

SILVA, Marcelo dos Santos. Estudo das propriedades magnéticas das ferritas $Zn_xMg_{1-x}Fe_2O_4$ sintetizadas pelo método da reação de combustão. 2010.71f. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal de Goiás, Instituto de Física, Goiânia.

SUGIMOTO, Mitsuo. The Past, Present, and Future of Ferrites, *Journal of the American Cerami'c Society*, Ichihara-city, 6 de janeiro de 1999. Department of Culture and Information, Tokyo Heisei University, p.269-280.

TASCA, Rodolfo A., ALMEIDA José R. L. de; DA SILVA, Delmarcio G., Fernando M. de MELO; TOMA Henrique E. Desenvolvendo Habilidades e Conceitos de Nanotecnologia no Ensino Médio por Meio de Experimento Didático Envolvendo Preparação e Aplicação de Nanopartículas Superparamagnéticas. *Quím. nova escola*, São Paulo-SP, Vol. 37, N° 3, p. 236-240, agosto. 2015.

VITOR, P. A. M.; TOPOLKI, D. K.; LIMA, A. N. C.; BRAGANÇA, S. R.; BERGMANN, C. P. Preparação e caracterização de espinélio $MgAl_2O_4$ nanoestruturado através de síntese por combustão em solução *Cerâmica* 62 p.230-236. 2016.

YUN, Jaecheol; KIM, Yangdo. Preparation of Iron Aluminate ($FeAl_2O_4$) Nanoparticles from $FeAl_2O_4$ Hollow Particles Fabricated by using a Spray Pyrolysis Process. *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 66, No. 10, p.1503-1507, May 2015.

APÊNDICE

Segue abaixo os slides de apresentação da palestra ministrada na turma de Química inorgânica descritiva:



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE FORMAÇÃO DE PROFESSORES
UNIDADE ACADÊMICA DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
CURSO: LICENCIATURA EM QUÍMICA
DISCIPLINA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**USANDO SÍNTESES DE COMPOSTOS INORGÂNICOS
PARA O
ENSINO DE QUÍMICA**

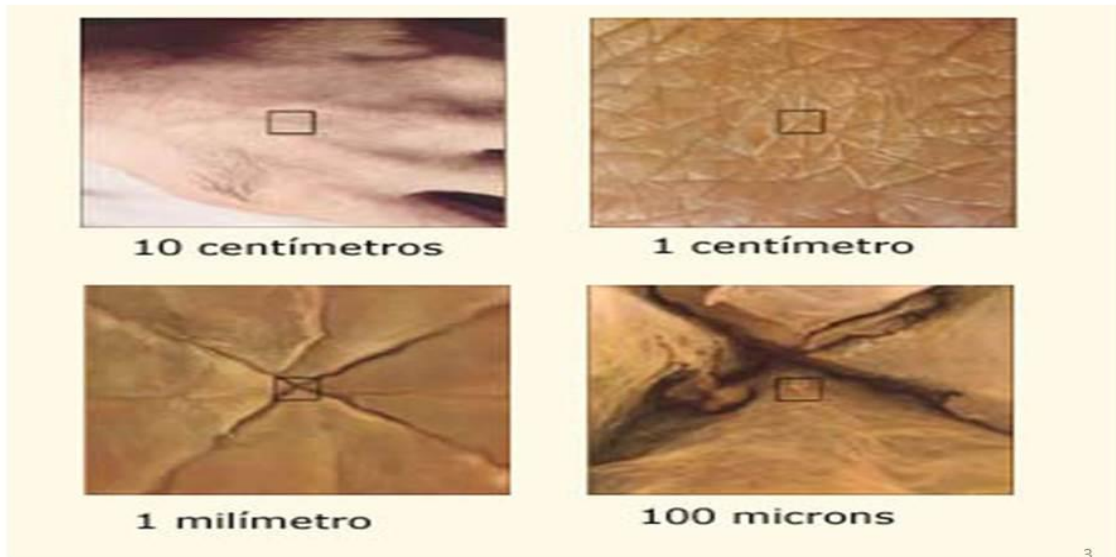
1

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE
NANOPARTICULAS DE ESPINÉLIO
DE ALUMINATO DE FERRO
(FeAl_2O_4) OBTIDOS POR REAÇÃO
DE COMBUSTÃO**

Graduando: André da Silveira Vasconcelos

Nanotecnologia

- Dimensão nano



Nanotecnologia

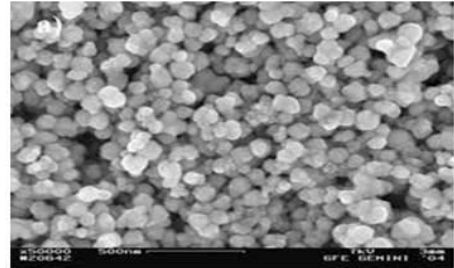
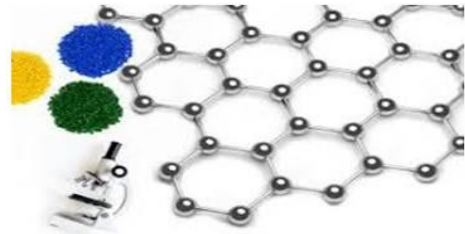
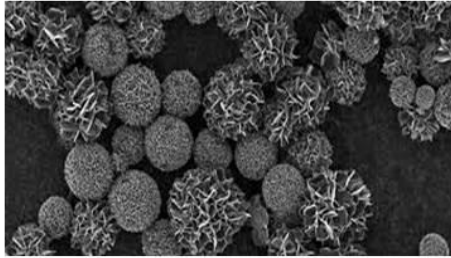
- Dimensão nano



Nanotecnologia

Manipulação de átomos e moléculas

- Tamanho do átomo: 0,03nm a 0,27nm



5

Nanotecnologia

- Propriedades
 - Área superficial
 - Magnetismo
 - Condutividade elétrica
 - Catálise

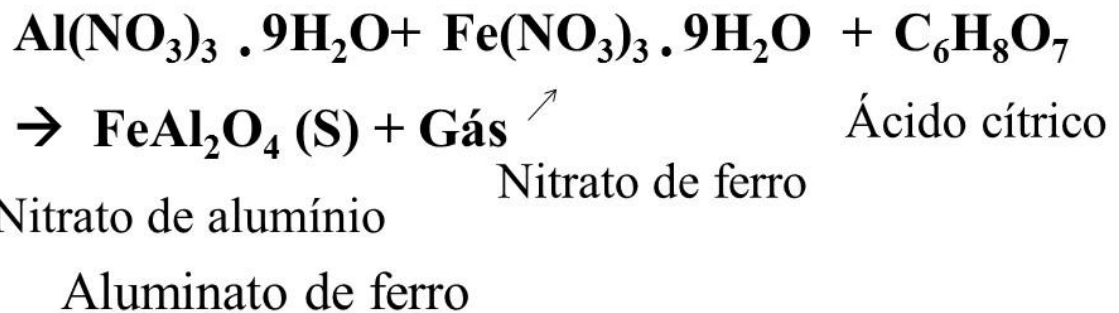
- Efetividade da reação

Cerâmicas Convencionais

- Cerâmicas são compostos inorgânicos, como óxidos, sulfetos, nitretos, carbetos, silicatos, carbonatos.
- Geralmente isolantes térmicos e elétricos, apresentam altas resistências térmica e química, alta dureza, mas são materiais quebradiços.

7

Síntese de combustão



8

Procedimento experimental

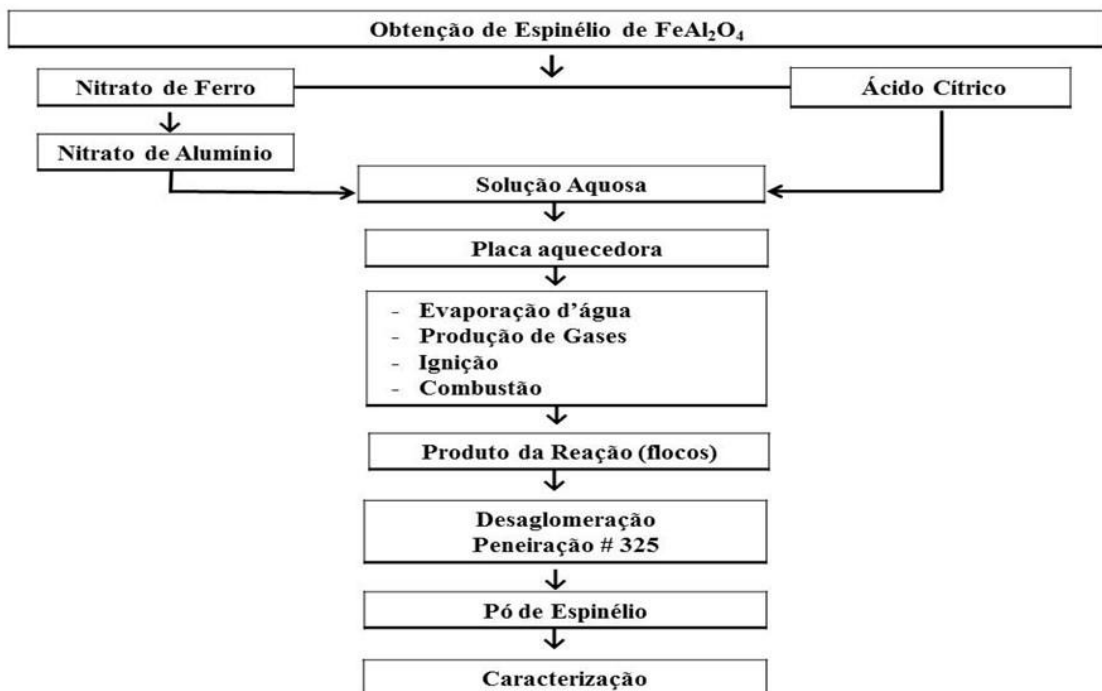
➤ Reagentes e materiais utilizados:

- Pistilo e almofariz
- Chapa de aquecimento de temperatura máxima de 600° C
- Capsula de cerâmica
- Peneira de mesh #350
- $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Ácido Cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)



11

Procedimento experimental



Fonte: Própria

12

Vídeos de Experimentos com a obtenção de produtos nanométricos

- Síntese de Aluminato de Ferro
- Síntese de Ferro/Niquel
- Síntese de Alumínio/Niquel

13

Aplicação de Compostos Cerâmicos em Catálise

- A alumina ou óxido de alumínio (Al_2O_3)
 - representante do grupo dos materiais cerâmicos especiais.
 - Para uso em catálise, as aluminas γ , η e χ são as mais estudadas devido as sua características superficiais e propriedades estruturais.
 - Indústria química
 - Catalisadores;
 - Suporte de catalisadores;
 - Conversores catalíticos de automóveis.

14

Catalisadores Three-Way

- Os motores geram (CO e CO₂), (NO_x), (CHO), (HC) e (SO_x) (Taylor, 1990);



Catalisadores Three-Way

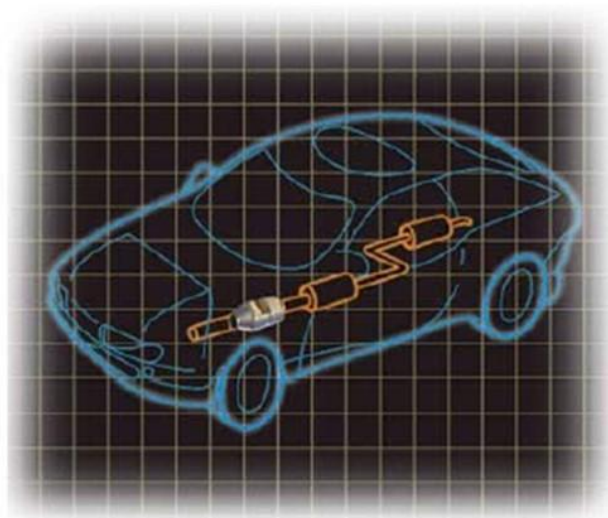


Figura 3.4 – Localização do conversor catalítico no automóvel.

Exemplos de Materiais Magnéticos

- Muitos materiais de alto valor tecnológico, como componentes eletrônicos, apresentam a estrutura da perovskita ABO_3 . Esse é um material promissor para a nova geração de células solares, LEDs e memórias RAM.



17

APLICAÇÕES DE NANOMATERIAIS

- um nanomaterial de óxido de titânio e partículas de prata que deixa os secadores de cabelos muito mais higiênicos. O material ajuda a manter o seu cabelo livre de bactérias e outras impurezas.



18

APLICAÇÕES DE NANOMATERIAIS

- Mercedes desenvolveu uma tinta especial composta por nanobolhas de tinta. Essas bolhas são rompidas juntamente com qualquer dano provocado à pintura e liberam partículas de tinta que preenchem as lacunas automaticamente.



19

Aluminato de ferro (FeAl_2O_4)

- Fornece uma excelente combinação de propriedades físicas e químicas:
 - Alta resistência mecânica,
 - Alta estabilidade de temperatura
 - Boas propriedades magnéticas
- Aplicações:
 - Pigmento na produção de porcelana
 - Aditivo cerâmico
 - ferramentas de polimento ou corte

20

Propriedades magnéticas do pó cerâmico



VIDEO

21

REFERÊNCIAS

- <https://pt.slideshare.net/materiaissustentabilidade/nanomateriais>
- <https://www.tecmundo.com.br/nanotecnologia/23661-9-objetos-cotidianos-que-usam-nanotecnologia.htm>
- <https://www.youtube.com/watch?v=6OFq-doI-8c>
- SILVA, Silvelene Alessandra da. Síntese química e calcinação por micro-ondas de pós nanoestrutura dos de alumina. São José dos Campos : INPE, 2010.

22

- Segue o questionário aplicado na pesquisa educacional

QUESTIONÁRIO
SÍNTESES DE COMPOSTOS INORGÂNICOS PARA O ENSINO DE QUÍMICA

1- O pó inorgânico obtido no experimento possui algumas propriedades bem conhecidas, quais são? E como relaciona-las á nanotecnologia?

2- Qual a sua análise sobre o método de síntese aplicado no trabalho?

3- Descreva sua concepção sobre o trabalho experimental realizado?

4- Durante a apresentação foram expostas algumas aplicações da nanotecnologia, quais lhe chamaram a atenção? E por quê?

ANEXO



Revista Brasileira de Ensino de Ciência e Tecnologia

ISSN: 1982-873X

CAPA SOBRE PÁGINA DO USUÁRIO PESQUISA ATUAL ANTERIORES NOTÍCIAS

Capa > Usuário > Autor > Submissões > #9266 > **Resumo**

#9266 Sinopse

RESUMO AVALIAÇÃO EDIÇÃO

Submissão

Autores	André da Silveira Vasconcelos, Luciano Leal de Moraes Sales	
Título	O USO DA SÍNTESE DE COMBUSTÃO PARA OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS CERÂMICAS APLICADO NO ENSINO DE QUÍMICA: UMA ABORDAGEM EM CTSA NAS AULAS DE QUÍMICA INORGÂNICA	
Documento original	Nenhum(a)	
Docs. sup.	Nenhum(a)	INCLUIR DOCUMENTO SUPLEMENTAR
Submetido por	André da Silveira Vasconcelos	
Data de submissão	dezembro 27, 2018 - 09:13	
Seção	Artigos	
Editor	Nenhum(a) designado(a)	

Situação

Situação	Aguardando designação
Iniciado	2018-12-27
Última alteração	2018-12-27

USUÁRIO

Logado como:
andre48

- [Meus periódicos](#)
- [Perfil](#)
- [Sair do sistema](#)

AUTOR

Submissões

- [Ativo \(4\)](#)
- [Arquivo \(0\)](#)
- [Nova submissão](#)

IDIOMA

Selecione o idioma

Português (Brasil) ▼

[Submeter](#)

CONTEÚDO DA REVISTA

Pesquisa

Escopo da Busca

Todos ▼