

SÍNTESE DAS ESTRUTURAS ÓXIDO DE CÉRIO (CeO₂) EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DE SÍNTESE.

Ana Letícia P. Figueiredo¹(IC), Adelio J. M. G. Santos¹(IC), Otto M. A. Cordeiro¹(IC), Daniel C. Amaral¹ (PG), Hugo M.S. Nascimento¹ (PG) Francisco M. Filho (PQ)¹

¹ Universidade Federal de Itajubá.

Palavras-chave: Óxido de Cério, Síntese Hidrotermal, Síntese por-Microondas .

Introdução

Desde sua descoberta pelos cientistas Jakob Berzelius e Wilhelm Hisinger na Suécia e Martin Heinrich Klaproth na Alemanha em 1803 (CARVALHO, 2020), o óxido de cério tem sido objeto de intensa pesquisa na comunidade científica devido à sua estabilidade como um dos óxidos formados por esse elemento e suas notáveis propriedades. Entre essas propriedades, destacam-se sua faixa de potencial redox, alta mobilidade de oxigênio em sua estrutura cristalina, afinidade com compostos contendo oxigênio, nitrogênio e enxofre, e diversas aplicações em várias áreas, incluindo catálise, células combustíveis, indústria e medicina (MARTINS; HEWER; FREIRE, 2007).

O óxido de cério (CeO₂) é um metal de transição interna pertencente ao grupo dos lantanídeos, localizado no bloco f da tabela periódica. O cério é um dos elementos do grupo das terras raras e é relativamente abundante, com número atômico $Z = 58$ e configuração eletrônica [Xe]4f¹5d¹6s². Devido à sua eletropositividade, o cério possui dois estados de oxidação predominantes: Ce⁺³ e Ce⁺⁴. O estado Ce⁺³, trivalente, compartilha semelhanças com outros lantanídeos no mesmo estado de oxidação, mas é facilmente oxidado a Ce⁺⁴ e é instável em contato com ar e água. O estado Ce⁺⁴, tetravalente, é considerado eletronicamente estável devido à sua configuração eletrônica semelhante à de um gás nobre ([Xe]4f⁰) (CARVALHO, 2020).

A síntese do óxido de cério pode ser realizada por diversos métodos, neste trabalho utilizamos o método de síntese hidrotermal assistida por micro-ondas (HAM). Este método se destaca por aquecer uniformemente a amostra, acelerar os processos de difusão, melhorar as propriedades mecânicas do sólido e reduzir o consumo de energia elétrica. Além disso, permite obter nanomateriais com alta pureza e cristalinidade, com controle preciso de homogeneidade, tamanho de partícula, composição química e morfologia das fases (CARVALHO, 2020).

Dado que a temperatura desempenha um papel crucial no resultado final de qualquer síntese, o presente estudo visa aprender sobre esta síntese desde dos seus cálculos até a operação do equipamento em diversas temperaturas (50°C, 100°C e 150°C) a 10°C/min. Para atingir esse objetivo, foram realizados diversos treinamentos e ensinamentos, tornando-o parte fundamental deste trabalho.

Metodologia

Este trabalho foi dividido em duas partes distintas. A primeira parte envolveu uma revisão literária, na qual adquirimos conhecimento teórico sobre a síntese do óxido de cério (CeO₂). Nesta fase, nos familiarizamos com os princípios fundamentais envolvidos na síntese, suas etapas críticas e as variáveis que podem afetar o resultado final.

Na segunda parte do trabalho, focamos na síntese do óxido de cério usando o método hidrotermal assistido por microondas. Durante essa etapa, foi essencial manter a ênfase na compreensão minuciosa do processo de síntese, visando garantir um controle eficaz do mesmo.

Para realizar a síntese do CeO₂, medimos a massa precisa de cada reagente em uma balança analítica, visando a preparação de 7,00 g do material. Primeiro, dissolvemos o nitrato de cério III em água destilada e aquecemos a mistura a 60°C, com agitação constante, até completa dissolução. Continuamos o aquecimento a 60°C e ajustamos o pH da solução adicionando lentamente uma solução aquosa de KOH (2 molar) até atingir um valor próximo a 10. A mistura foi mantida sob agitação para homogeneização completa. As soluções resultantes foram transferidas para um reator de Teflon, que é transparente à radiação de micro-ondas, lacrado e colocado em um forno de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (2,15 GHz, 800 W). Repetimos esse processo em três temperaturas diferentes: 50°C, 100°C e 150°C, durante 8 minutos, com uma taxa de aquecimento constante de 10°C/min.

Após a síntese assistida por micro-ondas, resfriamos o reator à temperatura ambiente. A suspensão resultante foi transferida para tubos de centrifugação e submetida a quatro ciclos de lavagens com água destilada em uma centrífuga a 2000 rpm. O tempo de cada etapa de lavagem foi escalonado, começando com 35 minutos e aumentando em 10 minutos nas etapas subsequentes. Por fim, coletamos os precipitados e os secamos a 100°C por 12 horas em uma estufa.

Resultados e discussão

Os pós resultantes da síntese, exibindo uma leve coloração amarelada e são facilmente desaglomerados. Esse estudo destaca a eficácia da síntese hidrotermal assistida por micro-ondas, que é caracterizada por sua metodologia simples, rápida e de fácil aplicação.

Uma das vantagens desse método é a eliminação da necessidade de uma etapa de calcinação após a síntese, algo comum em outros processos. Além disso, a síntese hidrotermal assistida por micro-ondas não requer altas temperaturas e pressões, o que a torna ainda mais vantajosa. Outros benefícios incluem um aquecimento uniforme, rápido e a operação a temperaturas mais baixas, resultando em um consumo de energia reduzido. Essa síntese utiliza um método conhecido como "bottom-up" ou de baixo para cima, que envolve a criação de nanoestruturas a partir de átomos, moléculas ou unidades ainda menores. A principal vantagem desse método é o alto controle sobre o tamanho das nanopartículas, garantindo uma composição química homogênea e minimizando defeitos na estrutura final. (ERHARDT, 2022)

No entanto, é importante mencionar que a síntese hidrotermal assistida por micro-ondas também apresenta algumas desvantagens, como o custo elevado do equipamento. Em resumo, esse método oferece uma abordagem eficiente e controlada para a produção de materiais nanométricos, eliminando etapas adicionais e reduzindo o consumo de energia.

Conclusões

A síntese hidrotermal assistida por micro-ondas é um método eficaz para criar materiais nanométricos em diversas temperaturas, destacando-se pela simplicidade, rapidez e eficiência. Este método oferece um controle sobre a homogeneidade, tamanho, composição química, formação de fases e morfologia dos produtos resultantes. Além disso, possibilita a variação de temperatura e ajuda a minimizar defeitos na estrutura. Porém, o custo do equipamento é uma desvantagem. Em suma, é uma

abordagem valiosa para produzir materiais nanométricos em diversas aplicações.

Agradecimentos

Agradecemos à Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados (LIMAV) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio essencial fornecido durante este projeto de pesquisa. Suas contribuições foram fundamentais para o sucesso deste estudo.

Referências

- CARVALHO, J. C. L. **Produção de CeO₂ Modificado com Cobalto Obtido pelo Método Hidrotermal Assistido por Micro-ondas**. 2020. 98 p. Dissertação (Mestrado em Materiais para Engenharia) - Universidade Federal de Itajubá, Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia, Itabira, 2020.
- MARTINS, T. S.; HEWER, T. L. R.; FREIRE, R. S. Cério: propriedades catalíticas, aplicações tecnológicas e ambientais. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 8, Out. 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422007000800035>. Acesso em: 17 ago 2023.
- ERHARDT, C. S. **Obtenção de Ga-ZnO por síntese hidrotermal assistida por micro-ondas e sua caracterização microestrutural e de propriedades fotofísicas**. 2022. 94 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M), Porto Alegre, 2022.