

Síntese não-isotérmica de ferritas: monitoramento em tempo real em reator de batelada automatizado.

Jeferson G. da Silva (PQ)¹, Lorryne O. Nascimento (IC)¹, Clarisse L. de Assis (IC)¹, Marco T. R. Alves (IC)¹, Juliano R. Pereira (TM)¹, Ângelo M. Denadai (PQ)^{1*}. (angelo.denadai@ufjf.edu.br)

¹Departamento de Farmácia, Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Campus Governador Valadares.

Palavras Chave: Ferritas, método hidrotérmico, reator de batelada

Introdução

Ferritas são óxidos formados por cátions Fe(III) e cátions divalentes organizados em estruturas cúbicas do tipo espinélio. Esses materiais são extensivamente estudados devido às suas aplicações na indústria eletroeletrônica, em catálise e na obtenção de fluidos magnéticos¹. Uma grande dificuldade ainda encontrada na preparação das ferritas é a falta de parâmetros que possam ser correlacionados com o controle do tamanho em um processo em escala piloto. Visando trazer contribuições para resolver esse problema, iniciamos um estudo sobre a preparação de quatro ferritas do tipo MFe_2O_4 , onde $M = Fe, Ni, Zn$ ou $Ni_{0,5}Zn_{0,5}$, usando um reator automatizado de batelada. Durante as sínteses, o pH, a temperatura, a pressão, a viscosidade e o trabalho elétrico foram monitorados. Após as sínteses, medidas de tamanho foram realizadas por DLS, com o objetivo de comparar o efeito da composição no comportamento coloidal dos materiais.

Resultados e Discussão

As ferritas foram preparadas utilizando o método hidrotérmico com algumas modificações. A principal delas foi a adição de H_2O_2 ao meio reacional como fonte de O_2 (meio fortemente alcalino)². Todas as reações seguiram as mesmas condições operacionais e levam à mesma quantidade molar de produto. As propriedades físico-químicas foram coletadas pelo software desenvolvido para o reator, e transferidos para o Microcal Origin 8.0 (Figura 1). O gráfico de *Temperatura x t* mostra que todos os sistemas seguiram a mesma rampa de aquecimento, levando cerca de 20 min para atingir o patamar isotérmico de $\sim 100^\circ C$. Em todos os casos, como esperado, o pH diminuiu com o aumento da temperatura na região não isotérmica. No entanto, no caso do $ZnFe_2O_4$, o pH em toda a faixa monitorada foi significativamente inferior ($\sim 9,4$), indicando que durante a reação houve um maior consumo de OH^- ; e que provavelmente o material formado apresenta uma maior concentração de grupos hidroxilas em sua superfície. Na curva de *pressão x t* do sistema observamos que os materiais que contém Zn^{2+} apresentam maiores valores pressão durante todo o

processo, sugerindo a ocorrência de menor consumo de oxigênio. O trabalho elétrico gasto pelo reator para promover as sínteses foi maior para os compostos contendo Zn, atribuído a uma maior capacidade calorífica aparente desses sistemas. Após lavagem das ferritas até pH ~ 7 , os valores de diâmetro hidrodinâmico das partículas em suspensão (D_h) foram 920 ± 120 , 940 ± 203 , 864 ± 155 e 1211 ± 215 nm para as ferritas Fe_3O_4 , $NiFe_2O_4$, $ZnFe_2O_4$ e $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$, respectivamente. O maior tamanho das ferritas $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ em suspensão foi atribuído à maior concentração de hidroxilas na superfície, que geram forças atrativas mais intensas (ligações de hidrogênio), favorecendo a agregação.

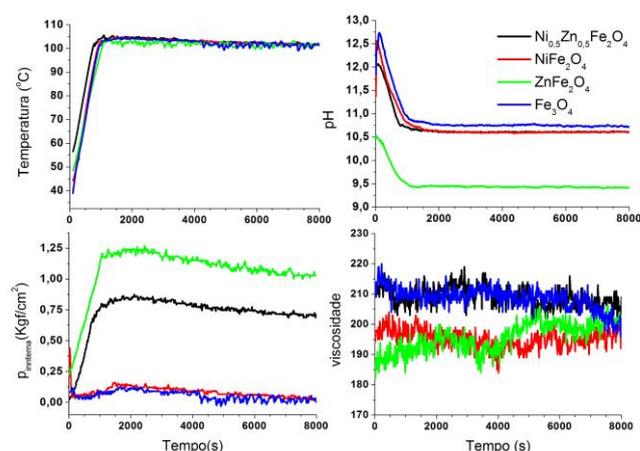


Figura 1. Parâmetros físico-químicos adquiridos para as ferritas.

Conclusões

O monitoramento de parâmetros físico-químicos durante a síntese de ferritas mostra importantes informações sobre a evolução do sistema durante a síntese. A presença de zinco favorece uma maior incorporação de hidroxila e menor consumo de oxigênio, levando à formação de estruturas coloidais maiores, em decorrência da maior concentração de ligações de hidrogênio.

Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG, FINEP, UFJF-Propesq/Propg

¹ Cornell, R. M. and Scwertmann, U. The Iron Oxides.; Ed. WILEY-VCH: New York, 2003, 2nd ed.

² Nogueira, R. N. P. et al. *Quim. Nova*, 2007, 30, 400.