

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

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

<sup>1</sup>Departamento 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 magnéticos<sup>1</sup>. 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)<sup>2</sup>. 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  $\sim 7$ , os valores de diâmetro hidrodinâmico das partículas em suspensão ( $D_h$ ) foram  $920 \pm 120$ ,  $940 \pm 203$ ,  $864 \pm 155$  e  $1211 \pm 215$  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.

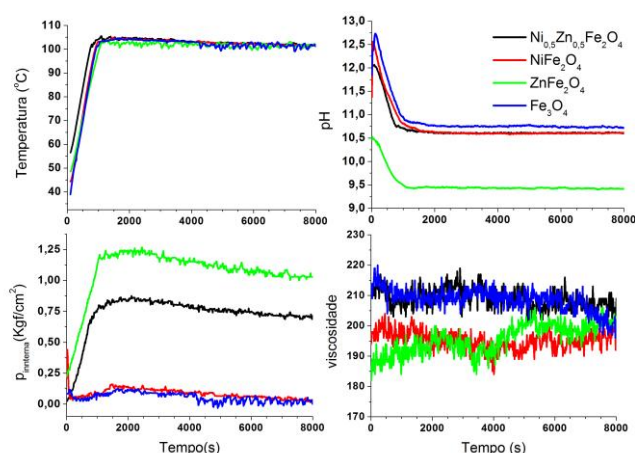


Figura 1. Parâmetros físico-químicos adquiridos para as ferritas.

### 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

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

<sup>2</sup> Nogueira, R. N. P. et al. *Quim. Nova*, 2007, 30, 400.