

EXATAS E DA TERRA

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOMATERIAIS: EXPLORANDO PROPRIEDADES DO FE, NI E NI_xFE_{1-x}

LEMOS, Gabriel Marins

Estudante do Curso de Engenharia de Energias Renováveis- ILATIT – UNILA;

E-mail: gabriel.lemos@aluno.unila.edu.br;

SOSSMEIER, Kelly Daiane

Docente/pesquisador do Programa de Mestrado em Física Aplicada – ILACVN –

UNILA.

E-mail: kelly.sossmeier@unila.edu.br.

1 Introdução

O desenvolvimento de novos materiais vem sendo impulsionado pela necessidade de desenvolver novas tecnologias, onde as propriedades físicas possam ser controladas e mesmo previamente projetadas. Sistemas nanoestruturados apresentam-se como um grande laboratório para o estudo das propriedades dos sólidos. A redução da dimensionalidade conduz a um universo onde os efeitos quânticos assumem um importante papel, suplantando as descrições clássicas. Em se tratando de partículas produzidas em diferentes escalas, as propriedades físicas e químicas variam em função do tamanho das partículas. As aplicações de nanopartículas vêm permitindo avanços significativos em diferentes áreas. Este trabalho buscou estudar a produção de nanomateriais, no caso, nanopartículas, via moagem mecânica de alta energia. Para além da produção das nanopartículas, buscou-se obter o revestimento das mesmas com outro tipo de material, usando-se a mesma técnica. Ainda, verificou-se a possibilidade de aplicação destas amostras em catalizadores, mais especificamente, na eletro-oxidação do metanol.

2 Metodologia

Nanopartículas metálicas tem se tornado consideravelmente importantes tanto para a investigação de problemas fundamentais quanto para aplicações tecnológicas, devido às interessantes propriedades físicas e químicas que apresentam por terem tamanho de grão reduzido e grande área superficial. São diversas as técnicas que podem ser empregadas para a produção deste tipo de material, sendo que as propriedades das nanopartículas variam conforme

a técnica de produção adotada. Uma das técnicas possíveis é a moagem mecânica de alta energia, que tem a vantagem de ser um método barato e possível de fabricação em larga escala.

Neste trabalho, usamos a técnica de moagem mecânica para a produção de nanopartículas de Ni e também para promover o revestimento destas nanopartículas com grafite. Vamos apresentar os resultados obtidos para a caracterização das nanopartículas de Ni revestidas grafite e sua aplicabilidade em catalisadores. Há um grande interesse no desenvolvimento deste tipo de sistemas pois eles têm especial potencial de aplicação tecnológica relacionado com o metanol, que é um combustível líquido barato, de fácil obtenção e armazenamento, além de ser facilmente transportado. Usualmente, platina e ligas de platina com metais nobres são utilizadas para a eletro-oxidação do metanol mas estes materiais são caros, apresentam elevado potencial de oxidação e a cinética é demasiadamente lenta. Assim, faz-se necessária a busca por sistemas alternativos e nanopartículas de Ni revestidas por grafite se mostraram viáveis, como mostraremos a seguir.

Muitas são as variáveis que podem ser alteradas quando se utiliza moagem como técnica de fabricação. Apresentaremos aqui os resultados obtidos para o revestimento das nanopartículas quando se altera o número de rotações por minuto. Assim, a metodologia seguida, após obtenção das nanopartículas de Ni (Ni NPS), foi a seguinte: manteve-se a mesma razão de materiais, Ni NPS/grafite, sendo esta de 1/3, usou-se o mesmo número de bolas de aço, 5, e o mesmo tempo de moagem para tentar obter o revestimento, 2 horas. A velocidade de rotação do processo foi variada: 100 rpm e 200 rpm, obtendo-se duas amostras distintas, as quais foram caracterizadas estruturalmente por difratometria de raios X. A caracterização eletroquímica das duas amostras foi realizada utilizando um AUTOLAB - PGSTAT30 que permitiu obter a voltametria cíclica das amostras.

3 Fundamentação teórica

Vários trabalhos são encontrados na literatura [1-4] sobre a utilização de moagem mecânica para promover o revestimento de alguma superfície de interesse, visando diferentes aplicações tecnológicas. No entanto, estudos sobre superfícies do tipo Ni/grafite onde o revestimento tenha sido obtido por esta técnica são escassos em comparação com outros sistemas. Neste processo, um material precursor, no caso deste estudo, Ni e Ni NPS + grafite, em pó, contido em um recipiente, é submetido a alta energia das colisões de esferas ali presentes. Em função da alta energia envolvida no processo podem ser induzidas mudanças estruturais e/ou químicas. Dentre as modificações ocorridas estão a redução das dimensões das partículas e, no caso de mistura de precursores, pode ocorrer a formação de ligas ou de sistemas onde promove-se o revestimento de um material por outro. A energia envolvida no processo depende de algumas variáveis que podem ser modificadas, tais como o material do recipiente, o material das esferas, o número de esferas, a velocidade do processo de colisões (número de revoluções por minuto, entre outros[5]).

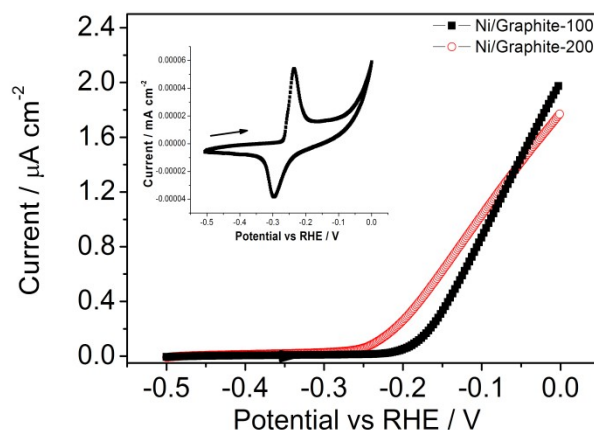
A técnica de difratometria de raios X nos permite fazer caracterização estrutural das amostras, Ni NPS/grafite. Dentre as análises, pode-se identificar quais os materiais presentes nas amostras, se há orientações cristalográficas preferenciais, se formaram-se óxidos, além de obter os tamanhos de cristalitos.

A análise da voltametria cíclica permite-nos fazer a caracterização eletroquímica das amostras produzidas, verificando sua atividade catalítica. Por este tipo de análise pode-se verificar o potencial de aplicação tecnológica destas amostras e identificar qual a metodologia de produção que apresentou resultado mais promissor.

4 Resultados

Os padrões de difração de raios X das nanopartículas de Ni revestidas por grafite via técnica de moagem mecânica foram analisados. Nenhuma nova fase cristalografia foi formada e não foram observadas mudanças de posição nos picos de DRX para estas amostras, em comparação com os padrões de DRX feitos para as amostras de Ni e grafite antes da mistura entre elas.

A figura 1 apresenta os resultados da eletro-oxidação de metanol usando-se as amostras estudadas. Na figura, Ni/Grafite-100 (preto) apresenta os resultados obtidos para a amostra de nanopartículas de Ni recobertas por grafite a 100 rps e Ni/grafite-200 (vermelho) os resultados para a amostras obtida em 200 rpm.



Figural: Voltametria cíclica em 2,0 mol L⁻¹ de metanol + 0,5 mol L⁻¹ solução de NaOH das amostras estudadas. No inset da figura vê-se o resultado para 0,5 mol L⁻¹ de solução de NaOH.

5 Conclusões

Embora não se tenha observado diferenças significativas entre as amostras 100 e 200 rpm através da caracterização estrutural via DRX, ambas as amostras apresentaram atividade catalítica diferente. Os mesmos valores de densidade de corrente foram obtidos para eletro-oxidação do metanol em solução alcalina, no entanto, a amostra de Ni/Grafite-200 apresentou resposta significativamente melhor para a oxidação do metanol indicando ser um material mais eletrocatalítico. Uma diferença de potencial de 61 mV foi observada entre as amostras, a qual pode ser considerada elevada para eletro-oxidação de metanol. Com base nestes resultados pode-se dizer que as condições de preparação das amostras, neste caso, as diferentes velocidades de rotação empregadas, tem uma influência sobre as propriedades eletrocatalíticas das nanopartículas de Ni revestidas por grafite produzidas.

6 Principais referências bibliográficas

- [1] P. Pouriamanesh, J. Vahdati-Khaki, Q. Mohammadi, Coating of Al substrate by metallic Ni through mechanical alloying, *J. Alloys Compd.* 488 (2010) 430–436
- [2] L. Shi, et al. Mechanical properties and wear and corrosion resistance of electrodeposited Ni–Co/SiC nanocomposite coating, *Appl. Surf. Sci.* 252 (2006) 3591–3599.
- [3] A. Canakci, et al. Effects of a new pre-milling coating process on the formation and properties of an Fe–Al intermetallic coating, *Powder Technol.* 268 (2014) 110-117.
- [4] A. Canakci, et al. New Coating Technique for Al–B4C Composite Coatings by Mechanical Milling and Composite Coating, *Powder Metall. Met. Ceram.* 53 (2015) 672-679.
- [5] C. Suryanarayana. Mechanical alloying and milling *Progress, Materials Science*, 46 (2001)1-184.