



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO / CAMPUS SÃO BERNARDO**

Fundação Instituída nos termos da Lei nº 5.152, de 21/10/1966 – São Luís - Maranhão.

---

**CENTRO DAS LICENCIATURAS INTERDISCIPLINARES  
CURSO DE LICENCIATURA EM CIÊNCIAS NATURAIS / QUÍMICA**

**MARCELO CANDEIRA COSTA**

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE CROMITA DE ZINCO PELO MÉTODO DE  
COPRECIPITAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL**

São Bernardo  
2020

**MARCELO CANDEIRA COSTA**

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE CROMITA DE ZINCO PELO MÉTODO DE  
COPRECIPITAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura em Ciências Naturais com habilitação em Química da Universidade Federal do Maranhão, campus São Bernardo, pelo discente: Marcelo Candeira Costa a fim de adquirir o grau de licenciado em Ciências Naturais / Química.

Orientador: Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel

São Bernardo  
2020

Ficha gerada por meio do SIGAA/Biblioteca com dados fornecidos pelo(a) autor(a).  
Núcleo Integrado de Bibliotecas/UFMA

Candeira Costa, Marcelo.

Síntese de nanopartículas de cromita de zinco pelo método de coprecipitação e caracterização estrutural / Marcelo Candeira Costa. - 2020.  
40 f.

Orientador(a): Thiago Targino Gurgel.

Monografia (Graduação) - Curso de Ciências Naturais - Química, Universidade Federal do Maranhão, São Bernardo, 2020.

1. Caracterização estrutural. 2. Coprecipitação.  
3. Cromita de zinco. 4. Nanopartículas. 5. Síntese. I. Targino Gurgel, Thiago. II. Título.

**MARCELO CANDEIRA COSTA**

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE CROMITA DE ZINCO PELO MÉTODO DE  
COPRECIPITAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura em Ciências Naturais com habilitação em Química da Universidade Federal do Maranhão, campus São Bernardo, pelo discente: Marcelo Candeira Costa a fim de adquirir o grau de licenciado em Ciências Naturais / Química.

Orientador: Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel

Aprovado em:

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel  
Universidade Federal do Maranhão – UFMA  
Campus de São Bernardo

---

Prof. Dr. Jefferson Almeida Rocha  
Universidade Federal do Maranhão – UFMA  
Campus de São Bernardo

---

Prof. Dr. Josberg Silva Rodrigues  
Universidade Federal do Maranhão – UFMA  
Campus de São Bernardo

Dedico este trabalho a Deus. À minha mãe, a minha família, aos meus amigos. Pois sem Ele e eles nada seria possível.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus que me capacitou durante todos os anos de curso e nunca me deixou duvidar de minha própria capacidade. Me permitiu ter foco nos momentos mais difíceis - seja por dificuldades do curso ou pessoais - e me fez entender que ninguém faz nada sozinho em um mundo de 7 bilhões de irmãos.

Agradeço a minha mãe por ter me amado desde os primeiros segundos da minha vida. Ela é meu exemplo de vida por tudo que fez por mim e pelos meus irmãos, e pela pessoa que ela é.

Agradeço a toda a minha família por ser um berço de amor em minha vida. Temos temperamentos difíceis mas nos amamos e queremos o melhor para todos.

Agradeço aos amigos que conquistei durante a minha vida: Lucas, Luan, Luana, Igo, Danilo. À Lidia e Valdir Sanchez que foram muito especiais na minha vida. Ressaltando os amigos que conquistei durante o curso: Darckian, Denise, Daniel, Ianca e Caroline. Em especial, Laylson Carvalho e Rafael Azevedo com os quais realizei boa parte dos trabalhos acadêmicos e apresentações.

Agradeço ao meu orientador, Thiago Targino Gurgel, já que a ideia do tema de monografia surgiu a partir do projeto de Física de Materiais e Matéria Condensada que ele me permitiu entrar; e aos meus colegas de grupo Crispim e André.

Finalizando, agradeço à Residência Pedagógica porque me permitiu passar bons semestre ao lado de pessoas maravilhosas, em especial junto do meu quarteto: Wellyda, Rafael e Sandro. Esse quarteto vai ficar marcado na história da minha vida junto da imagem de vocês e recordações dos períodos que passamos juntos.

É impossível, para um homem, aprender aquilo que ele acha que já sabe- Epiteto.

## RESUMO

Toda matéria é considerada um material a partir do momento em que uma de suas propriedades (elétrica, magnética, mecânica, óptica, etc.) a confira uma função específica. Os nanomateriais são materiais que apresentam uma de suas dimensões em escala nanométrica, que é a bilionésima parte do metro, sendo que essas dimensões têm que estar abaixo de um tamanho crítico - sendo este diferente para cada dimensão de cada material - que diferencie o material massivo do nanomaterial. A estrutura, topologia e as dimensões dos nanomateriais conferem a eles uma gama de propriedades físicas que são incomparáveis com a maioria dos materiais atualmente conhecidos. Após décadas de estudos essas estruturas extremamente pequenas, a ponto de terem quase que apenas uma dimensão, provaram potencial para muitas aplicações. Em geral, os métodos utilizados para a produção de nanopartículas são eminentemente químicos, isto leva a uma grande facilidade de produção. Este trabalho visou a síntese e caracterização estrutural de nanopartículas de cromita de zinco produzidas pelo método de coprecipitação em busca de propriedades estruturais interessantes. A metodologia de produção escolhida neste trabalho foi a de síntese pelo método de coprecipitação, que é vantajoso em razão de ser um método químico de fácil execução, que não demanda aparelhos e instrumentos extremamente caros e que produz boa quantidade de amostra para análises. A cromita de zinco foi caracterizada por Difração de Raios X, Fluorescência de Raios X e Refinamento Rietveld. Os resultados mostraram que produziu-se cromita de zinco cristalina com estrutura cúbica de boa fidelidade molecular e com tamanho médio de 16 nm. Conclui-se que este trabalho cumpriu o objetivo de sintetizar nanopartículas de cromita de zinco e realizar a caracterização estrutural da mesma, alcançando a fase única da amostra.

**Palavras-chave:** Síntese. Nanopartículas. Cromita de zinco. Coprecipitação. Caracterização estrutural.



## ABSTRACT

All matter is considered a material when one of its properties (electrical, magnetic, mechanical, optical, etc.) gives it a specific function. Nanomaterials are materials that have one of their dimensions in the nanometer scale, which is the billionth part of the meter, and these dimensions must be below a critical size - which is different for each dimension of each material - that differentiates the massive material. of nanomaterial. The structure, topology, and dimensions of nanomaterials give them a range of physical properties that are unmatched by most known materials today. After decades of study, these extremely small structures, to the extent that they are almost one size in size, have proven potential for many applications. In general, the methods used for the production of nanoparticles are eminently chemical, this leads to a great ease of production. This work intended to the synthesis and structural characterization of zinc chromite nanoparticles produced by the coprecipitation method in search of interesting structural properties. The production methodology chosen in this work was the synthesis by the coprecipitation method, which is advantageous because it is an easy-to-perform chemical method that does not require extremely expensive devices and instruments and produces a good amount of sample for analysis. Zinc chromite was characterized by X-ray Diffraction, X-ray Fluorescence and Rietveld Method. The results showed that crystalline zinc chromite with good molecular fidelity cubic structure and average size of 16 nm was produced. It was concluded that this work fulfilled the objective of synthesizing zinc chromite nanoparticles and to perform its structural characterization, reaching the single phase of the sample.

**Keywords:** Synthesis. Nanoparticles. Zinc chromite. Co-precipitation. Structural character.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 - Representação da estrutura pirocloro cúbica.....	13
Figura 02 - Estrutura do espinélio $ZnCr_2O_4$ , na qual os íons $Cr^{+3}$ (esferas azuis) e os íons $Zn^{+2}$ (esferas amarelas) estão localizados em uma estrutura pirocloro e diamante, respectivamente. Os íons de oxigênio (esferas vermelhas) formam um envoltório octaédrico ao redor dos íons $Cr \leftrightarrow Cr^{+3}$ . Enquanto os íons $Zn^{+2}$ estão engaiolados em tetraedros com oxigênios nos vértices.....	14
Figura 03 - Representação de uma estrutura cristalina e amorfa (vítrea).....	14
Figura 04 - Esquema da produção de raios X.....	16
Figura 05 - Estrutura geométrica de um cristal NaCl com célula unitária destacada.....	17
Figura 06 - a) A diferença entre percursos refletidos em planos vizinhos. b) a diferença se mantém para qualquer par de planos vizinhos e é igual a $2d \sin\theta$ .....	17
Figura 07 - Análise de FRX da estátua de bronze do período helenístico, o "Pugilista", exposta no Museu Nacional de Roma.....	18
Figura 08 - Radiações na faixa dos raios X induzindo transições eletrônicas .....	19
Figura 09 - Esquema do método de coprecipitação .....	24
Figura 10 - Balança utilizada para a pesagem dos nitratos de zinco e cromo e hidróxido de sódio .....	25
Figura 11 - Agitador magnético usado para a homogeneização das soluções .....	25
Figura 12 - Fitas de tornassol e tabela de comparação usadas para a medição do pH da solução de nitratos de zinco e cromo .....	26
Quadro 01 - pH da solução em função de NaOH adicionado .....	26
Figura 13 - Centrífuga utilizada para a lavagem dos tubos com solução de cromita de zinco.....	27
Figura 14 - Estufa utilizada para a calcinação da solução de cromita de zinco .....	28
Figura 15 - Placa de Petri já com o amostra sólida de cromita de zinco .....	29
Figura 16 - Forno utilizado para a calcinação da amostra de cromita de zinco .....	29
Figura 17 - a) Padrão alargado em razão da diminuição do tamanho dos cristalitos. b) Caso ideal para o esquema de uma reflexão de Bragg.....	31
Figura 18 - Padrão de difração da cromita de zinco obtida a partir da síntese pelo método de coprecipitação. As barras em vermelho indicam os picos de DRX do padrão da amostra de cromita de zinco .....	32
Figura 19 - Gráfico gerado a partir das informações obtidas pelo Difrátometro de Raios X com informações de temperatura, tempo e correspondentes de intensidade e ângulo..	32
Quadro 02 - Valores das propriedades estruturais obtidas por Refinamento Rietveld e a fórmula de Scherrer da Cromita de Zinco ( $ZnCr_2O_4$ ) .....	33
Quadro 03 - Valores para a qualidade dos dados obtidos pelo método de Rietveld .....	33
Quadro 04 - Resultado do cálculo da forma real da amostra de cromita de zinco a partir dos resultados de FRX .....	34

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	11
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	13
<b>2.1 Cromitas</b> .....	13
<b>2.2 Difração de Raios X</b> .....	15
2.2.1 Notas históricas .....	15
2.2.2 A produção de raios-x .....	16
2.2.3 A lei de Bragg .....	16
2.2.4 Largura do pico de difração .....	18
2.2.5 Espectrometria de fluorescência de raios X .....	18
2.2.6 Método de Rietveld .....	20
<b>3 OBJETIVOS</b> .....	23
<b>3.1 Objetivo Geral</b> .....	23
<b>3.2 Objetivos Específicos</b> .....	23
<b>4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</b> .....	24
<b>4.1 Síntese de nanopartículas pelo método de coprecipitação</b> .....	24
<b>4.2 Lavagem e Calcinação</b> .....	27
<b>4.3 Caracterização</b> .....	30
<b>5 RESULTADOS</b> .....	31
<b>5.1 Difrátogramas</b> .....	31
<b>5.2 Fluorescência de Raios X</b> .....	33
<b>6 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS</b> .....	35
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	37

## 1 INTRODUÇÃO

A história da humanidade pode ser narrada de forma a atrelá-la a fases em que certos materiais foram sendo aplicados a tecnologias úteis ao cotidiano de povos e culturas, à exemplo temos: “a idade da pedra”, “a idade do ferro”, “a idade do bronze”, “a idade do ouro”, entre outras. Devido ao crescimento da área de nanomateriais é natural imaginar que as próximas décadas/séculos serão chamadas de “era dos nanomateriais”; já que os mesmos extrapolam as possibilidades dos materiais utilizados nas tecnologias atuais. Os nanomateriais podem possibilitar melhorias na qualidade de vida da população mundial - já que podem atuar no controle à poluição e no tratamento de água.

A utilização de micro componentes eletrônicos já trouxe à tecnologia moderna diversas inovações como os dispositivos utilizados em aparelhos de DVD, telas de cristal líquido, equipamentos de ressonância magnética nuclear para uso hospitalar. Os nano componentes estudados na área da Física da Matéria Condensada e de Materiais - área que contempla este trabalho e que é considerada a área mais vasta da Física - garantem manter tais avanços e alcançar alguns ainda mais ousados.

Toda matéria é considerada um material a partir do momento em que uma de suas propriedades (elétrica, magnética, mecânica, óptica, etc.) a confira uma função específica. Nanomateriais são materiais que apresentam uma de suas dimensões em escala nanométrica (bilionésima parte do metro), sendo que as mesmas tem que estar abaixo de um tamanho crítico (que é diferente para cada dimensão de cada material) que o diferencie do material massivo; ou seja: não basta que o material se encontre em escala nanométrica, mas também necessariamente precisa apresentar uma propriedade que se alterou em relação ao diminuto tamanho de suas partículas. Em razão disso Zarbin (2007, p. 1472) afirma que é equivocado estabelecer uma fronteira de tamanho para definir um nanomaterial, como 100 nm em algumas bibliografias.

É incontestável a revolução causada pelo advento do estudo dos nanomateriais, já que quanto mais avanços ocorrem nessa área, mais os cientistas discutem as suas revolucionárias aplicações; que vão desde filtros para dessalinizar a água do mar (SILVA, 2017), tornando-a própria para consumo humano, até nano robôs para aplicações biomédicas no transporte de medicamentos para órgãos

específicos do organismo (YANG et al, 2012), passando por baterias de celular com autonomia de semanas e carregamento em segundos; essa última aplicação pode ser alcançada ao substituir componentes que logo irão se defasar, em razão de apresentarem propriedades que não acompanham os avanços tecnocientíficos como o silício por nanomateriais como o grafeno, que é um nanomaterial muito debatido para aplicações tecnológicas em razão de suas propriedades (JESUS et al, 2012).

Choe e Lee (2012) relatam que o nanomaterial grafeno, uma das formas alotrópicas do carbono, foi considerado por muito tempo como uma “material acadêmico” porque os estudos teóricos iniciais com este material o apontavam como termicamente instável por causa de sua inédita estrutura bidimensional (2D), e em razão disso acreditava-se que esse nanomaterial não poderia ser aplicado em nanomateriais ou em nanociência. As estruturas inéditas de alguns materiais fizeram com que se acreditasse que não haveriam possíveis aplicações tecnológicas práticas para os mesmos, mas há, e com o passar do tempo os nanomateriais estão rompendo as fronteiras dos laboratórios para serem protagonista na indústria.

A estrutura, a topologia e as dimensões dos nanomateriais como os nanotubos de carbono os conferem uma gama de propriedades físicas que são incomparáveis com a maioria dos materiais atualmente conhecidos. E após décadas de estudos essas estruturas extremamente pequenas, a ponto de terem quase que apenas uma dimensão, provaram potencial para muitas aplicações (ENDO et al, 2007, p.1).

Segundo Lima (2013, p. 2): “em geral, os métodos utilizados para a produção de nanopartículas são eminentemente químicos. Isto leva a uma grande facilidade de produção de NPs magnéticas de óxidos de Fe, Co e Ni, conhecidos como ferritas”. A fala de Lima é pertinente para o método utilizado na síntese de nanopartículas neste trabalho (coprecipitação) e para as nanopartículas (cromitas). Métodos físicos são geralmente associados a formação de aglomerados por processos energéticos ou explosivos (LIMA, 2013, p. 2).

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Cromitas

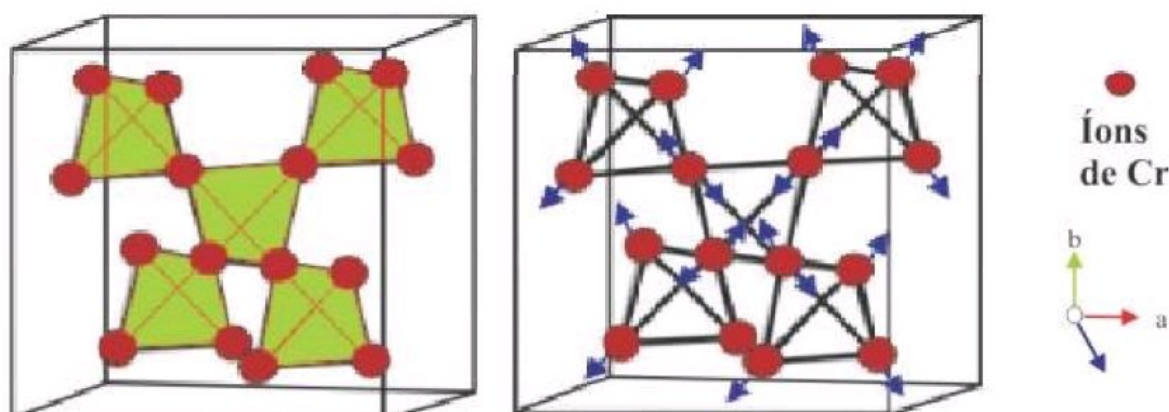
Segundo SAMPAIO et al (2008, p. 405):

Sob o aspecto cristalográfico, a cromita é um óxido com a estrutura dos espinélios, cuja forma geral consiste em  $XY_2O_4$ , na qual os quatro átomos de oxigênio estão associados aos cátions X e Y. Na estrutura cristalina do espinélio, o elemento X pode ser: Fe, Mg, Mn, Ni ou Zn. Os elementos ilustrados por Y podem ser Al, Cr e Fe.

Sendo que na divisão das séries o elemento cromo é o elemento básico - "central" - da série das cromitas ( $FeO.Cr_2O_3$ ,  $MgO.Cr_2O_3$ ), o elemento alumínio é o elemento básico da série dos espinélios ( $MgAl_2O_4$ ,  $FeAl_2O_4$ ,  $ZnAl_2O_4$ ,  $MnAl_2O_4$ ) e o elemento ferro é o elemento básico da série das magnetitas ( $FeFe_2O_4$ ,  $MgFe_2O_4$ ,  $(Fe, Zn, Mn) - (Fe, Mn)_2ZnFe_2O_4$ ,  $MnFe_2O_4$ ,  $NiFe_2O_4$ ).

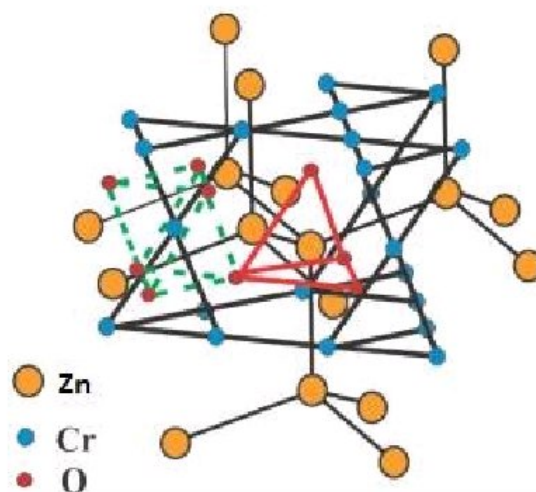
A cromita sintetizada e caracterizada neste trabalho foi a cromita de zinco que possui a formula molecular:  $ZnCr_2O_4$ . Esta cromita possui estrutura magnética do tipo pirocloro cúbica que pode ser visualizada em função dos momentos magnéticos de sua rede tridimensional de tetraedros compartilhados pelos vértices (figura 01). Este composto cristaliza-se em uma estrutura espinélio, na qual os íons bivalentes  $Zn^{+2}$  formam uma rede diamante com tetraedros de oxigênio, ao passo que os íons de  $Cr^{+3}$  são rodeados por gaiolas de oxigênio formando uma rede pirocloro (figura 02) (GURGEL, 2016, p. 28-29).

Figura 01 - Representação da estrutura pirocloro cúbica



Fonte: Gurgel (2016)

Figura 02 - Estrutura do espinélio  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ , na qual os íons  $\text{Cr}^{+3}$  (esferas azuis) e os íons  $\text{Zn}^{+2}$  (esferas amarelas) estão localizados em uma estrutura pirocloro e diamante, respectivamente. Os íons de oxigênio (esferas vermelhas) formam um envoltório octaédrico ao redor dos íons  $\text{Cr} \leftrightarrow \text{Cr}^{+3}$ . Enquanto os íons  $\text{Zn}^{+2}$  estão engaiolados em tetraedros com oxigênios nos vértices



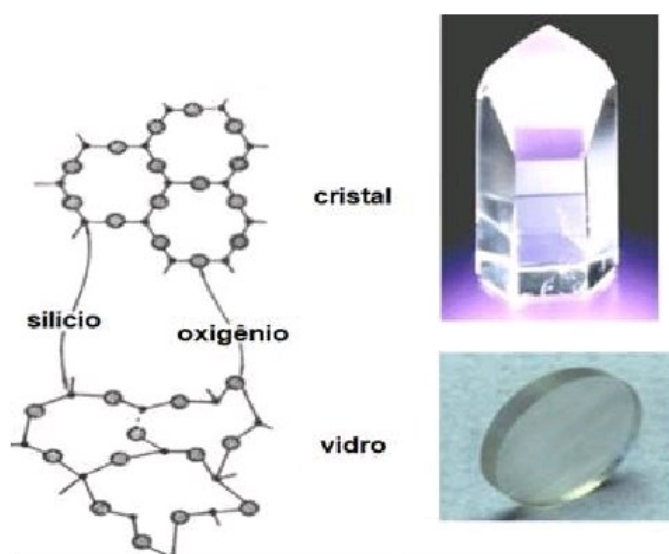
Fonte: Gurgel (2016)

Segundo Gurgel (2016, p. 33):

A cromita de zinco,  $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ , apresenta uma temperatura de Curie-Weiss muito alta  $\theta_{CW} \approx -400$  K, sendo assim o seu parâmetro de frustração  $f = \theta_{CW}/T_N \approx 30$ , o que representa um sinal de forte frustração magnética, e uma transição de primeira ordem AFM em  $T_N \approx 12$  K, acompanhada por uma ligeira distorção cristalina tetragonal ( $\Delta a/a \approx 10^{-3}$ ). A transição de fase estrutural, de tetragonal para cúbica, pode ser bem interpretada em termos do efeito Jahn-Teller de Spin.

Consoante Van Vlack (1970, p. 51-53) estruturas cristalinas são moléculas com regularidade espacial. Essa regularidade se dá em razão das ligações covalentes determinarem um número específico de vizinhos para cada átomo e a sua orientação no espaço. A maioria dos materiais de interesse para um engenheiro tem arranjos atômicos que são repetições tridimensionais de uma célula básica, essas estruturais são denominadas cristais (figura 03). Quando a molécula não apresenta tais característica ela é dita amorfa (ou vítrea).

Figura 03 – Representação de uma estrutura cristalina e amorfa (vítrea)



Fonte: Ramires (2014) (modificado)

## 2.2 Difração de Raios X

### 2.2.1 Notas históricas

A radiação eletromagnética que compreende os comprimentos de onda na ordem de  $10^{-8}$  cm corresponde atualmente aos raios X. Radiações dessa ordem foram produzidas pela primeira vez de acordo com os relatos históricos pelo físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen em 08 de novembro de 1895 e recebeu esse nome por não se conhecer a natureza da radiação. Röntgen e os primeiros cientistas que estudaram os raios X observaram que essa radiação se propagava em linha reta, não era afetada por campos magnéticos, possuía alta capacidade de penetração; eles só não tiveram sucesso no estudo da reflexão, refração e difração. A primeira aplicação de importância relevante para a humanidade na qual empregou-se os raios X foi na radiografia que é uma técnica para obtenção de imagem pelo bombardeamento de um objeto com radiação na faixa dos raios X, a radiografia é utilizada na área da medicina (MANES, 1956, p. 236-238).

Em 1901, Röntgen recebeu o prêmio Nobel pela descoberta dos raios X. Outros cientistas como o físico alemão Max von Laue também desenvolveram estudos iniciais importantes sobre os raios X. Laue estudou sobre a difração de raios X em cristais, sendo que o estudo das fases desses materiais com raios X é facilitado em razão da propriedade dos átomos dos sólidos cristalinos de se ordenarem em planos cristalinos separados uns dos outros por uma distância na

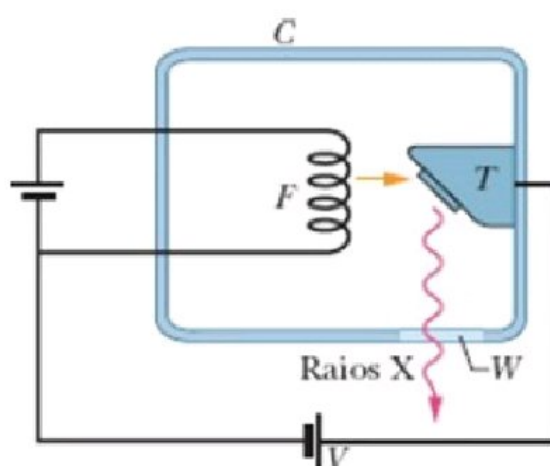


mesma grandeza do comprimento de onda dos raios X. Em 1912, Max von Laue foi bem sucedido em obter o primeiro padrão de difração de raios X no sulfato de cobre e formulou a teoria da difração de raios X em cristais; estudos estes que lhe renderam o prêmio Nobel de física em 1912 (JENKINS, 1995).

### 2.2.2 A produção de raios-x

Raios X são produzidos quando elétrons liberados devido ao aquecimento de um filamento são acelerados por uma diferença de potencial ( $V$ ) e atingem um objeto metálico ( $T$ ). Sendo que a janela ( $W$ ) se encontra na câmara evacuada ( $C$ ) transparente aos raios X, como se pode observar na ilustração abaixo (figura 04) (HALLIDAY & RESNICK, 2016):

Figura 04 - Esquema da produção de raios X



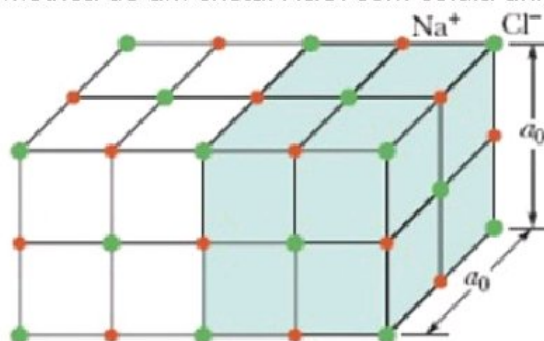
Fonte: Halliday e Resnick (2016)

### 2.2.3 A lei de Bragg

Difração é o que ocorre quando um feixe de radiação na forma de raios X penetra um sólido cristalino como o cloreto de sódio ( $\text{NaCl}$ ). Os raios X sofrem desvios ao colidirem com os átomos dos sólidos cristalinos. Em algumas direções, esses raios que foram espalhados sofrem interferência destrutiva - que leva a mínimos de intensidade; em outras direções ocorre interferência construtiva - que resulta em máximos de intensidade.

A figura 05 representa a estrutura geométrica do NaCl e destaca uma célula unitária (de cor cinza), que é a menor parte do cristal que preserva as suas características, e quando repetida forma um cristal.

Figura 05 - Estrutura geométrica de um cristal NaCl com célula unitária destacada



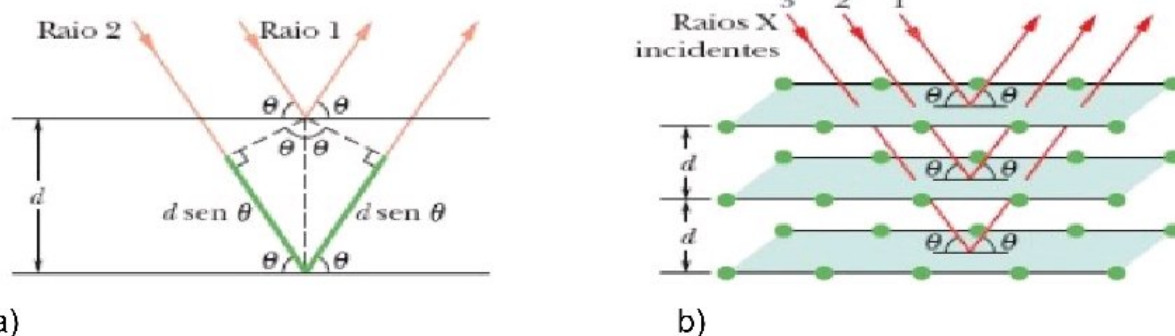
Fonte: Halliday e Resnick (2016)

Se traçarmos as linhas perpendiculares na figura 6 (a) percebe-se por mecanismos matemáticos que a diferença de percurso do raio 1 (um) em relação ao raio 2 (dois) é  $2d$  vezes o  $\sin\theta$ . Aprofundando mais as observações, afere-se que essa diferença se repete para quaisquer pares de planos vizinhos que pertencem às famílias de planos representadas na figura 6 (b). A partir dessa observação chega-se à Lei de Bragg:

$$2d \sin\theta = m\lambda \text{ (eq. 0)}$$

sendo que  $m$  representa o número de um dos máximos de intensidade (sempre um valor inteiro),  $\lambda$  é o comprimento de onda e  $d$  é a distância. Essa lei é válida para qualquer ângulo de incidência de raios X em cristais, pois nestes sempre existe uma família de planos que refletirão os raios de forma que se possa aplicar a lei de Bragg (Figura 06) (HALLIDAY & RESNICK, 2012, p. 129).

Figura 06 - a) A diferença entre percursos refletidos em planos vizinhos. b) a diferença se mantém para qualquer par de planos vizinhos e é igual a  $2d \sin\theta$



a)

b)

Fonte: Halliday e Resnick (2016)

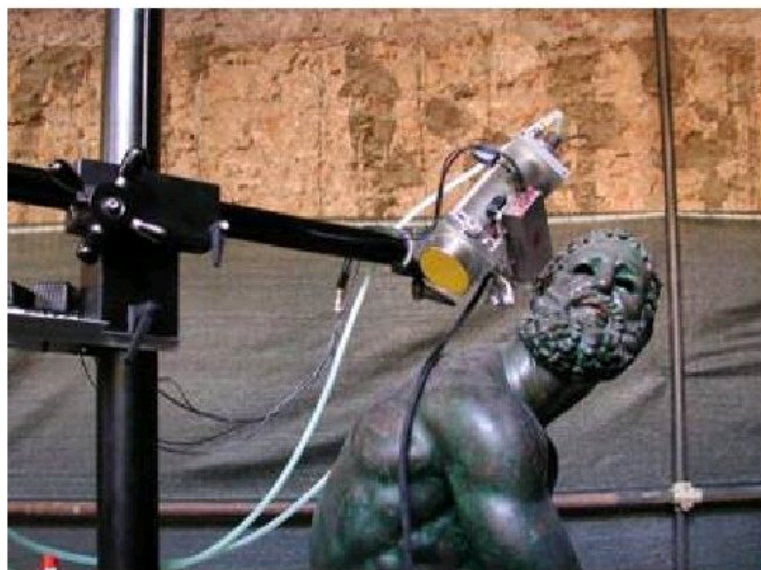
#### 2.2.4 Largura do pico de difração

A largura e o comprimento dos picos de difração servem para identificar o elemento ou composto químico que foi submetido à difração de raios X. As imagens geradas pela interação dos raios X com as fases cristalinas (difratogramas) servem como uma “impressão digital” das substâncias puras, pois ao se comparar os picos de difração obtidos experimentalmente com os difratogramas já conhecidos, pode-se identificar qual é o composto ou elemento em questão. Atualmente mais de 50 mil compostos inorgânicos e 25 mil compostos orgânicos possuem padrão de difração bem definidos e catalogados (GOBBO, 2009).

#### 2.2.5 Espectrometria de fluorescência de raios X

Segundo Ferretti (2008), há cerca de um século a fluorescência de raios X (FRX) é uma das técnicas instrumentais mais utilizadas, em razão de tratar-se de uma técnica que permite a identificação de componentes de um objeto, e também o estudo de sua procedência e tecnologias de fabricação. A FRX é uma técnica não destrutiva, ou seja, a amostra não é danificada após a análise o que permite o emprego da FRX mesmo em objetos de interesse cultural inestimável. A portabilidade da instrumentação empregada na fluorescência de raios X facilita o seu uso no interior de museus e prédios histórico para análises e restauração das obras expostas (figura 07), por exemplo.

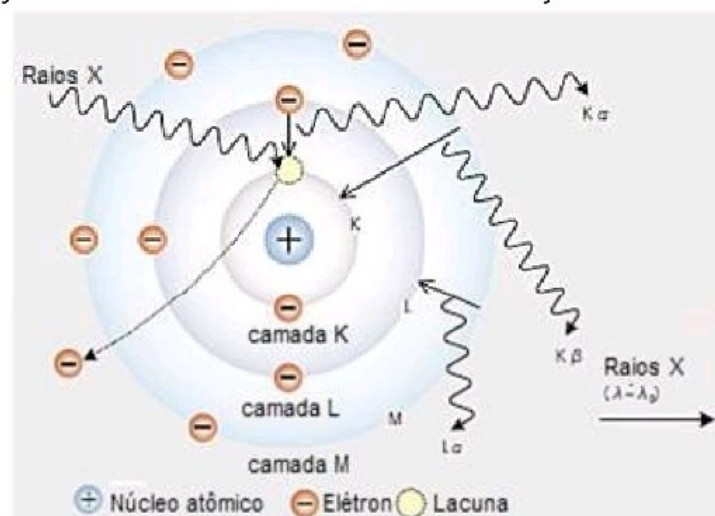
Figura 07 – Análise de FRX da estátua de bronze do período helenístico, o “Pugilista”, exposta no Museu Nacional de Roma



Fonte: Ferretti (2009)

A espectrometria de fluorescência de raios X se baseia em induzir transições eletrônicas nos orbitais mais internos de um átomo utilizando radiações na faixa dos raios X e raios gama (figura 08). Essas transições podem resultar na emissão de raios X de energia característica ao átomo envolvido neste processo. A energia da radiação da fluorescência permite identificar o elemento em questão, e a intensidade da fluorescência permite quantificar a sua concentração na amostra (JENKINS, 1995, p. 13-30).

Figura 08 – Radiações na faixa dos raios X induzindo transições eletrônicas



Fonte: Manual do espectrômetro de fluorescência de raios X EDX-7000/800 da SHIMADZU

### 2.2.6 Método de Rietveld

O holandês Hugo M. Rietveld (1932 - 2016) foi o primeiro cristalógrafo a conseguir desenvolver um programa capaz de refinar parâmetros de ordem estrutural de amostras analisadas por difração de nêutrons com o comprimento de onda fixo. O mesmo também sugeriu que o método criado por ele também serviria para análises via difração de raios X (GOBBO, 2009). Esse método é atualmente uma das ferramentas mais utilizadas para análises da estrutura de materiais cristalinos na forma de pó. Esse método é iterativo e tem como característica fundamental o refinamento dos parâmetros de estruturas cristalinas através do ajuste do padrão de difração de raios X de uma amostra na forma policristalina com perfil estabelecido e fisicamente fundamentado (PEDRA, 2011, p. 25-26).

O padrão de difração de raios X de um material apresenta um conjunto de picos que remetem a característica como: intensidade, largura e posição do pico, entre outros. O fato de esses parâmetros serem dependentes do tipo dos átomos existentes no material, assim como de suas posições no arranjo atômico que forma o cristal, fez com que diversos cientistas e pesquisadores buscassem desenvolver algoritmos que fossem capazes de obter informações da estrutura dos cristais de materiais policristalinos a partir do padrão de difração de raios X (MENESES, 2007).

Segundo Pedra (2011, p. 26):

Para fazer uso deste método faz-se necessário conhecer a estrutura cristalina da fase presente no composto e possuir um padrão de difração de boa qualidade. A análise Rietveld de refinamento de estruturas cristalinas baseia-se nos mínimos quadrados visando minimizar a função residual  $S_y$ , que corresponde à soma sobre todos os pontos do padrão de difração da diferença entre as intensidades observadas e calculadas. A função residual minimizada durante o refinamento das estruturas cristalinas é representada matematicamente por:

$$S_y = \sum_i^n W_i (y_i - y_{ci})^2 \text{ (eq. 1)}$$

na fórmula,  $y_i$  e  $y_{ci}$  são as intensidades observadas e calculadas para o  $i$ -ésimo ponto, respectivamente,  $W_i$  é o peso de cada intensidade, dado por  $W_i = 1/y_i$  e  $n$  é o número total de pontos. A função perfil é usada para ajustar os perfis dos picos em todo o padrão de difração e extrair informações como por exemplo a largura à meia altura (FWHM) contidas na largura dos picos de difração. A intensidade e as posições angulares são as variáveis fundamentais no refinamento estrutural do

padrão de difração de raios X, isso se deve a sua proporcionalidade com o quadrado do valor absoluto do fator estrutura,  $|F_k|^2$  e às contribuições da vizinhança na posição da reflexão calculada pela lei de Bragg e background (PEDRA, 2011, p. 26-27), esse conceito é representado matematicamente por:

$$Y_{ci} = \sum_t S_t \sum_k L_{k,t} |F_{k,t}|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_{k,t}) P_{k,t} A_t + y_{bi} \quad (\text{eq. 2})$$

onde o índice t refere-se a quantidade de fases cristalinas existentes nas medinas, S é o fator de escala, k representa os índices de Miller,  $L_k$  é uma função que inclui o fator de Lorentz de polarização e multiplicidade,  $P_k$  é a função de orientação preferencial, A é o fator de absorção,  $F_k$  é o fator de estrutura da k-ésima reflexão de Bragg,  $y_{bi}$  é a intensidade do background para o i-ésimo ponto e  $\phi$  é a função perfil da reflexão (PEDRA, 2011, p. 27)

Segundo Cullity (1972) a fórmula de Scherrer é atualmente a equação mais utilizada para calcular o tamanho da partícula através da FWHM (largura à meia altura) do pico de difração. Podemos estimar o diâmetro médio das nanopartículas pela expressão:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (\text{eq. 3})$$

na qual D é o tamanho médio das nanopartículas,  $\Theta$  é o ângulo de difração (ângulo de Bragg),  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação utilizada,  $\beta$  é a largura à meia altura do pico de difração, e K é o fator de forma (varia de acordo com a forma e simetria do cristal). K pode variar de 0,89 a 1,39, assumindo K igual a 1,0 o erro no valor do tamanho é da ordem de  $\pm 10\%$  (AZAROFF & BUERGER, 1958). Neste trabalho será adotado o K como 0,89 porque este é o valor para partículas com simetria cúbica.

Segundo Gurgel (2012, p. 40):

O refinamento de um bom padrão de DRX usando o método Rietveld é realizado após a identificação das possíveis fases existentes no composto. [...] refina-se os parâmetros instrumentais, tais como: deslocamento da amostra, background, divergência de feixe e outros, em que esses parâmetros estão diretamente relacionados à amostra e ao difratômetro. Em seguida são refinados os parâmetros estruturais, tais como: W da função perfil, os parâmetros de rede (a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ), as posições atômicas, os parâmetros térmicos (isotrópicos e anisotrópicos), fator de ocupação do átomo no seu

respectivo sítio e por fim os demais parâmetros da função perfil usada

A avaliação do refinamento ou ajuste do difratogramas pode ser obtido pelas expressões:

$$R_{WPF} = \sqrt{\frac{\sum W_i(y_i - y_{ci})^2}{\sum W_i(y_i)^2}} \quad (\text{eq. 4})$$

Onde:  $y_i$  e  $y_{ci}$  são as intensidades observadas e calculadas no  $i$ -ésimo ponto do difratograma; e  $W_i$  é o valor ponderado das intensidades. Normalmente, a ordem da grandeza de  $R_{WPF}$  situa-se entre 10 e 20% para refinamentos com raios X e é menor que 10% para refinamentos de nêutrons. O índice do ajuste de qualidade de refinamento é dado pela expressão (GURGEL, 2016, p. 44)

$$S_{Gof} = \sqrt{\frac{\sum W_i(y_i - y_{ci})^2}{n - p}} \quad (\text{eq. 5})$$

Onde:  $n$  é o número de pontos considerados, isto é o número de  $y_i$  utilizados,  $p$  é o número de parâmetros refinados. Outro fator de confiança é o  $R_e$  (R-esperado), que indica através do perfil do padrão, principalmente pelas condições experimentais o limite mínimo que a simulação pode atingir, este fator é dado por (GURGEL, 2016, p. 45):

$$R_e = \sqrt{\frac{n - p}{\sum W_i(y_{i(obs)})}} \quad (\text{eq. 6})$$

O fator  $R_e$  é associado a  $R_{WPF}$  ( $R_e/R_{WPF}$ ) e é utilizado para a obtenção do ajuste adequado que é representado por  $\chi^2$ . Assim o valor de  $S$  para um bom ajuste tenderá a 1, fornecendo o parâmetro de qualidade de refinamento.

$$\chi^2 = R_e/R_{WPF} \approx 1 \quad (\text{eq. 7})$$

### **3 OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo Geral**

- Sintetizar nanopartículas de cromita de zinco pelo método de coprecipitação e realizar a caracterização estrutural.

#### **3.2 Objetivos Específicos**

- Aprender a técnica de coprecipitação;
- Caracterizar por difração de raios X;
- Realizar método Rietveld;
- Caracterizar por fluorescência de raios X.

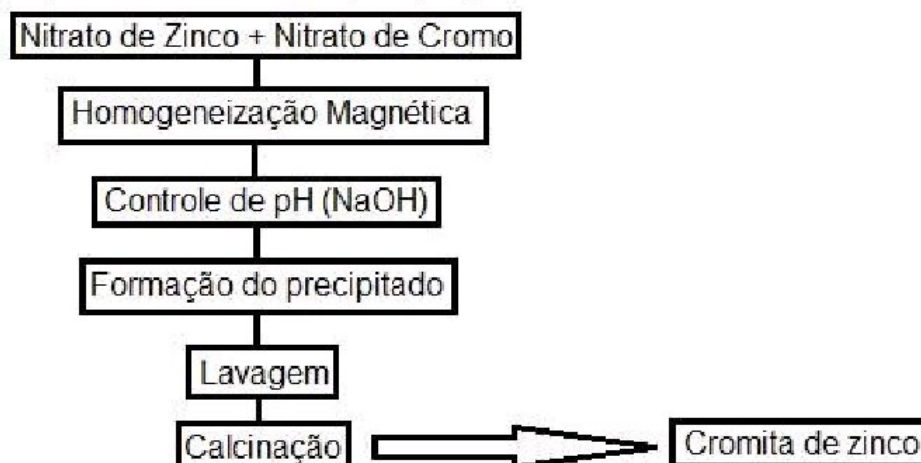


## 4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

### 4.1 Síntese de nanopartículas pelo método de coprecipitação

O termo coprecipitação designa o método de preparação de pós precursores, no qual a solução é condicionada para que os cátions em solução precipitem juntos (figura 09); as propriedades químicas e magnéticas desses materiais são consequências das condições na qual foram preparados. A coprecipitação é um método de baixo custo e fácil manuseio para a preparação de nanopartículas.

Figura 09 – Esquema do método de coprecipitação



Fonte: Autoria Própria (2019)

A síntese das nanopartículas de zinco pelo método de coprecipitação iniciou-se com a pesagem em uma balança analítica de precisão 0,0001 g da JKI (figura 10), do laboratório de Química do campus São Bernardo da Universidade Federal do Maranhão, do nitrato de zinco ( $Zn(NO_3)_2$ ), do nitrato de cromo ( $Cr(NO_3)_3$ ), e do hidróxido de sódio ( $NaOH$ ) colocados na balança sobre barquinhos de papel alumínio.

Com base em cálculos estequiométricos, objetivou-se a pesagem de 0,6235g de nitrato de zinco, 1,7165g de nitrato de cromo e 800g de hidróxido de sódio. Após a pesagem que resultou em 0,6374g de nitrato de zinco, 1,7247g de nitrato de cromo e 0,803g de hidróxido de sódio, os dois nitratos foram colocados em um mesmo béquer (50 mL) e adicionou-se água destilada até que a solução alcançasse a marcação de 20mL do béquer. O hidróxido de sódio foi transferido do

barquinho para um béquer (50 ml) e completou-se a solução até a marcação de 50 mL com a adição de água destilada, obtendo-se a solução para a titulação de precipitação dos nitratos.

Figura 10 - Balança utilizada para a pesagem dos nitratos de zinco e cromo e hidróxido de sódio



Fonte: Aatoria Própria (2019)

Adicionou-se uma barra magnética a cada um dos béqueres e em seguida realizou-se a homogeneização das duas soluções em um agitador magnético edutec, do laboratório de Química do campus São Bernardo da UFMA (figura 11). Após 1 minuto de homogeneização magnética para cada solução, começou-se a aferir o pH após adições de 1 mL da solução de hidróxido de sódio através de uma pipeta graduada de 10mL usando fitas de tornassol (figura 12). Após cada aferição de pH, homogeneizava-se a solução de nitratos por mais 30 segundos. Pode-se conferir os valores das medições de pH no quadro 1 em função da adição de hidróxido de sódio.

Figura 11 - Agitador magnético usado para a homogeneização das soluções



Fonte: Aatoria Própria (2019)

Figura 12 - Fitas de tornassol e tabela de comparação usadas para a medição do pH da solução de nitratos de zinco e cromo



Fonte: Mundo Educação (2016)

Quadro 01 - pH da solução em função de NaOH adicionado

Número da Medição	Quantidade total de solução de NaOH adicionada em mL	pH da Solução
1	1	3
2	2	3
3	3	4
4	4	4
5	5	4
6	6	4
7	7	4-5
8	8	4-5

9	9	5
10	10	5
11	11	5
12	12	5-6
13	13	5-6
14	14	5-6
15	15	5-6
16	16	6
17	17	6
18	18	10
19	19	13

Fonte: Autoria Própria (2019)

Observa-se no quadro anterior que o pH se manteve com aumentos leves até a medição 17, na medição 18 o pH alterou-se drasticamente de 6 para 10, e na medição seguinte para 13, o que indica que foi nesse o momento (medição 19) que ocorreu a coprecipitação dos nitratos em solução e formou-se  $ZnCr_2O_4$ . Assim que constatou-se a formação do precipitado da cromita de zinco iniciou-se a preparação para o processo de lavagem.

#### 4.2 Lavagem e Calcinação

Transferiu-se o líquido contido no béquer para dois tubos de ensaio compatíveis com a centrífuga edutec EEQ-9004/A (figura 13), do laboratório de biologia do campus São Bernardo da UFMA, e completou-se o volume dos frascos com água destilada de forma que tivessem aproximadamente o mesmo volume. Foram realizados três processos de lavagem durante um minuto sob 2 mil rotações por minuto (rpm), ao fim de cada ciclo na centrífuga a água destilada era derramada e mais água destilada era adicionada para completar o volume.

Figura 13 - Centrífuga utilizada para a lavagem dos tubos com solução de cromita de zinco



Fonte: Aatoria Própria (2019)

Após o fim do processo de lavagem da solução ser concluído, transferiu-se a mesma dos tubos de ensaio para uma placa de Petri com tampa que seguiu para uma estufa Nova Ética, do laboratório de Química do campus São Bernardo da UFMA (figura 14), na qual a solução permaneceu por 20 horas para que a água destilada e os demais líquidos presentes evaporassem e permanecesse apenas o precipitado sólido de nitrato de zinco (figura 15) que foi transferido da placa de Petri para um eppendorf.

Figura 14 - Estufa utilizada para a calcinação da solução de cromita de zinco



Fonte: Aatoria Própria (2019)

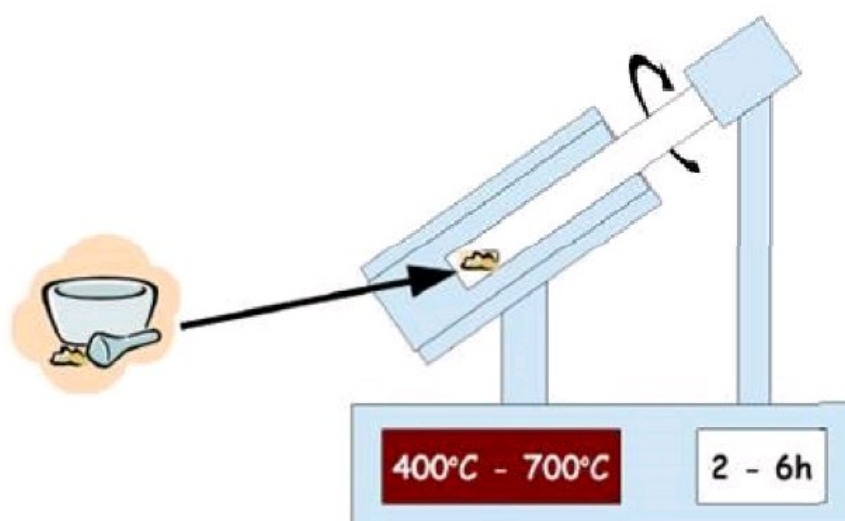
Figura 15 - Placa de Petri já com o amostra sólida de cromita de zinco



Fonte: Autoria Própria (2019)

Para a obtenção de uma cromita homogênea, foi utilizado um forno com sistema rotativo acoplado (figura 16) do departamento de Física da Universidade Federal do Ceará. O material foi submetido a uma rampa de aquecimento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  e a frequência de rotação utilizada foi de 10 RPM, valores fixados no processo de calcinação do material. A calcinação ocorreu a  $600^{\circ}\text{C}$  durante 120 minutos.

Figura 16 – Forno utilizado para a calcinação da amostra de cromita de zinco



Fonte: Autoria Própria (2019)

### 4.3 Caracterização

O material sintetizado neste trabalho foi caracterizado por difração de raios X (DRX) em um difratômetro para amostras policristalinas modelo X-Pert PRO MPD–Panalytical com radiação  $K_{\alpha}$  do Co (0,179026) do laboratório de Raios X do departamento de Física da Universidade Federal do Ceará. Com o auxílio do software X'Pert HighScore Plus obteve-se a identificação das fases cristalinas para comparação com seus registros da base de dados Inorganic Crystal Structure Database (ICSD).

Os espectros da fluorescência de raios X foram utilizados para a determinação da composição química e percentual da cromita. O equipamento que realizou o procedimento foi o ZSXMini II, fabricado pela Rigaku e localizado na Universidade Federal do Ceará. O equipamento possui uma fonte de paládio (Pd) e capacidade de análise dos elementos do flúor ao urânio. A tensão utilizada foi de 40 kV e a corrente de 1,2 mA.

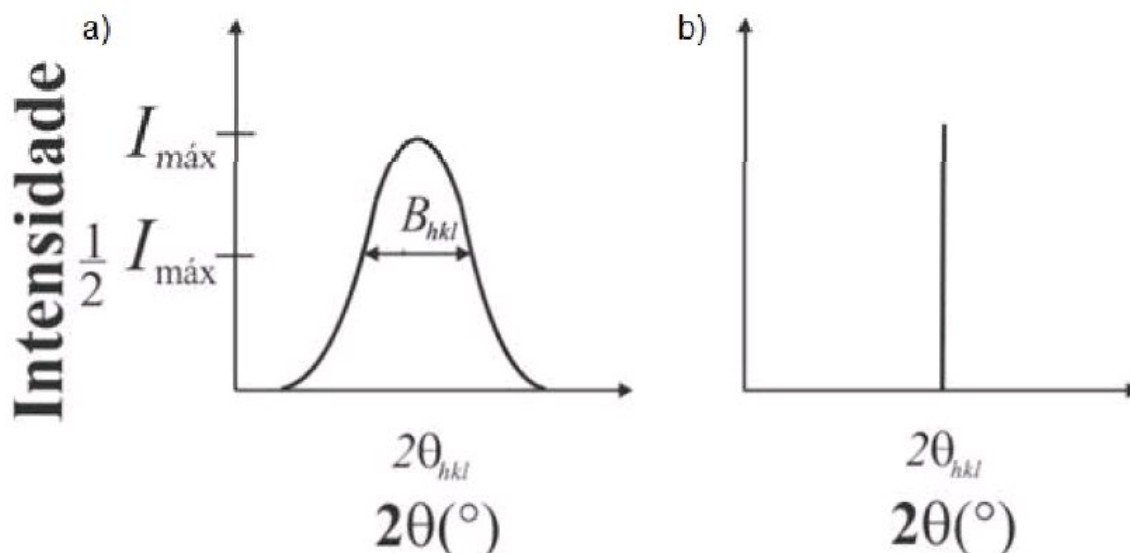
## 5 RESULTADOS

### 5.1 Difractogramas

Na figura 17 (b) observa-se o caso ideal para o esquema de uma reflexão de Bragg, ou seja, em caso de um cristal ideal e feixe incidente paralelo e monocromático; na figura 17 (a) tem-se o padrão foi alargado em razão da diminuição do tamanho dos cristalinos; desta forma, a partir dos difratogramas de raios X é possível estimar o tamanho médio dos cristalinos presentes nos nano compósitos deste trabalho, utilizando a largura e meia altura (FWHM) do pico de difração (CULLITY, 1956).

Nas figuras 18 e 19, pode-se observar as intensidades e os padrões de difração de Raios X da amostra de cromita de zinco sintetizada ( $\text{ZnCr}_2\text{O}_4$ ). Nestes gráficos a amostra foi comparada com o seu padrão de difração de raios X obtido no ficha catalográfica da base de dados Inorganic Crystal Structure Database (ICSD). Na figura 18, observa-se o aparecimento dos picos (destacados por barras em vermelho) no difratograma, enquanto na figura 19 não se observa a presença de tais picos, isso acontece porque na figura 19 a amostra estava submetida à temperatura de  $400^\circ\text{C}$ , e ainda não havia cromita de zinco em fase cristalina, já na figura 18 a amostra se encontrava a  $600^\circ\text{C}$  e nesta temperatura a cromita de zinco já se encontrava em fase cristalina.

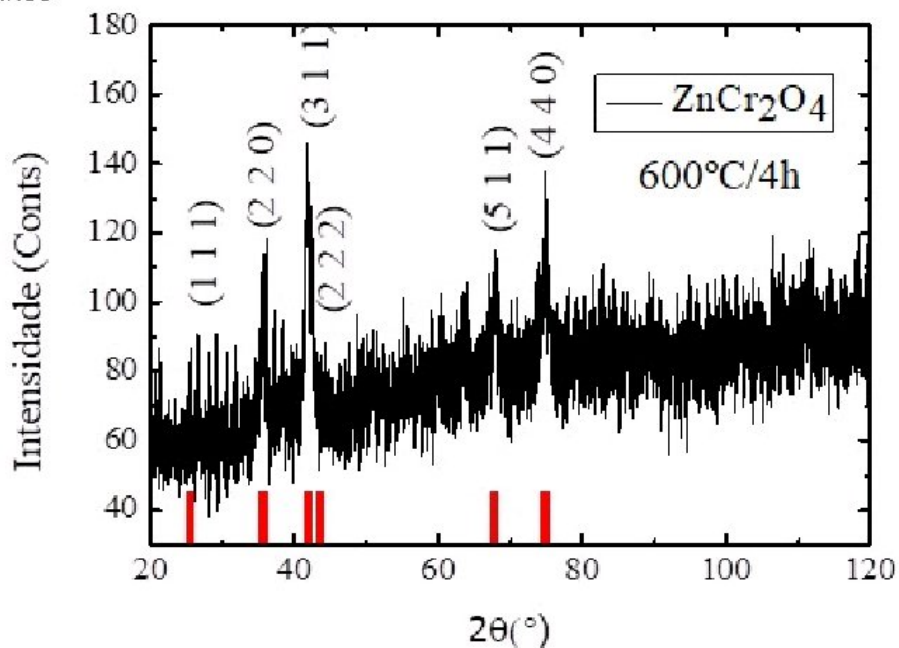
Figura 17 – a) Padrão alargado em razão da diminuição do tamanho dos cristalitos. b) Caso ideal para o esquema de uma reflexão de Bragg





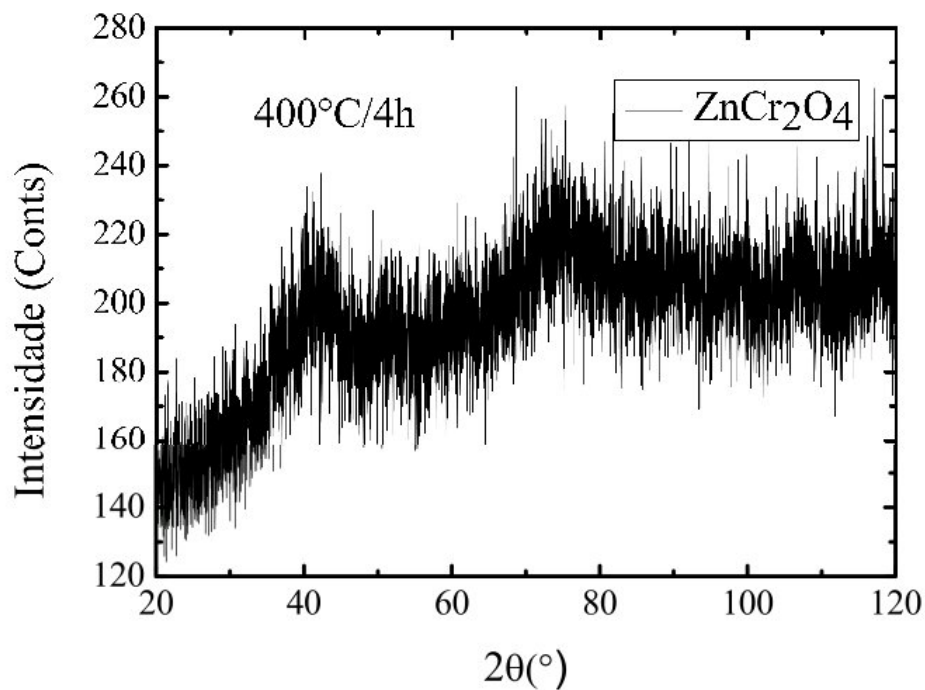
Fonte: Gurgel (2016)

Figura 18 – Padrão de difração da cromita de zinco obtida a partir da síntese pelo método de coprecipitação. As barras em vermelho indicam os picos de DRX do padrão da amostra de cromita de zinco



Fonte: Autoria Própria (2019)

Figura 19 – Gráfico gerado a partir das informações obtidas pelo Difratômetro de Raios X com informações de temperatura, tempo e correspondentes de intensidade e ângulo



Fonte: Autoria Própria (2019)

Utilizou-se o método de Rietveld para adquirir informações estruturais relevantes para calcular o tamanho das partículas a partir da equação de Scherrer (quadro 02), fez-se isso ajustando o padrão de raios X da cromita de zinco obtido pelas informações do Difratorômetro de Raios X a um modelo teórico, com o objetivo de obter informações da estrutura cristalina e extensivas da amostra. Observa-se no quadro 03 os valores para a qualidade dos dados obtidos pelo método de Rietveld, onde obteve-se valores que reforçam a qualidade dos dados obtidos pelo método de Rietveld.

Quadro 02 - Valores das propriedades estruturais obtidas por Refinamento Rietveld e a fórmula de Scherrer da Cromita de Zinco ( $ZnCr_2O_4$ )

Amostra	Estrutura	D(nm)	Parâmetros(Å)	Volume(Å <sup>3</sup> )	Calcinação
ZnCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Cúbica · Fd3m	16 ± 1	8,358116	583,882129	600°C/4h

Fonte: Autoria Própria (2019)

Quadro 03 - Valores para a qualidade dos dados obtidos pelo método de Rietveld

Amostra	R <sub>P</sub>	R <sub>WP</sub>	Resperado	X <sup>2</sup>
ZnCr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	7,97%	10,15%	8,33%	0.8211

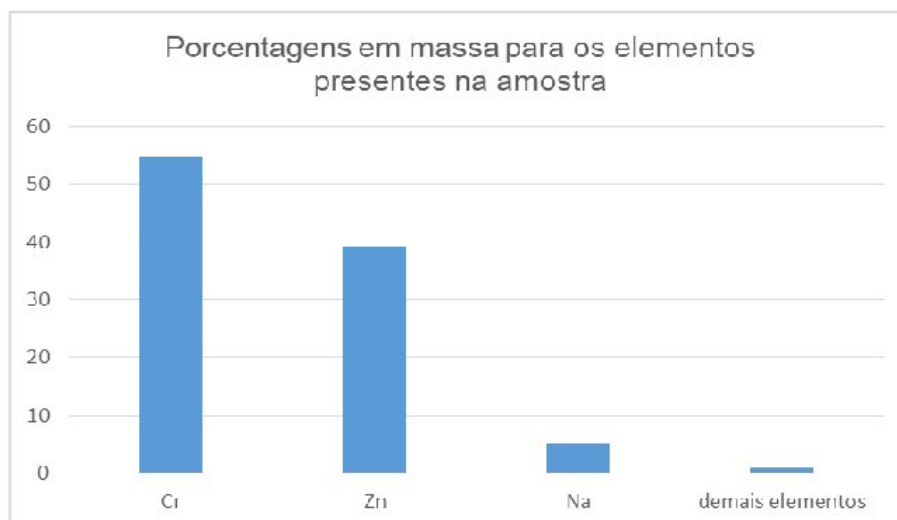
Fonte: Autoria Própria (2019)

Descartou-se os dois primeiros picos de difração de raios X (figura 18) pois eram picos de menor intensidade, e aplicou-se os a fórmula de Scherrer para os demais cinco picos, a partir disso chegou-se ao resultado de 16,00 ± 1 nm para o tamanho médio do cristalino. Resultado semelhante ao encontrado em Gurgel (2012 e 2016) que obteve como resultado de 15,00 ± 2 nm para o tamanho médio. O volume da cromita de zinco também é muito aproximado ao encontrado por Gurgel (2012 e 2016) que chegou a 577, 435 Å<sup>3</sup> como resultado.

## 5.2 Fluorescência de Raios X

A análise por fluorescência de raios X (FRX) forneceu as seguintes porcentagens de massa para os elementos presentes na amostra produzida neste trabalho (gráfico 1): 54,760% para cromo, 39,214% para zinco, 5,0407% para sódio e 0,9853% de pequenos resquícios de alguns elementos. Por meio de cálculos estequiométricos efetuados com os dados obtidos a partir da Fluorescência de Raios X, chegou-se a seguinte forma real para a cromita de zinco ( $ZnCr_2O_4$ ) sintetizada:  $Zn_{1,00}Cr_{1,78}O_4$ .

Gráfico 1- Porcentagens em massa para os elementos presentes na amostra obtidos por FRX



Fonte: Autoria Própria (2019)

A fórmula real obtida para a cromita de zinco a partir dos dados da FRX é muito aproximada a sua fórmula molecular esperada. Encontra-se resultado semelhante no trabalho de Gurgel (2016, p. 50-51), autor que também sintetizou a cromita de zinco pelo método de coprecipitação, e chegou a formula real  $Zn_{1,1}Cr_{1,85}O_4$  (quadro 03).

Quadro 04 – Resultado do cálculo da forma real da amostra de cromita de zinco a partir dos resultados de FRX

Amostra	Elemento Zn em mols	Elemento Cr em mols	Fórmula Real
$ZnCr_2O_4$	1,00	1,78	$Zn_{1,00}Cr_{1,78}O_4$

Fonte: Autoria Própria (2019)

A relativa imprecisão se deve às pequenas impurezas que foram encontradas provenientes da amostra, como o sódio (Na) do hidróxido de sódio (NaOH) usado para a precipitação dos nitratos de zinco e cromo que acabou permanecendo na amostra após a lavagem. Impurezas possivelmente presentes nos frascos, vidrarias, equipamentos e instrumentos utilizados para a síntese e na caracterização também podem ter interferido no resultado; ou ainda, há a possibilidade de imprecisões nas pesagens dos nitratos.

## 6 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Este trabalho alcançou a proposta de sintetizar nanopartículas de cromita de zinco e de realizar a sua caracterização estrutural, para entender algumas de suas características e aferir a partir da fórmula de Scherrer o tamanho médio dos cristalitos, além de dados importantes como fórmula real, estrutura, volume, e parâmetros de qualidade dos dados obtidos pelo método de Rietveld.

Destaca-se que este trabalho provou a possibilidade de trabalhar com a produção de nanomateriais mesmo em um campus que não dispõe de instrumentação mais avançada já que todo o processo de síntese, à exceção da calcinação, foi desenvolvido dentro do campus São Bernardo da Universidade Federal do Maranhão, sendo este o primeiro trabalho com esta temática (produção de nanomateriais) na história do campus. A etapa de caracterização teve de ser realizada em departamentos de outras instituições devido à necessidade de análises em instrumentos de custo mais elevado.

Sendo também importante frisar que o autor deste trabalho foi beneficiado com a possibilidade de se aperfeiçoar em um método de síntese de materiais nanoparticulados, o processo de coprecipitação; e de estudar e realizar técnicas das quais o campus não dispunha, como difração de raios X, fluorescência de raios X e medidas de magnetização, adquirindo portanto experiência em um campo muito importante para um cientista.

Quanto aos resultados de síntese, pode-se dizer que com o método de síntese de coprecipitação obteve-se bons resultados, e formação da fase única da amostra almejada. A cromita apresenta-se como nanopartícula (NP), obteve-se uma boa uniformidade de tamanhos nanométricos de partículas para a amostra  $ZnCr_2O_4$ , pois o tamanho médio de cristalitos calculado pela equação de Scherrer forneceu valores abaixo de 20nm.

A amostra foi refinada pelo método Rietveld, com o qual obteve-se bons ajustes e diversas informações extensivas do composto foram obtidas usando este método.

Como o objetivo inicial deste trabalho era produzir as cromitas e caracterizar as mudanças estruturais e magnéticas, tais como reduzir a temperatura e tempo de calcinação, e estudar a ordem e transição magnética. As perspectivas

são apresentadas como proposta de continuidade a alguns estudos ainda não finalizados, citados a seguir:

Produzir a mesma cromita desse estudo por outras técnicas de síntese tais como o método dos precursores poliméricos e coprecipitação de sais metálicos em solução alcalina, visando partículas de tamanhos menores e um melhor controle na distribuição de tamanhos.

Coletar imagens através de medidas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para estudar a morfologia e distribuição de tamanhos das partículas.

Realizar medidas de utilizando o aparelho PPMS (Physical Property Measurement System), para determinar resistividade, calor específico, entre outras propriedades para uma melhor caracterização do material.

Fazer medidas de constante dielétricas, para verificar se os valores da constante dielétrica dos compostos são elevadas.

Fazer parcerias para tratar os modelos teóricos que serão propostos e aplicados a tais sistemas.

Este trabalho contribui também para a sequência de trabalhos do gênero no campus, seja com cromitas diversas ou outros materiais como ligas metálicas e óxidos, uma vez que já foi provada a viabilidade de utilização da metodologia de produção de materiais nanoparticulados utilizada para o desenvolvimento desta monografia.

## REFERÊNCIAS

AZÁROFF, L. V.; BUERGUER, M. J. **The Powder Method in X-Ray Crystallography**. New York; Toronto; London: Mc-Graw-Hill, 1958.

CHOE, W.; LEE, Jo-Won. **Graphene: Synthesis and Applications**. Boca Raton: CRC Press, 2012. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/qn/v30n6/a16v30n6.pdf>. Acesso em: 03 de julho de 2019 às 19:07.

CULLITY, B. D. **Elements X-Ray diffraction**. 2<sup>a</sup>. ed. Notre Dame: Addison-Wesley Publishing Company, 1956.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. 2. ed. New Jersey: IEEE Press, 2009.

ENDO, M. STRANO, M. S. AJAYAN, P. M. **Potential applications of carbon nanotubes**. Heidelberg: Springer, 2007.

FERRETTI, Marco. Princípios e aplicações de espectroscopia de fluorescência de Raios X (FRX) com instrumentação portátil para estudo de bens culturais. **Revista CPC**, São Paulo, n.7, nov 2008/abr 2009. p 74-78. Disponível em: [http://www.usp.br/cpc/v1/imagem/conteudo\\_revista\\_conservacao\\_arquivo\\_pdf/maferretti.pdf](http://www.usp.br/cpc/v1/imagem/conteudo_revista_conservacao_arquivo_pdf/maferretti.pdf). Acesso em: 21 de outubro de 2019.

GOBBO, Luciano de Andrade. **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de Cimento Portland**. 2019. Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Meio Ambiente) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/44/44137/tde-23072009-144653/pt-br.php>. Acesso em: 10 de setembro de 2019 às 15:32.

GURGEL, T. T. **Caracterização estrutural e magnética de cromitas produzidas pelo método de coprecipitação**. 2016. Tese (Doutorado em Física) – Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2016. Disponível em: [https://ri.ufs.br/bitstream/riufs/5259/1/THIAGO\\_TARGINO\\_GURGEL.pdf](https://ri.ufs.br/bitstream/riufs/5259/1/THIAGO_TARGINO_GURGEL.pdf). Acesso em: setembro de 2018 às 20:12.

GURGEL, T. T. **PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PARTÍCULAS MAGNÉTICAS DOS SISTEMAS  $Mn_{1-x}Zn_xCr_2O_4$  e  $Cu_{1-x}Ni_xCr_2O_4$** . 2012. Dissertação (Mestrado em Física) – Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2016. Disponível: [https://ri.ufs.br/bitstream/riufs/5354/4/THIAGO\\_TARGINO\\_GURGEL.pdf](https://ri.ufs.br/bitstream/riufs/5354/4/THIAGO_TARGINO_GURGEL.pdf). Acesso em: setembro de 2016 às 20:23.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. **Fundamentos de Física: Eletromagnetismo**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. Tradução: Ronaldo Sérgio de Bias.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. **Fundamentos de Física: Óptica e Física Moderna**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. Tradução: Ronaldo Sérgio de Bias.

JENKINS, R.; GOULD, R.W.; GEDCKE, D. **Quantitative X-ray Spectrometry**. 2. ed. New York: Marcel Dekker, 1995.

JESUS, K. A. de. FREIRE, E. GUIMARÃES; M. J. O. C. Grafeno: Aplicações e Tendências Tecnológicas. **Revista de Química Industrial**, n. 737, 4 semestre 2012. Disponível em: <http://www.abq.org.br/rqi/2012/737/RQI-737-pagina14-Grafeno-Applicacoes-e-Tendencias-Tecnologicas.pdf>. Acesso em: 29 de julho de 2019 às 13:40.

LIMA, V. F. G. **Preparação e caracterização de nanopartículas magnéticas de Sm-Co, Nd-Fe-B, Fe-Pt e Co-Pt pelo método de agregação gasosa**. 2013. Dissertação (Mestrado em Magnetismo) – Universidade de São Paulo, Instituto de Física – Dept. de Física dos Materiais / Mecânica. Disponível em: [https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/43/43134/tde-26112014-135553/publico/dissertacao\\_valquiria\\_usp.pdf](https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/43/43134/tde-26112014-135553/publico/dissertacao_valquiria_usp.pdf). Acesso em: 12 de setembro de 2019.

MANES, G. I. The Discovery of X-ray. **Isis: A Journal of the History of Science Society**, Vermont, 3ª ed, v. 47, 3 sep, 1956. 236-238 p.

MENESES, C. T. de. **Estudo da cristalização de nanopartículas de NiO por difração e absorção de raios-X**. Tese (Doutorado em Física), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2007. Disponível em: <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/11912>. Acesso em: 12 de outubro de 2019 às 23:12. Å

NUSSENSZVEIG, H. M. **Curso de Física Básica**. 3. v. São Paulo: Blucher, 1997.

PEDRA, P. P. **Estudo das propriedades estruturais e magnéticas do sistema  $Cu_{1-x}M_xO$  (M = Fe, Ni, Al e Zn)**. Dissertação (Mestrado em Física) – Núcleo de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de Sergipe, São Cristovão, 2011. Disponível em: [http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UFS-2\\_8f8368661f70ddd87375d649302e154e](http://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UFS-2_8f8368661f70ddd87375d649302e154e). Acesso em: 12 de outubro de 2019 às 22:58.

SAMPAIO, J. A.; ANDRADE, M. C. de; PAIVA, P. R. P. Cromita. **Rochas e Minerais**, 2. ed., Cetem, 2008. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/522/1/Rochas%20Min.Ind.2a%20edicao%20%28Adao%20e%20F.Lins%29.pdf>. Acesso em 27 de julho de 2019 às 10:15.

SILVA, P. F. B. **Confecção e caracterização de membrana para dessalinização de água a partir de rede de nanotubos de carbono**. 2017. TCC (Graduação em Engenharia de Materiais) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017. Disponível em: [http://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC2\\_PlinioFernandes\\_corrigido.pdf](http://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC2_PlinioFernandes_corrigido.pdf). Acesso em: 28 de julho de 2019 às 13:41.

VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1970.

YANG, H. et al. Potential of magnetic nanoparticles for targeted drug delivery. **Nanotechnology, Science and Applications**, Chang Gung, n.5, 24 august 2012. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3781723/>. Acesso em: 29 de julho de 2019 às 09:48.

ZARBIN, A. J. G. Química de (Nano)materiais. **Química Nova**, vol. 30, n. 6, 2007. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/qn/v30n6/a16v30n6.pdf>. Acesso em: 21 de julho de 2019 Às 14:03.