

3 Metodologia experimental

Este capítulo descreverá os procedimentos utilizados para a elaboração do compósito Co-ZnO, a partir⁷ dos nitratos de cobalto e de zinco, assim como as técnicas analíticas implementadas para o acompanhamento cinético e caracterização dos materiais envolvidos no processo.

3.1. Pirólise dos nitratos de cobalto e de zinco.

Inicialmente foram realizadas as pirólises dos nitratos de cobalto e de zinco separadamente, tendo em vista uma apreciação dos óxidos resultantes.

Com esse objetivo, uma quantidade conhecida dos nitratos de cobalto e de zinco foram dissolvidos em quantidade mínima de água deionizada. Deve-se ressaltar que o processo de dissolução é bastante endotérmico; então aguardava-se até que a temperatura dos bécheres se igualasse a do ambiente, para que pudessem ser submetidos à aquecimento numa chapa aquecedora, conforme ilustrado na Figura 3.1.

⁷ A lista de materiais utilizados encontra-se no Anexo V.

Figura 3. 1 Chapa aquecedora



Na maioria dos casos o aquecimento era mantido por cerca de 40 minutos, período ao longo do qual se observava um desprendimento gasoso de coloração marrom, sugestivo de dióxido de nitrogênio, além de vapor d'água.

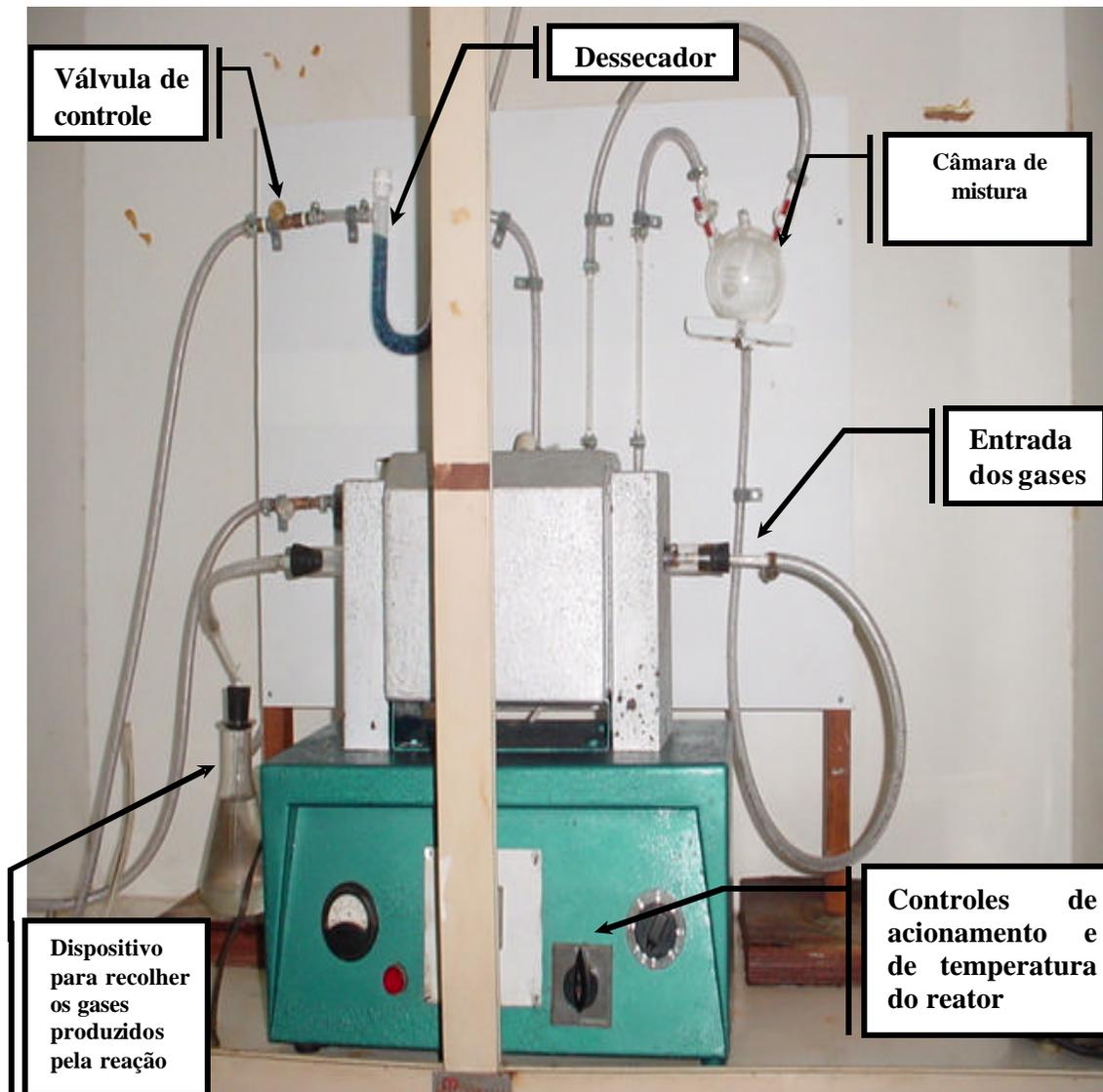
Os óxidos co-precipitados de cobalto e de zinco foram obtidos a partir do mesmo procedimento. Por exemplo 12,35g de nitrato de cobalto e 9,13g de nitrato de zinco hidratados, foram misturados, diluídos e submetidos a pirólise gerando 5,91g de $\text{Co}_3\text{O}_4\text{-ZnO}$.

Os resíduos existentes no fundo dos bécheres foram de lá retirados e desagregados em gral de porcelana, a seguir peneirados numa mini-peneira de 100 malhas (0,147 mm). Os passantes foram então acondicionados em embalagens individualizadas e identificadas para posterior utilização.

3.2. Redução dos óxidos

As amostras eram acondicionadas e pesadas em navículas, as quais eram posicionadas no interior do reator já ligeiramente aquecido, ilustrado na Figura 3.2.

Figura 3.2 Reator.



Após a colocação da navícula na câmara reacional, o registro do nitrogênio (gás inerte) era aberto, e o seu fluxo ajustado em 0,17L/min. Em seguida

aguardava-se até que o sistema reacional entrasse em equilíbrio térmico com o interior do reator, previamente ajustado na temperatura do ensaio, quando então o fluxo do nitrogênio era substituído pelo de hidrogênio (gás redutor). Após alguns segundos necessários aos ajustes operacionais, dava-se início a contagem do tempo previsto para a reação. Após seu término, a vazão de hidrogênio era interrompida e a navícula era então retirada do interior da câmara reacional para resfriamento e pesagem, a partir de onde se estabeleciam os percentuais reagidos.

Em função das características da balança (eletrônica), optou-se pela realização dos experimentos em dias de pouco movimento na Universidade, de forma a evitar ao máximo possíveis interferências nas pesagens, seja por vibrações no piso ou por variações na corrente elétrica.

3.3. Caracterizações

No sentido de assegurar os resultados obtidos, desde a pirólise até a formação do compósito propriamente dito, foram realizadas caracterizações por difração de raios -X, como também em microscopia eletrônica de varredura/EDS e de transmissão. Essas caracterizações poderão ser apreciadas posteriormente na sessão – Resultados e discussão.