

<https://eventos.utfpr.edu.br//sicite/sicite2019>

## Síntese e caracterização de nanopartículas de níquel pelo método sol-gel

## Synthesis and characterization of nickel nanoparticles by sol-gel

### RESUMO

**João Victor Justulin Fanton**  
[jvphanton1@gmail.com](mailto:jvphanton1@gmail.com)  
Universidade tecnológica federal do Paraná, Londrina, Brasil

**Carlos Eduardo Cava**  
[carloscava@utfpr.edu.br](mailto:carloscava@utfpr.edu.br)  
Universidade tecnológica federal do Paraná, Londrina, Brasil

**Walmir Eno Potker**  
[waleno80@gmail.com](mailto:waleno80@gmail.com)  
Universidade tecnológica federal do Paraná, Londrina, Brasil

Este trabalho tem como objetivo principal expor uma síntese de nanopartículas de NiO, a qual foi feita utilizando o método sol-gel, que consiste em uma dispersão de partículas coloidais, que por meio de um aquecimento acompanhada de uma leve agitação formam uma estrutura rígida tridimensional, a qual é denominada "gel", o produto formado é altamente viscoso e precisa ser secado para posteriormente ser calcinado. Esse trabalho estuda os efeitos da temperatura de calcinação na morfologia das nanopartículas de NiO. Para a síntese foram utilizada uma solução aquosa de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  submetida a uma a  $70^\circ\text{C}$  aquecimento, simultaneamente foi gotejada uma solução aquosa de  $\text{HNO}_3$ , após a formação de um líquido viscoso foi realizada uma secagem a  $110^\circ\text{C}$ , logo após a secagem, as amostras foram submetidas a diferentes temperaturas de calcinação ( $350^\circ\text{C}$ ,  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  e  $500^\circ\text{C}$  respectivamente) durante 1h30min. Descobriu-se que quanto maior a temperatura de calcinação maior o tamanho dos cristais.

**PALAVRAS-CHAVE:** Nanopartículas de NiO. Calcinação. tamanho dos cristais

**Recebido:** 19 ago. 2019.

**Aprovado:** 01 out. 2019.

**Direito autorial:** Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



### ABSTRACT

This job has as main objective a system of NiO nanoparticles, one is made using the sol-gel method, which consists of a colloidal particles dispersion, which is through an interface model of a rigid three-dimensional structure. , a product is called a "gel", the product is highly viscous and needs to be dried to be calcined later. This paper studies the effects of calcination on the morphology of NiO nanoparticles. For the synthesis, an aqueous solution of  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  subjected to one at  $70^\circ\text{C}$  heating was used,

simultaneously an aqueous solution of  $\text{HNO}_3$  was dripped, after the formation of a viscous liquid a drying was performed at  $110^\circ\text{C}$ , soon after drying, the samples were subjected to different calcination temperatures ( $350^\circ\text{C}$ ,  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  and  $500^\circ\text{C}$  respectively) for 1h30min. It was found that the higher the calcination temperature the larger the size of the crystals.

**KEYWORDS:** NiO nanoparticles. Calcination. Size of the crystals.

## INTRODUÇÃO

A nanotecnologia é uma grande áreas que vem ganhando destaque na atualidade devido às suas possibilidades e descobertas, tal área consiste na busca de novas propriedades de materiais em uma escala de 0 a 100 nm. Contudo ainda é uma área muito nova, portanto busca-se novos meios de produção de materiais em escala nanométrica (MAMANI, 2009).

Esse trabalho tem o objetivo de abordar a síntese de nanopartículas de NiO para diversas aplicações, para tal, foi utilizada a técnica sol-gel, que produz uma boa quantidade de material e com uma boa padronização em relação a morfologia.

A síntese consiste em reagir uma suspensão de partículas coloidais chamadas de “sol”, através de agitação e aquecimento simultâneos até que se forme uma estrutura rígida tridimensional, que no caso irá imobilizar o solvente, formando um líquido viscoso denominado “gel”, tal comportamento reológico só é possível devido a diminuição da viscosidade pela agitação (MAMANI, 2009).

Também podemos citar a qualidade das nanopartículas de NiO inseridas em células solares de perovskita atuando como camada transportadora de buracos, que se mostra um excelente semiconductor de trabalho acima de 5,1 eV e banda de valência 5,4 eV (YING et al., 2016).

## MATERIAIS E MÉTODOS

Antes de se dar início a síntese de fato é preciso atestar as condições do  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , por ser um sal é possível que esteja empedrado devido a absorção de água pelo ambiente, deve-se macerar o sal por pelo menos 1h. Após o processo de maceração deu-se início a preparação da solução de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  em água deionizada e paralelamente uma solução de  $\text{HNO}_3$ , que atuará como ligante na reação. A proporção utilizada entre  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{HNO}_3$  foi de 1 : 1. Alguns cuidados foram tomados nessa etapa, a quantidade de água deve ser apropriada para as soluções, pois se exceder em muito a quantidade afetará o resultado (WU et al., 2007).

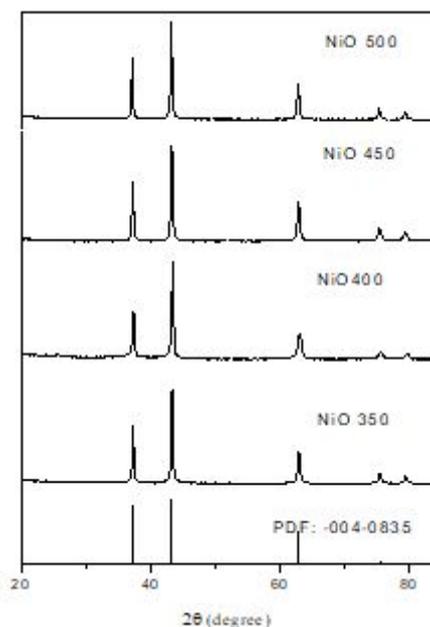
Logo após a preparação das soluções, a solução de  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  fora colocada em uma placa de aquecimento a  $70^\circ\text{C}$  e simultaneamente

submetida a uma leve agitação para um controle de viscosidade mais preciso, após atingir-se a temperatura de 70°C efetivamente gotejou-se lentamente a solução de HNO<sub>3</sub> na solução de Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, o processo durou até que um líquido altamente viscoso fosse formado. Prosseguindo, o líquido viscoso foi submetido a uma secagem a 110°C. Foram realizadas um total de 4 sínteses dessa forma, apenas diferindo na última etapa, cada um dos produtos formados fora submetido a uma temperatura diferente de calcinação na mufla 350°C, 400°C, 450°C e 500°C respectivamente, todos com o mesmo tempo de calcinação de 1h30min (WU et al., 2007).

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para uma análise da estrutura cristalina foi realizada uma difração de Raios-X com uma faixa angular de 20° a 90° e o incremento angular de 2θ, o teste foi realizado utilizando tubos de Cu-Kα, obtendo o seguinte resultado cristalográfico.

Figura 1 – Difratoograma de raio-x



Fonte: Autoria própria

Para identificar a temperatura de calcinação de cada amostra do difratograma foi utilizado o código NiO com sua respectiva temperatura de calcinação, organizada de forma crescente de baixo para cima em relação as camadas do difratograma.

Realizando uma comparação com o cartão comparativo PDF coletado na plataforma ICSD, pode-se confirmar a existência de nanopartículas de NiO

para todas as temperaturas de calcinação e com o mesmo comparativo foi possível detectar a estrutura cristalina CFC em todas as amostras.

$$t = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

Sendo “t” o tamanho médio das partículas; “K” uma constante dependente do formato das partículas; “λ” o comprimento de onda da radiação eletromagnética; “θ” o ângulo de difração e “β” a largura do pico na metade do pico de difração. Pode-se obter os dados da tabela abaixo, referentes ao tamanho dos cristais formados e seus parâmetros de rede para cada uma das diferentes temperaturas de calcinação.

Tabela 1- Dados sobre as dimensões das nanopartículas de NiO em diferentes temperaturas de calcinação

Temperatura de calcinação (°C)	Tamanho do cristal (nm)	Volume da célula unitária (nm <sup>3</sup> )
350	28,06	0,072
400	30,54	0,073
450	32,89	0,073
500	59,49	0,073

Pode-se observar pelos dados da tabela que apesar do volume da célula unitária ter mantido uma certa constância, já o tamanho das nanopartículas foi afetado de modo que tende a crescer conforme aumenta-se a temperatura de calcinação.

Também foi possível obter as faixas angulares onde ocorreram a difração de raio x segundo a lei de Bragg, associando-as com os planos cristalográficos correspondentes apresentados na Tabela 2.

Tabela 2- Faixa angular e plano cristalográfico onde ocorreram difração de raio x

Faixa angular (θ)º	Planos cristalográficos
37	[1 1 1]
43	[2 0 0]

63	[2 2 0]
75	[3 1 1]
79	[2 2 2]

### CONCLUSÃO

Tomando como base as análises pode-se constatar que o tamanho das estruturas de Óxido de Níquel são afetadas pela temperatura de calcinação na síntese via sol-gel, de modo a quanto maior for essa temperatura maiores serão os cristais

### REFERÊNCIAS

MAMANI, Javier Bustamante. **Estrutura e propriedades de nanopartículas preparadas via sol-gel**. 2009, 200. Tese (Doutorado) - Curso de Física, Instituto de física , Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009. Cap 1-3.

YIN, Xingtian; LIU, Jie; MA, Jiaqi; ZHANG, Chongxin; CHENG , Peng; QUE , Meidan; YANG, Yawei; QUE , Wenxiu; NIU, Chunming; CHAO, Jinyou. **Solvothermal derived crystalline NiOx nanoparticles for high performance perovskite solar cells**. Journal of Power Sources, [S. l.], ano 2016, v. 329, p. 398-405, 31 ago. 2016.

WU, Ying; HE, Yiming; WU, Thinghua; Chen, Tong; Weng, Weizheng; Wan, Huilin. **Influence of some parameters on the synthesis of nanosized NiO material by modified sol-gel method**. Material Letters, [S. l.], ano 2007, v. 61, p. 3174-3178, 21 nov. 2006.