

Síntese e caracterização de ferritas de níquel modificadas com íons potássio ($K_{2x}Ni_{1-x}Fe_2O_4$, $x = 0$ e $0,1$)

Beatriz Rocha Cardoso^{1,*}; Leonardo Castro de Melo²; Marcos Vinicius Moreira³; Marcela Magalhães Marcelino³; Jaqueline Queiroz⁴; Delano Mendes de Santana^{2,3,4}; Ednildo Andrade Torres^{2,3,4}; Artur José Santos Marcarenhas^{1,2}; Karen Valverde Pontes^{2,3,4}

¹ Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Departamento de Química Geral e Inorgânica, Laboratório de Catálise e Materiais (LABCAT)

² Universidade Federal da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Energia e Ambiente (PGENAM)

³ Universidade Federal da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial (PEI)

⁴ Universidade Federal da Bahia, Departamento de Engenharia Química, Laboratório de Processos Sustentáveis e Energias Renováveis (LAPSER)

* e-mail: beatriz.rocha.cardoso17@gmail.com

RESUMO - Este trabalho apresenta a síntese de ferritas de níquel ($NiFe_2O_4$) pura e promovida com potássio, empregando o método de combustão assistida por ureia. A dopagem foi proposta como estratégia para modificar a estrutura cristalina e influenciar propriedades físico-químicas relevantes para aplicações catalíticas. As amostras foram caracterizadas por DRX, FRX, TG e MEV. Os resultados indicaram que a incorporação do potássio promove alterações significativas na cristalinidade, composição elementar e morfologia das partículas, evidenciando o potencial da modificação para otimização funcional em processos catalíticos.

Palavras-chave: Ferrita de níquel, dopagem alcalina, síntese por combustão, caracterização, estrutura espinélio.

ABSTRACT - This study reports the synthesis of pure and potassium-doped nickel ferrite ($NiFe_2O_4$) using the urea-assisted combustion method. Potassium doping was employed as a strategy to modulate the crystalline structure and tune physicochemical properties relevant to catalytic applications. The materials were characterized by XRD, XRF, TG, and SEM, and analyses. The results revealed that potassium incorporation induces notable changes in crystallinity, elemental distribution, and particle morphology, highlighting the potential of this approach for structural enhancement in catalytic systems.

Keywords: Nickel ferrite, alkaline doping, combustion synthesis, characterization, spinel structure.

Introdução

A síntese de ferritas modificadas tem se destacado na ciência de materiais devido às suas propriedades magnéticas, catalíticas e eletrônicas (1). A ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$) se sobressai por sua estabilidade térmica e ampla possibilidade de aplicação em dispositivos funcionais e na Catálise Heterogênea. Ferritas de níquel tem sido testadas como catalisadores em conversão de biomassa e produção de biocombustíveis com resultados promissores, mas ainda requer o uso de algum promotor que melhore seu desempenho catalítico em alguns casos,

A introdução de potássio (K^+) na estrutura da ferrita surge como estratégia para modificar a estrutura cristalina, as propriedades texturais e a química da superfície, otimizando o desempenho catalítico. Neste contexto, este trabalho analisa como o uso de potássio como promotor e como os parâmetros de síntese afetam as propriedades estruturais, morfológicas e catalíticas do material, com base em caracterizações físico-químicas (1-2).

Experimental

A ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$) foi sintetizada pelo método de combustão assistida por ureia, utilizando nitratos de níquel e ferro em proporções estequiométricas, juntamente com ureia. No caso do segundo catalisador ($K_{2x}Ni_{1-x}Fe_2O_4$ com $x = 0,1$), também foi adicionado nitrato de potássio não hidratado (KNO_3) como fonte do promotor. Após homogeneização da mistura, o gel foi aquecido a $400^\circ C$ ($10^\circ C\ min^{-1}$) para promover a combustão, seguido de manutenção por 30 min e calcinação a $800^\circ C$ por 2 horas, visando à formação da fase espinélio.

As amostras foram caracterizadas por Difractometria de Raios X (DRX), para determinar a natureza das fases cristalinas formadas; por Fluorescência de Raios X (FRX) para determinar a composição química dos catalisadores; por Termogravimetria (TG), para estudar a estabilidade térmica dos materiais formados; e, finalmente por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para estudar a morfologia dos catalisadores (1-3).

Resultados e Discussão

Difração de Raio-X

A análise de DRX da amostra sem potássio indicou uma estrutura majoritariamente do espinélio NiFe_2O_4 , com alta cristalinidade. Pequenas fases secundárias, como óxidos de ferro e níquel metálico, podem ter se formado durante a síntese. A estrutura organizada contribui para a estabilidade térmica e o desempenho catalítico (4).

A ferrita modificada com potássio ($\text{Ni}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$) apresenta fases NiFe_2O_4 e KFeO_2 , indicando incorporação parcial do dopante. Apesar do KFeO_2 aumentar a higroscopicidade, essa combinação pode favorecer a estabilidade estrutural e ampliar o potencial catalítico em condições exigentes (5).

Fluorescência de Raios X

A análise de FRX da NiFe_2O_4 revelou altos teores de Fe_2O_3 (67,08%) e NiO (31,38%), compatíveis com a formação de uma estrutura espinélio estável e homogênea, contribuindo para sua estabilidade térmica e propriedades magnéticas (6).

Na amostra modificada, além dos mesmos óxidos metálicos, foi identificado 17,48% de K_2O . Estudos recentes mostram que dopantes alcalinos, como o potássio, podem alterar a acidez superficial, facilitar a migração eletrônica e melhorar a dispersão dos óxidos, otimizando reações catalíticas em fase gasosa (7–9). Assim, a dopagem com K^+ , quando bem controlada, tende a expandir o desempenho catalítico, ainda que exija ajustes nas etapas de síntese e calcinação (3).

Análise termogravimétrica

A análise termogravimétrica da amostra NiFe_2O_4 , revelou alta estabilidade térmica, com perda de massa inferior a 0,2% e resíduo final de 99,74% até 1000°C, indicando uma estrutura bem consolidada e resistente ao calor (5).

A amostra modificada com potássio ($\text{Ni}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$), apresentou perdas de massa mais significativas, somando cerca de 16,6%, com eventos em 50°C, 86°C e 629°C. Essas perdas são atribuídas à liberação de água adsorvida e à decomposição de sais potássicos, refletindo a natureza higroscópica do dopante (3).

Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens de MEV revelam diferenças significativas entre os catalisadores. A ferrita de níquel NiFe_2O_4 apresenta uma morfologia altamente porosa, com cavidades bem distribuídas e superfície relativamente homogênea. Essa porosidade pode ser benéfica para processos catalíticos, pois facilita a difusão de reagentes e o acesso aos sítios ativos (2).

O catalisador promovido com potássio apresenta aglomerados maiores e superfície menos uniforme, possivelmente devido à natureza higroscópica do K^+ , que favorece a aglomeração. Apesar disso, essas alterações

estruturais podem beneficiar a estabilidade catalítica em certas condições (10).

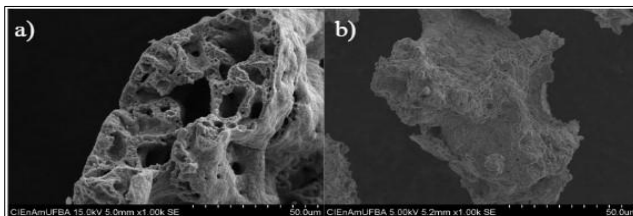


Figura 1. Microscopia Eletrônica de Varredura dos Catalisadores, onde a) NiFe_2O_4 ; b) $\text{Ni}_{1-x}\text{K}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$

Conclusões

Este trabalho evidenciou que a dopagem com potássio altera significativamente as propriedades estruturais e superficiais de ferritas de níquel, indicando potencial para aplicações catalíticas, em razão de alterações como o aumento da basicidade e a possível geração de sítios catalíticos. Embora os resultados obtidos apontem perspectivas promissoras, são necessários estudos adicionais para avaliar diretamente o desempenho catalítico. Assim, os materiais desenvolvidos apresentam potencial para aplicação em contextos que demandem maior eficiência e adaptação a diferentes condições operacionais.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Suzano Papel e Celulose, à CAPES (001) e à FAPESB via INCITERE (PIE0008/22) pelo apoio financeiro.

Referências

1. S. Ranjan; A. Sharma; R. S. Chauhan; A. Gupta, *J. Mol. Catal. A: Chem.* **2019**, 485, 110818.
2. F. S. Borges; L. C. Oliveira; A. C. Mendonça, *Mater. Res.* **2020**, 23, e20200123.
3. M. Ghavami; S. R. Hosseini; M. Jafari, *J. Environ. Chem. Eng.* **2022**, 10(4), 107338.
4. Y. Li; Y. Zhang; J. Wang, *Ceram. Int.* **2019**, 45(4), 5162–5169.
5. R. M. Santos; D. Lima; A. G. Souza et al., *J. Mater. Sci.* **2021**, 56, 11213–11225.
6. K. Vara Prasad; B. M. Reddy, *J. Mol. Catal. A: Chem.* **2018**, 355, 60–66.
7. Y. Zhu; J. Zhang; X. Li, *Appl. Catal. B: Environ.* **2020**, 263, 118299.
8. H. Wang; X. Yu; J. Li, *Catal. Today* **2020**, 355, 124–131.Y.
9. Zhou; Z. Liu; J. Li et al., *Appl. Surf. Sci.* **2021**, 538, 147889.
10. V. Kumar; R. S. Chauhan; S. Ranjan et al., *Ceram. Int.* **2020**, 46, 15871–15878.