



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA – UnB
CAMPUS DARCY RIBEIRO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS
PÓS-GRADUAÇÃO EM NANOCIÊNCIA E NANOBIOTECNOLOGIA – PPG/NANO

TESE DE DOUTORADO

***DESENVOLVIMENTO DE UM NANOCOMPÓSITO A BASE DE COBALTO,
SILÍCIO E TELÚRIO “ $\text{Co}_8(\text{Si}_4\text{O}_{12})_2\text{Te}_{12}$ ”***

MAURO GUILHERME FERREIRA BEZERRA

Brasília – DF

2020

MAURO GUILHERME FERREIRA BEZERRA

***DESENVOLVIMENTO DE UM NANOCOMPÓSITO A BASE DE COBALTO,
SILÍCIO E TELÚRIO “Co₈(Si₄O₁₂)₂Te₁₂”***

Tese de doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia da Universidade de Brasília, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Nanociência e Nanobiotecnologia.

Orientador: Prof^o. Dr^o. Judes Gonçalves dos Santos

Brasília – DF

2020

MAURO GUILHERME FERREIRA BEZERRA

***DESENVOLVIMENTO DE UM NANOCOMPÓSITO A BASE DE COBALTO,
SILÍCIO E TELÚRIO “ $Co_8(Si_4O_{12})_2Te_{12}$ ”***

BANCA EXAMINADORA

Dr. Judes Gonçalves dos Santos (Presidente - Orientador)

PPGNANO – UnB

Dr. José Antonio Huamaní Coaquira (Membro vinculado ao Programa)

PPGNANO – UnB

Dr. Anselmo Fortunato Ruiz Rodriguez (Membro vinculado ao Programa)

Universidade Federal do Acre – UFAC / BIONORTE

Dra. Fernanda Antunes Fabian (Membro externo)

SEPRORAD – Radioproteção e Física Médica

Dr. Herisson Ferreira dos Santos (Membro suplente)

Instituto Federal de Rondônia – IFRO

Brasília-DF, 05 de novembro de 2020.

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA

REITORA

Dra. Márcia Abrahão Moura

VICE-REITOR

Dr. Enrique Huelva

DECANA DE PÓS-GRADUAÇÃO

Dra. Adalene Moreira Silva

DECANA DE PESQUISA E INOVAÇÃO

Dra. Maria Emília Machado Telles Walter

DIRETOR DO INSTITUTO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS

Dr. Jaime Martins de Santana

COORDENADOR DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM NANOCIÊNCIA E

NANBIOTECNOLOGIA

Dr. Ricardo Bentes de Azevedo

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, professor Dr. Judes Gonçalves dos Santos, pela oportunidade para realização deste projeto, bem como a todos os trabalhos que iremos realizamos juntos e principalmente pela oportunidade de me permitir crescer neste meio científico o qual tinha pouco conhecimento.

Ao Programa de Pós-Graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia da Universidade de Brasília e aos professores que contribuem para a produção do conhecimento acadêmico e científico.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), FAPERO (Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de Rondônia), pelo aporte financeiro e bolsa.

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Rondônia (IFRO) por implementar os afastamentos integrais para capacitação que permitiram o meu acesso ao doutorado e pelo apoio recebido.

Ao Laboratórios de Nanomateriais e Nanobiomagnetismo (LNBIOMAG) – UNIR, pela infraestrutura e recursos necessários para o desenvolvimento desta pesquisa.

Ao Laboratório Multiusuário de Técnicas Analíticas (LAMUTA) da Faculdade de Geociências – UFMT, pelas medidas de DRX, TGA-DTA e FTIR.

Ao Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução (LabMic) – UFG, pela captação das micrografias MET, MEV e EDS.

Ao Laboratório de Nanoestruturas Magnéticas do Instituto de Física – UnB, pelas medidas magnéticas.

Aos meus amigos desta empreitada pelos ensinamentos e discussões nos mais diversos assuntos nesse novo mundo que é a nanociência.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001

RESUMO

O presente estudo teve como objetivo o desenvolvimento de uma matriz de nanocompósito a base Cobalto complexada com átomos de Silício e Telúrio. A matriz complexada foi obtida por meio do processo de síntese por combustão em solução (SCS) assistida por micro-onda. Foram aplicadas diferentes metodologias de preparo para construir diferentes amostras de nanocompósito. Através do arranjo estequiométrico moleculares dos elementos foram realizadas a variação na composição do catalisador *uréia* em relação a quantidade de Co, Si e Te. Foi feito tratamento térmico por calcinação em algumas amostras da matriz de nanocompósito. As técnicas de caracterização utilizadas foram a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para medir o diâmetro médio e a polidispersão e morfologia das nanopartícula da matriz do nanocompósito. A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para identificar a forma da estrutura da matriz do nanocompósito. A Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) para identificar e medir a porcentagem de cada elemento químico presente na matriz do nanocompósito. A Difração de Raios X (DRX) para identificar a estrutura, medir os parâmetros de rede, a fase e o arranjo espacial da matriz de $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$. A Análise Termogravimétrica (TGA-DTG) para medir o comportamento da matriz do nanocompósito ao estresse térmico. A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) para identificar a distribuição de elementos químicos na cobertura da matriz do nanocompósito. A Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS) para medir a *banda de gap* de energia da matriz do nanocompósito. As Medidas Magnéticas de Magnetização e Susceptibilidade magnética que contribuíram identificar e medir a resposta da matriz no campo magnético. A investigação das matrizes de nanocompósito que foram desenvolvidas e estudadas, conduziram a criação de uma nova estrutura de nanocompósito na forma monoclinica $\text{Co}_8(\text{Si}_4\text{O}_{12})_2\text{Te}_{12}$.

Palavras-chave: Cobalto, Silício, Telúrio, Síntese de Combustão em Solução, Fonte de Aquecimento Micro Ondas, Nanocompósito.

ABSTRACT

The present study aimed to develop a Cobalt based nanocomposite matrix complexed with Silicon and Tellurium atoms. The complexed matrix was obtained through the combustion synthesis process in solution (SCS) assisted by microwave. Different preparation methodologies were applied to build different nanocomposite samples. Through the molecular stoichiometric arrangement of the elements the variation in the composition of the urea catalyst in relation to the amount of Co, Si and Te was carried out. Heat treatment was carried out by calcination on some samples of the nanocomposite matrix. The characterization techniques used were Transmission Electron Microscopy (MET) to measure the average diameter and the polydispersity and morphology of the nanoparticles of the nanocomposite matrix. Scanning Electron Microscopy (SEM) to identify the shape of the nanocomposite matrix structure. X-ray Dispersive Energy Spectroscopy (EDS) to identify and measure the percentage of each chemical element present in the nanocomposite matrix. X-Ray Diffraction (XRD) to identify the structure, measure the network parameters, the phase and the spatial arrangement of the $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$ matrix. Thermogravimetric Analysis (TGA-DTG) to measure the behavior of the nanocomposite matrix to thermal stress. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) to identify the distribution of chemical elements in the nanocomposite matrix coverage. Ultraviolet and Visible Spectroscopy (UV-VIS) to measure the energy gap band of the nanocomposite matrix. The Magnetic Measurements of Magnetization and Magnetic Susceptibility that contributed to identify and measure the response of the matrix in the magnetic field. The investigation of the nanocomposite matrices that were developed and studied, led to the creation of a new nanocomposite structure in the monoclinic form **$\text{Co}_8(\text{Si}_4\text{O}_{11})_2\text{Te}_{12}$** .

Keywords: Cobalt, Silicon, Tellurium, Synthesis of Combustion in Solution, Microwave Heating Source, Nanocomposite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - O tamanho dos objetos e fenômenos em nanoescala comparados com o tamanho dos pequenos objetos do cotidiano adaptado [14].	3
Figura 2 - Classificação dos nanomateriais (a) esferas e aglomerados 0D; b) Nanofibras 1Dnanofios e nanorods; (c) nanofilmes 2D, nanoplacas e redes; (d) nanomateriais 3D [16].	4
Figura 3 - Estrutura esquemática de um microscópio eletrônico de transmissão com os principais componentes e ilustração das etapas do funcionamento e os padrões de difração típicos: a) monocristalino, b) amorfo e c) policristalino [51].	16
Figura 4 - Diagrama dos principais componentes do microscópio eletrônico de varredura e os tipos de sinais gerado pela interação dos elétrons primários com a amostra [51].	17
Figura 5 - Esquema das possíveis interações de um fóton em um átomo. (a) Fóton de energia E incide em um átomo, (b) A energia E do fóton é absorvida pelo elétron da camada K e o elétron é ejetado em forma de fotoelétron com energia E_{fe} , (c) Um elétron da camada L preenche a vaga na camada K emitindo um fóton de raio X característico (d) Emissão do elétron Auger [59].	19
Figura 6 - Ilustrações da geometria sugerida para simples demonstração da lei de Bragg, bem como o modelo gráfico do padrão de difração de pó (difratograma) do NaCl [63].	21
Figura 7 - Representação esquemática de um equipamento para análises termogravimétricas [70].	23
Figura 8 - Diagrama dos principais componentes de um Magnetômetro de Amostra Vibrante [81].	27
Figura 9 – Esquemático das etapas realizadas na rota de síntese SCS assistida por micro-ondas com posterior processo de calcinação, obtendo nanoestruturas híbrida a base dos elementos <i>CoSiTe</i>	30

Figura 10 – Fotografias do conjunto de amostras SCS 02, SCS 05 e SCS 08, em seus diferentes processos de sínteses e composições molares.....	32
Figura 11 - Micrografias da amostra SCS 01-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=y=z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrico, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.	34
Figura 12 - Micrografias da amostra SCS 02-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.	35
Figura 13 - Micrografias da amostra SCS 03-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.	36
Figura 14 - Micrografias da amostra SCS 04-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrico, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.	37
Figura 15 - Micrografias da amostra SCS 05-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.	38

Figura 16 - Micrografias da amostra SCS 06-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.39

Figura 17 - Micrografias da amostra SCS 07-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.40

Figura 18 - Micrografias da amostra SCS 08-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.41

Figura 19 - Micrografias da amostra SCS 09-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração.42

Figura 20 - Micrografias da amostra SCS 01-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 μm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 μm44

Figura 21 - Micrografias da amostra SCS 02-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior

processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.45

Figura 22 - Micrografias da amostra SCS 03-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.46

Figura 23 - Micrografias da amostra SCS 04-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.47

Figura 24 - Micrografias da amostra SCS 05-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.48

Figura 25 - Micrografias da amostra SCS 06-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.49

Figura 26 - Micrografias da amostra SCS 07-3 corresponde a fração molar $Co_xSi_yTe_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em

(a) aumento de 5000 com magnificação de 5 μm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 μm50

Figura 27 - Micrografias da amostra SCS 08-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 $^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 μm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 μm51

Figura 28 - Micrografias da amostra SCS 09-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 $^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 μm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 μm52

Figura 29 – Em (a) micrografia da amostra SCS 01-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.54

Figura 30 - Em (a) micrografia da amostra SCS 02-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.54

Figura 31 - Em (a) micrografia da amostra SCS 03-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.54

Figura 32 - Em (a) micrografia da amostra SCS 04-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS

do ponto (5), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.55

Figura 33 - Em (a) micrografia da amostra SCS 05-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.55

Figura 34 - Em (a) micrografia da amostra SCS 06-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.55

Figura 35 - Em (a) micrografia da amostra SCS 07-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.56

Figura 36 - Em (a) micrografia da amostra SCS 08-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.56

Figura 37 - Em (a) micrografia da amostra SCS 09-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.56

Figura 38 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 01-1 e SCS 01-2, identificação das fases com os

códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	58
Figura 39 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 01-3 e SCS 02-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	59
Figura 40 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 02-2 e SCS 02-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	60
Figura 41 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 03-1 e SCS 03-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	61
Figura 42 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 03-3 e SCS 04-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	62
Figura 43 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 04-2 e SCS 04-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	63
Figura 44 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 05-1 e SCS 05-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	64
Figura 45 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 05-3 e SCS 06-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).....	65

Figura 46 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 06-2 e SCS 06-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).....	66
Figura 47 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 07-1 e SCS 07-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).....	67
Figura 48 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 07-3 e SCS 08-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).....	68
Figura 49 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 08-2 e SCS 08-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).....	69
Figura 50 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 09-1 e SCS 09-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).....	70
Figura 51 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld da amostra SCS 09-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (I _{obs}) e calculadas (I _{cal}) e o parâmetro residual (I _{obs} - I _{cal}).	71
Figura 52 - Representação esquemática de uma célula unitária da estrutura $Co_8Te_{12}O_{32}$ [87].	74
Figura 53 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 01-1 e SCS 02-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.	76

Figura 54 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 03-1 e SCS 04-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.	77
Figura 55 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 05-1 e SCS 06-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.	78
Figura 56 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 07-1 e SCS 08-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.	79
Figura 57 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica da amostra SCS 09-1 sintetizada em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.....	80
Figura 58 – Conjunto de espectros das amostras SCS 01 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....	81
Figura 59 - Conjunto de espectros das amostras SCS 02, SCS 03 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....	82
Figura 60 - Conjunto de espectros das amostras SCS 04, SCS 05 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....	83

Figura 61 - Conjunto de espectros das amostras SCS 06, SCS 07 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....84

Figura 62 - Conjunto de espectros das amostras SCS 08, SCS 09 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....85

Figura 63 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 01 e SCS 02, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....89

Figura 64 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 03 e SCS 04, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....90

Figura 65 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 05 e SCS 06, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....91

Figura 66 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 07 e SCS 08, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....92

Figura 67 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 09, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.....	93
Figura 68 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia $(h\nu)$ do conjunto de amostras SCS 01 e SCS 02, com o objetivo de levantar os valores da energia de <i>band gap</i> através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.	96
Figura 69 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia $(h\nu)$ do conjunto de amostras SCS 03 e SCS 04, com o objetivo de levantar os valores da energia de <i>band gap</i> através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.	97
Figura 70 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia $(h\nu)$ do conjunto de amostras SCS 05 e SCS 06, com o objetivo de levantar os valores da energia de <i>band gap</i> através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.	98
Figura 71 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia $(h\nu)$ do conjunto de amostras SCS 07 e SCS 08, com o objetivo de levantar os valores da energia de <i>band gap</i> através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.	99
Figura 72 - Gráfico de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia $(h\nu)$ do conjunto das amostras SCS 09, com o objetivo de levantar os valores da energia de <i>band gap</i> através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.	100
Figura 73 - Curvas de susceptibilidade magnéticas em função da temperatura da série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1.....	101
Figura 74 - Curvas de magnetização em função do campo aplicado (MvsH) realizadas em 300 K e 5 K na série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1. Em detalhe a ampliação do gráfico da região em baixo campo.	102

Figura 75 - Curvas de magnetização em função do campo aplicado (MvsH) realizadas em 300 K e 5 K na série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1. 103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Descrição das frações molares, equações estequiométricas balanceadas em cada grupo de amostras, identificação, relação combustível/oxidante e as diferentes características utilizadas no processo de síntese do nanocompósito a base de $Co_xSi_yTe_z$	31
Tabela 2 - Levantamento dos valores da intensidade de contagens em (%) dos principais elementos encontrado nos espectros de EDS das amostras analisadas. .	53
Tabela 3 - Parâmetros de rede (a, b, c) e volume (Vol.) do conjunto de amostras sintetizadas e calcinadas em temperatura de 650 °C, obtidos do refinamento dos dados de DRX medidos a temperatura ambiente.....	71
Tabela 4 - Informações de dados coletados a partir do refinamento de Rietveld dos padrões de difrações das amostras sintetizadas como: nomenclaturas, fórmula molecular, porcentagem e o códigos ICDD das fases encontradas, largura à meia altura do pico mais intenso (FWHM), Diâmetro médio (nm) das nanopartículas usando a equação de Scherrer e os índices do ajuste do refinamento Rwp e Rp. ...	72
Tabela 5 - Informações das temperaturas de transição dos dados de DTG e as variações da massa (%) dos principais processo térmico coletado das curvas de TGA das amostras analisadas.	80
Tabela 6 – Descrição das amostras com as identificações dos principais picos de transmitância absorção por meio dos valores do número de ondas (cm^{-1}) das amostras analisadas.	87
Tabela 7 - Apresentam as identificações das amostras, relação combustível/oxidante, metodologia de síntese e frações molares do conjunto das amostras, relacionando-se com os valores das <i>band gap</i> extraído dos gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$).	95

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

Co - cobalto

Si - silício

Te - telúrio

Co(NO₃)₂.6H₂O - nitrato de cobalto hexahidratado

SiO₂ - dióxido de silício

CH₄N₂O - ureia

KBr - Brometo de potássio

fcc - cúbica de face centrada

hcp - hexagonal compacta

eV - elétron volt

Pa - Pascal

kV - kilovolt

SCS - síntese por combustão em solução

MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

EDS - Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X

DRX - Difração de Raios X

TGA - Análise Termogravimétrica

FTIR - Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

UV-VIS - Espectroscopia Ultravioleta e Visível

MR - Método de Rietveld

PDF2-2003 - Powder Diffraction File

ICDD - International Centre for Diffraction Data

FWHM - largura à meia altura do pico mais intenso

R_p - Resíduo do perfil

R_{wp} - Resíduo do perfil ponderado

E_g - energia do band gap

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Nanomateriais.....	3
2.2 Nanocompósitos	5
2.3 Cobalto (Co)	6
2.4 Silício (Si).....	7
2.5 Telúrio (Te)	8
3. JUSTIFICATIVA.....	10
4. OBJETIVOS.....	11
4.1 Objetivo Geral.....	11
4.2 Objetivos Específicos.....	11
5. METODOLOGIA	12
5.1 Materiais	12
5.2 Método de Síntese do Nanocompósito.....	12
6. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	14
6.1 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)	14
6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	16
6.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)	18
6.4 Difração de Raios X (DRX).....	20
6.5 Análise Termogravimétrica (TGA-DTG).....	22
6.6 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	23
6.7 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS).....	25

6.8 Medidas Magnéticas (Magnetometria e Susceptibilidade).....	26
7. RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
7.1 Processo de Síntese.....	29
7.2 Técnicas de Caracterização	33
7.2.1 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	33
7.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	43
7.2.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS).....	53
7.2.4 Difração de Raios X (DRX)	57
7.2.5 Análise termogravimétrica (TGA-DTG)	74
7.2.6 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) ..	81
7.2.7 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)	88
7.2.8 Medidas Magnéticas (Magnetometria e Susceptibilidade)	100
8. CONCLUSÕES E SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	104
8.1 Conclusões Finais	104
8.2 Sugestões para Trabalhos Futuros.....	105
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	106

1. INTRODUÇÃO

Desde o marco civilizatório, os materiais vêm desempenhando um papel importante para existência e evolução da espécie humana, tendo como objetivo a melhoria e qualidade de vida dos seres vivos. Esse fato pode ser observado à medida que percebemos os constituintes dos objetos que temos a disposição em nosso dia a dia [1], [2]. Desde o advento da Nanociência, Nanotecnologia e Nanobiotecnologia é observável o crescente interesse de pesquisadores de diversas áreas e lugares, empenhados na geração de novos materiais com estruturas em nanoescala que apresentem propriedades intrínsecas as quais não podem ser observadas na escala micro e macro [3], [4].

Os conceitos da Nanociência, Nanotecnologia e Nanobiotecnologia estão principalmente relacionados ao conjunto de técnicas multidisciplinares utilizadas para explorar a matéria em escala atômica e moleculares [3]. Através da síntese, caracterização e manipulação de materiais, dispositivos e sistemas com dimensões na faixa do nanômetro [4]. Estruturas com dimensões na ordem do nanômetro são denominados de nanomateriais, eles podem ser constituídos por diferentes elementos e combinações, apresentando características e propriedades físico-químicas únicas e sendo objeto de aplicações em diversas áreas tecnológicas [5].

Atualmente os nanocompósitos compreendem uma das classes de ordem dimensional dos nanomateriais e podem ser encontrados na forma de pó cristalino ou amorfo, formados por dois ou mais elementos [6]. Suas estruturas estão organizadas em nanoescala e são classificadas de acordo com as matrizes dos materiais utilizados, sendo de matriz cerâmica, metálica e polimérica [7]. Por oferecer propriedades e fenômenos não observáveis em nanoestruturas monolíticas, vem sendo utilizados em novas tecnologias e oportunidades de negócios em diversos setores industriais, além de serem ambientalmente sustentáveis [8]. Essas características são devidas as combinações das propriedades dos elementos constituintes, fornecendo novas funcionalidades que não estão disponíveis em estruturas macro ou únicas e possibilitando o desenvolvimento de novos produtos nanotecnológicos dependendo da metodologia e aplicação desejada [9].

Dentre os nanocompósitos que se encaixam neste contexto, há aqueles de interesse tecnológico onde se procura os que tenham melhores propriedades magnéticas, ópticas e eletrônicas para o desenvolvimento de nanosondas, nanosensores ou células fotovoltaicas [10]. Os compostos de cobalto apresentam alta magnetização e coercividade, os de silício são conhecidos pelas suas propriedades semicondutoras sendo empregado na maioria dos dispositivos eletrônicos, já o Telúrio é um semicondutor do tipo p com características muito interessantes e úteis, como por exemplo, fotocondutividade, piezoeletricidade, termoeletricidade e respostas ópticas não lineares [11], [12], [13].

A partir dessas informações, foi desenvolvido uma nanoestrutura híbrida com características de um nanocompósito de matriz metálica, utilizando os elementos cobalto, silício e telúrio. O método de síntese aplicado foi a síntese de combustão em solução assistida por radiação de micro-ondas, as propriedades físico-químicas foram coletadas e analisadas gerando informações promissoras para futura aplicações que exijam características magneto-óptica-elétrica.

Esta tese está organizada em oito tópicos. O primeiro tópico apresenta uma introdução da pesquisa. No segundo apresentamos uma breve revisão sobre os aspectos teóricos dos nanomateriais, nanoestruturas e os elementos utilizado, bem como a revisão dos principais resultados publicados na literatura científica sobre os nanocompositos em estudo. O tópico três apresentamos a justificativa para realização do estudo. O tópico quatro elencamos os objetivos pretendidos com realização do estudo. O tópico cinco descrevemos o método de preparação das amostras e as técnicas utilizadas no processo. O tópico seis apresentamos as técnicas de caracterização utilizados no estudo dos nanomateriais sintetizados. No tópico sete relatamos os resultados e discussões acerca da preparação, propriedades estruturais, ópticas, morfológicas e magnéticas das amostras estudadas. No tópico oito foram feitas as conclusões e perspectivas abordando as contribuições deste estudo considerando os objetivos propostos. Por último apresentamos as referências consultadas durante o desenvolvimento deste trabalho.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Nanomateriais

De acordo com algumas organizações internacionais, a definição dos nanomateriais pode ser descrito como um material sintético ou natural, com composições inorgânica, orgânica ou ambas de diferentes estruturas e forma, não ligadas, agregadas ou aglomeradas com dimensões externas ou internas que compreendem a faixa entre 1-100 nm [5]. Essas nanoestruturas exibem fenômenos e propriedades mecânicas, catalíticas, elétricas, magnéticas, ópticas e eletrônicas dependentes de sua dimensão e formação, gerando potenciais aplicações de grandes impactos nas áreas tecnológicas, eletrônica, medicina e outros campos [14]. Na Figura 1 apresentamos através de ilustrações, algumas estruturas e fenômenos naturais e sintetizados correlacionado com uma escala métrica utilizada habitualmente.

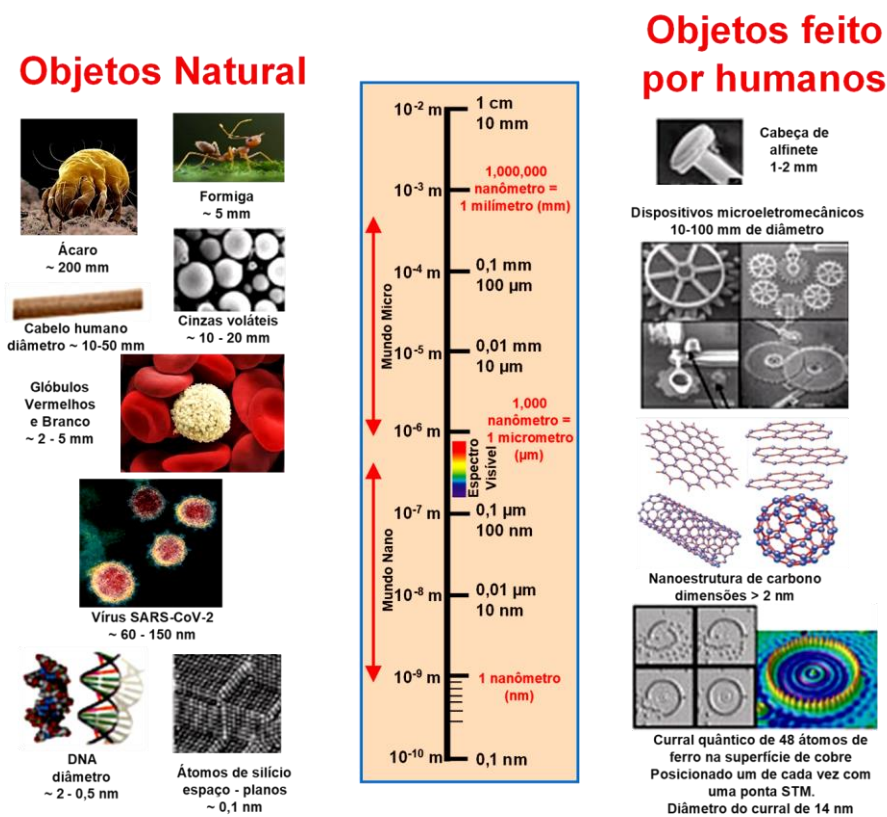


Figura 1 - O tamanho dos objetos e fenômenos em nanoescala comparados com o tamanho dos pequenos objetos do cotidiano adaptado [14].

Os nanomateriais pode ainda ser classificados conforme suas formas cristalinas, composição química entre outros, mas estudos mais recentes propõem que sua classificação seja feita através da análises do tamanho de suas dimensões [15]. Neste caso podem existir estruturas onde todas as suas três dimensões são inferiores a algumas centenas de nanômetros (nanopartículas), ou com apenas duas dimensões são inferiores a algumas centenas de nanômetros (nanotubos) e quando somente uma dimensão é menor que algumas centenas de nanômetros (nanofilmes) [16]. Esses nanomateriais ainda são encontrados em formas únicas, fundidas, agregadas ou aglomeradas podendo ser de formatos esféricos, tubulares e irregulares, a seguir na Figura 2 é possível observar uma ilustração quanto aos tipos e formas dos nanomateriais de acordo com sua classificação [9].

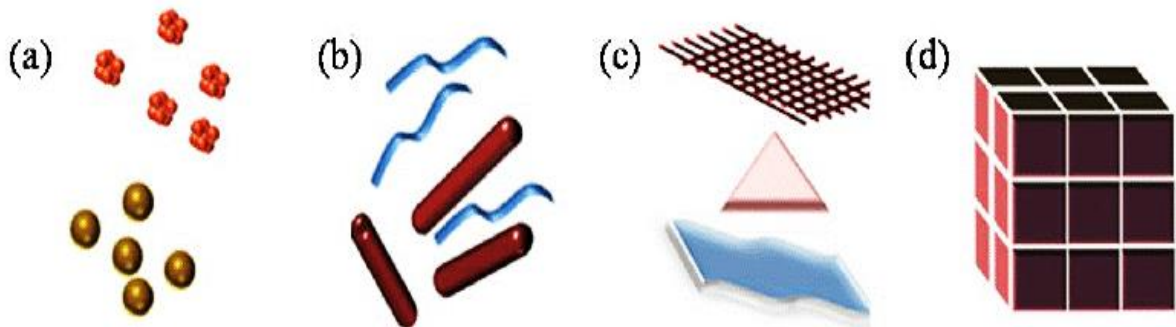


Figura 2 - Classificação dos nanomateriais (a) esferas e aglomerados 0D; b) Nanofibras 1D nanofios e nanorods; (c) nanofilmes 2D, nanoplacas e redes; (d) nanomateriais 3D [16].

A partir deste contexto, podemos observar as inúmeras propriedades físico-químicas relacionadas aos nanomateriais à medida que esses são desenvolvidos, e uma característica comum observada é a relação superfície/volume [5]. Quando esta razão aumenta, vários efeitos surgem ou se potencializam apresentando assim aspectos únicos os quais são essenciais para definição e caracterização dos nanomateriais [9]. Essas propriedades apresentam desde uma evolução das características estruturais, termodinâmicas, eletrônicas, espectroscópicas, eletromagnéticas, químicas, bem como propriedades peculiares devido aos efeitos quânticos [17].

Quanto ao método de desenvolvimento dos nanomateriais, as duas vias mais comuns são, top-down (de cima para baixo) e bottom-up (de baixo para cima), ou seja, por meio de processos de sínteses físico-químicos diminuindo os materiais macros, ou a partir construção de pequenos blocos. Existem diversas rotas de sínteses com diferentes objetivos, onde podemos construir nanomateriais com características e propriedades de interesse, controlando a dimensão, forma e composição química [16], [18].

2.2 Nanocompósitos

Os nanocompósitos é uma das classes dos nanomateriais desenvolvidos com proposito de superar e inovar algumas limitações de materiais micro compostos e monolíticos. Ao combinar duas ou mais estruturas de uma maneira ordenada, um sistema pode ser fabricado com propriedade exclusivas que não podem ser observados em componentes individuais [6], [8]. O conceito de nanocompósito está intimamente ligado ao desenvolvimento de uma variedade desses sistemas, com estruturas unidimensionais, bidimensionais, tridimensionais, cristalinas ou amorfas, com combinações de componentes orgânicos e inorgânicos, onde esses materiais multifásicos apresentem ao menos uma de suas fases em nanoescala [7], [19].

Em sentido mais amplo, podemos descrever um nanocompósito como uma fase continua chamada de matriz, e outra fase com o material de reforço, chamada de fase dispersa. Com base na natureza de sua matriz, os nanocompósitos podem ser divididos em nanocompósitos de matriz metálica [6], nanocompósitos de matriz cerâmica [20], e nanocompósitos de matriz polimérica [19]. Na maioria dos nanocompositos, a fase dispersa é a que está em nanoescala onde é misturada a fase matriz para projetar e produzir um sistema que tenha melhores propriedades mecânicas, catalíticas, magnéticas, eletrônicas e ópticas, além de funcionalidade de superfície como, biocompatibilidade, baixa toxicidade e alta estabilidade [8], [21].

Muitos métodos de sínteses para obtenção dos nanocompositos têm sido descritos em várias literaturas científicas, utilizando princípios físicos, químicos, mecânicos e outros [8]. Através dos vários métodos de síntese, tem se esforçado em obter o controle das dimensões, morfologia e a relação superfície-volume das

nanoestruturas, utilizando abordagens sintéticas inovadoras [9]. Para o desenvolvimento de nanocompósitos de alta qualidade é necessário uma distribuição uniforme das fases dispersas em fase matriz, gerando boa adesão na interface dos componentes é assim ocorrendo um sinergismo entre fase matriz e fase dispersa [20].

As propriedades dos nanocompósitos dependem não apenas das propriedades dos seus constituintes, como também de suas características morfológicas, interfaciais, relação superfície-volume e outras [22]. A geração dos nanocompósitos ressalta a necessidade em desenvolver métodos absolutos e inovadores para formação de nanomateriais híbridos, onde o entendimento do comportamento desses nanomateriais em nível macroscópico são importantes [23]. Visto que a morfologia do nanocompósito é o fator que dita as suas características, bem como alterações nas propriedades ópticas, elétricas, magnéticas, térmicas e mecânicas, à medida que se passa da forma macro cristalinas para dimensões nanométricas [24].

2.3 Cobalto (Co)

O cobalto descoberto por volta de 1935, pelo químico sueco Georg Brandt é utilizado desde a idade média como pigmento e tinta em uma variedade de artigos, joias, cerâmicas e outros [25]. Atualmente o cobalto é empregado com maior frequência em superligas, que são aplicadas em uma infinidade de produtos e materiais como: implantes biomédicos, peças para motores de aeronaves, super ímãs, ligas resistentes à corrosão e desgaste, catalisadores, eletrodos de bateria, mídia de gravação magnética entre outros [26], [27]. Em sua composição elementar o cobalto possui duas formas alotrópicas, uma é estável na estrutura cúbica de face centrada (fcc) em alta temperatura e a outra é uma estrutura hexagonal compacta (hcp) estável à temperatura ambiente, sendo que ambas as fases possam coexistir à temperatura ambiente, a estrutura fcc é preferida termodinamicamente acima de 450 °C e a fase hcp é favorecida em temperaturas mais baixas [28]. Devido a suas características magnéticas, resistência à corrosão, resistência ao desgaste e ou resistência a temperaturas elevadas, o cobalto compõe diversas aplicações bem

como suas ligas que podem ser biocompatível sendo útil em uma gama de aplicações médicas [29].

No campo da nanoestrutura, o cobalto é um elemento de inúmeras aplicações em decorrências de suas excelentes propriedades adquiridas ou melhoradas em nanoescala. Podemos destacar sua alta susceptibilidade magnética, absorção de ondas eletromagnéticas, características eletrônicas e ópticas [28].

Os produtos desenvolvidos a base de cobalto podem ser encontrados em diversas forma e morfologia como: nanopartículas, nanocompositos, nanofluidos magnéticos e outros [30]. Vários estudos realizados por meio de aplicações de nanocompositos a base de cobalto, têm atraído interesse em diversas áreas promissoras para uso em biossensores e dispositivos fotovoltaicos devido a suas propriedades distintas que podem ser obtidas através de diferentes método de síntese variado fatores como a temperatura, taxa de aquecimento, solventes, surfactantes e outros [30], [31].

2.4 Silício (Si)

O silício (Si) é um semimetal covalente, com estrutura do tipo diamante, apresenta um *band gap* de aproximadamente 1 eV, suas características são similares ao do carbono, como a hibridização dos orbitais da camada de valência [32]. Foi idealizado pela primeira vez como um óxido de um elemento anteriormente desconhecido por Antoine Lavoisier aproximadamente em 1787 e posteriormente considerado como elemento por Sir Humphry Davy em meados de 1808 o qual nomeou, mas só a partir de 1823 que o químico sueco Jons Jacob Berzelius finalmente conseguiu obter o silício amorfo puro isolado, recebendo o crédito por "descobrir" o elemento [33], [34].

Apesar de ser um dos elementos mais abundantes da crosta terrestre, o silício raramente é encontrado em forma de cristal puro, ocorre principalmente como dióxido de silício e outros minerais de silicato, é frequentemente isolado a partir da liga de ferro silício [35]. Possui duas formas alotrópicas uma amorfa e outra cristalina

contudo, a variante mais comum do silício em forma de cristal apresenta uma estrutura do tipo cúbica de face centrada (cfc) [32].

As estruturas de silício são amplamente conhecidas pela comunidade científica sendo aplicada nos mais variados seguimentos da sociedade, o silício cristalino de alta pureza apresenta propriedades eletrônicas e vibracionais características de um semicondutor, mantendo suas propriedades mesmo a altas temperaturas [34]. Devido essas características tornou um marco tecnológico no desenvolvimento de dispositivos eletrônicos e energia fotovoltaica, em pesquisas mais recentes se apresenta como um precursor na integração com outros elementos gerando novos nanomateriais [36].

Os nanomateriais e nanoestruturas à base de silício vem ocupando um lugar de destaque no amplo campo da nanotecnologia, com avanços na área da nanociência mostraram que as limitações de materiais a granel podem ser superadas, reduzindo essas estruturas em escala nanométricas [32]. O silício em nanoescala podem apresenta propriedades físico-químicas incomparáveis como: viabilidade de funcionalização da superfície, emissão de luz multicolor dependente da dimensão, redução na banda de valências gerando o confinamento quântico e baixa toxicidade, podendo ser útil em aplicações como fontes de energia, eletrônicos, optoeletrônica, sensores, catálise e propósitos biomédico [12], [36].

2.5 Telúrio (Te)

O telúrio descoberto em 1782 por Franz Joseph Muller, foi isolado a partir de uma amostra de ouro acreditando que seria o antimônio, mas tarde percebeu que as propriedades não se relacionavam com nenhum elemento conhecido e revelou a sua descoberta aos pares [37]. Em 1798, Martin Heinrich Klaproth realizou novas baterias de testes para confirmar a descoberta do novo elemento que o chamou de "tellurium", que significa "terra" [38].

Sendo um elemento relativamente raro e produzido principalmente a partir de subprodutos do refino de cobre eletrolítico para fins comerciais, o telúrio em sua forma elementar é um semimetal e semicondutor do tipo p relativamente estável e

insolúvel em água, possui estrutura cristalina trigonal e sua rede é constituída por infinitas cadeias helicoidais de átomos de telúrio a qual é responsável pela característica unidimensional da rede, formando um arranjo hexagonal [38], [39].

Suas propriedades físico-químicas são geralmente anisotrópicas devido à cristalização preferencial em um eixo de crescimento, apresentando características especiais tais como: fotocondutividade, resposta óptica não linear, piezoeletricidade, atividades catalíticas para reações de hidratação e oxidação entre outras [37]. Devido a essas características tem se tornado bastante promissor em diversas aplicações tecnológicas como, painéis solares, fibras ópticas para telecomunicações, lasers, circuitos fotônicos integrados, biomarcadores, nanosensores e na forma de pontos quânticos [38], [40].

O telúrio em nanoescala são de grande interesse e destaques em diversas áreas de pesquisas científicas, devido à natureza intermediária entre os elementos metálicos e não metálicos, com características e propriedades não observável em microescala. As nanoestruturas de teluretos a base de cobalto ou silício exibem comportamento ferrimagnético, semicondutores do tipo p, fotocatalisador acionado por luz visível entre outros, podendo ser sintetizado por diversas metodologias afim de obter nanoestruturas com forma, tamanho e composição diferentes para aplicação em novos dispositivos ou melhorias nos existentes [41], [42].

3. JUSTIFICATIVA

Nota-se que maioria das pesquisas relacionadas a novos materiais são de suma importância para o desenvolvimento científico e tecnológico de um país, com destaque para síntese de materiais nanoestruturados com propriedades híbridas por meio da substituição ou junção dos elementos que compõem o nanomaterial. Ao analisar diversas literaturas científicas, observamos a ausência de discussão relacionando a uma nanoestrutura em forma de nanocompósito com os elementos cobalto, silício e telúrio. Assim sendo, apresentamos nesta tese um estudo através da síntese e caracterização de uma nanoestrutura híbrida, a fim de identificar as principais propriedades conhecidas e desconhecidas levantando dados estruturais, morfológicos, ópticos, magnéticos e elétricos para alicerçar futuras aplicações nanotecnológicas e ambientais.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo Geral

O objetivo desta tese é desenvolver um novo nanomaterial híbrido pelo sistema de nanocompósito constituídos pelos elementos cobalto, silício e telúrio. Caracterizar a estrutura, a morfologia, grau de estabilidade com a temperatura, medidas ópticas e magnéticas.

4.2 Objetivos Específicos

- Sintetizar nanocompósito usando uréia, como catalisador, nitrato de cobalto, óxido de silício e telúrio, em diferentes configurações físico-químicas no processo de síntese de combustão em solução assistida via radiação micro-ondas;
- Caracterizar a estrutura do nanocompósito;
- Caracterizar a estrutura morfológica e composição de elementos químicos;
- Caracterizar a resposta à variação de temperatura do nanocompósito;
- Caracterizar a resposta quanto a atividade óptica do nanocompósito;
- Caracterizar a resposta quanto à atividade magnética do nanocompósito.

5. METODOLOGIA

5.1 Materiais

No presente estudo utilizou-se como material base para síntese do nanocompósito os elementos $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (98%, Sigma-Aldrich), SiO_2 (<40, >63 μm , Vetec), Te (99,8%, Sigma-Aldrich) e ureia $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ (99%, Dinâmica) todos de grau analíticos sem purificação adicional e outros equipamentos utilizados na preparação e execução do processo de síntese como: vidrarias, cadinhos de porcelana, balança analítica de precisão, peneira granulométrica malha (75 μm), forno micro-ondas convencional marca-modelo Electrolux MEV41 de 31 L com frequência das micro-ondas 2450 MHz e um forno tipo mufla marca-modelo JUNG 2895 com volume interno de 2 L, temperatura máxima de 1700 °C com rampa de programação de temperatura, tempo de aquecimento a pressão constante e ambiente atmosférico.

5.2 Método de Síntese do Nanocompósito

Há diversas metodologias de síntese para desenvolvimento de materiais nanoestruturados, sendo sólido-sólido, sólido-gás em solução. Em sua maioria processos que envolve reagentes relativamente tóxicos, rotas sintéticas complicadas e baixa escalabilidade tendem a ser inviáveis e ter uma baixa eficiência [43]. Uma síntese eficiente será útil quando características como: economia de energia, tempo e custos, adoção de precursores ecologicamente corretos, pouca produção residual e uma relação síntese-propriedades forem benéficas para a sociedade [44].

As principais rotas de sínteses no desenvolvimento de nanomateriais são: coprecipitação que consiste na preparação de uma solução homogênea com os cátions de interesse um agente precipitante, esta técnica apresentam um alto grau de homogeneidade química e estequiométrica [44]. O método sol-gel baseia-se na polimerização inorgânica, onde uma suspensão aquosa de óxidos e hidróxidos é preparada por meio de precipitação controlada de sais e convertida para um estado

semi-sólido tendo como desvantagem alto custo na produção em pequena escala [43]. A síntese por combustão em solução (SCS) consiste na nucleação de átomos em partículas únicas, controle da temperatura e tempo de queima dos reagentes em presença de um agente comburente, podendo ainda variar alguns parâmetros físico-químicos e associar a outros métodos de sínteses [43], [44].

A reação SCS tem como princípios os conceitos termodinâmicos aplicados na área dos explosivos e propelentes, inicia-se com as formulações da composição estequiométrica dos elementos gerando uma mistura redox, essa mistura é posta sob uma fonte externa de aquecimento gerando uma reação exotérmica, que se torna autossustentável em certo intervalo de tempo, tendo como resultado um pó poroso [44]. Alguns parâmetros influenciam na reação e que podem ser modificados, tais como o tipo de combustível, razão combustível-oxidante, uso de oxidante em excesso, temperatura de ignição, quantidade de água contida na mistura precursora e outros tipos de fontes externas [43], [45].

A síntese por combustão em solução assistida por micro-onda (SCS) consiste em um eficiente método para obtenção de nanopós inorgânicos a partir de vários elementos. Seu princípio explora uma reação química exotérmica, rápida entre os sais dos metais de interesse e um combustível orgânico adequado, utilizando uma fonte externa de aquecimento por radiação de micro-ondas [45]. Tendo como características principais a homogeneização do aquecimento partindo do centro para as extremidades da solução e um curto período de tempo para que haja a combustão autossustentada de acordo com a composição estequiométrica dos reagentes [46].

6. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Através das técnicas de caracterizações realizadas nesta tese, levantamos e analisamos as principais propriedades físico-químicas como: composição química, cristalinidade, tamanho, morfologia, comportamentos térmicos, ópticos, elétricos e magnéticos.

As caracterizações foram realizadas nos laboratórios de Nanomateriais e Nanobiomagnetismo (LNBIOMAG) – Universidade Federal de Rondônia - UNIR, Laboratório Multiusuário de Técnicas Analíticas (LAMUTA) da Faculdade de Geociências – Universidade Federal de Mato Grosso - UFMT, Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução (LabMic) – Universidade Federal de Goiás - UFG e Laboratório de Nanoestruturas Magnéticas do Instituto de Física – Universidade de Brasília - UnB.

- 1 - Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET);
- 2 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- 3 - Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)
- 4 - Difração de Raios X (DRX);
- 5 - Análise Termogravimétrica (TGA-DTG);
- 6 - Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR);
- 7 - Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)
- 8 - Medidas Magnéticas (Magnetometria e Susceptibilidade);

6.1 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

A Microscopia eletrônica de transmissão (MET) é uma técnica muito utilizada na caracterização de materiais com dimensões nanométrica ou subatômica, sua capacidade de resolução é da ordem de angstroms fornecendo dados para estudos

morfológicos, cristalográficos e espectroscópicos sendo bastante difundida pela comunidade científica [47].

O equipamento MET consiste essencialmente em uma fonte de elétrons ou canhão de elétrons, juntamente com um acelerador mais um conjunto de lentes magnéticas, todo o arranjo é montado em um sistema selado com vácuo de aproximadamente 10^{-5} Pa [48]. Em um MET o espalhamento elástico são os de maior interesse, pois são usados para sondar a estrutura atômica, bem como os padrões cristalográficos das amostras em estudo, os feixes que atravessam a amostra são então focalizados pelas lentes objetivas para formar uma imagem que posteriormente é ampliada pelas lentes intermediárias e projetada em uma tela de fósforo ou câmera de elétrons [49].

Outra característica é o padrão de difração de elétrons que é obtido alterando o foco da lente intermediária para que o modo do plano focal seja o plano do objeto, permitindo que a imagem do elétron e os padrões de difração sejam registrados na mesma área de amostra. [50].

As micrografias foram obtidas através do Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), Jeol, modelo JEM-2100, equipado com EDS, Thermo Scientific disponível no LabMic – UFG, por meio das análises das micrografias do MET é possível observar com maior precisão a polidispersão, diâmetro físico e morfologia das nanoestruturas em estudo. Nas Figuras 3, é possível observar as características básicas dos padrões de difração em uma amostra, bem como os principais componentes de um microscópio eletrônico de transmissão

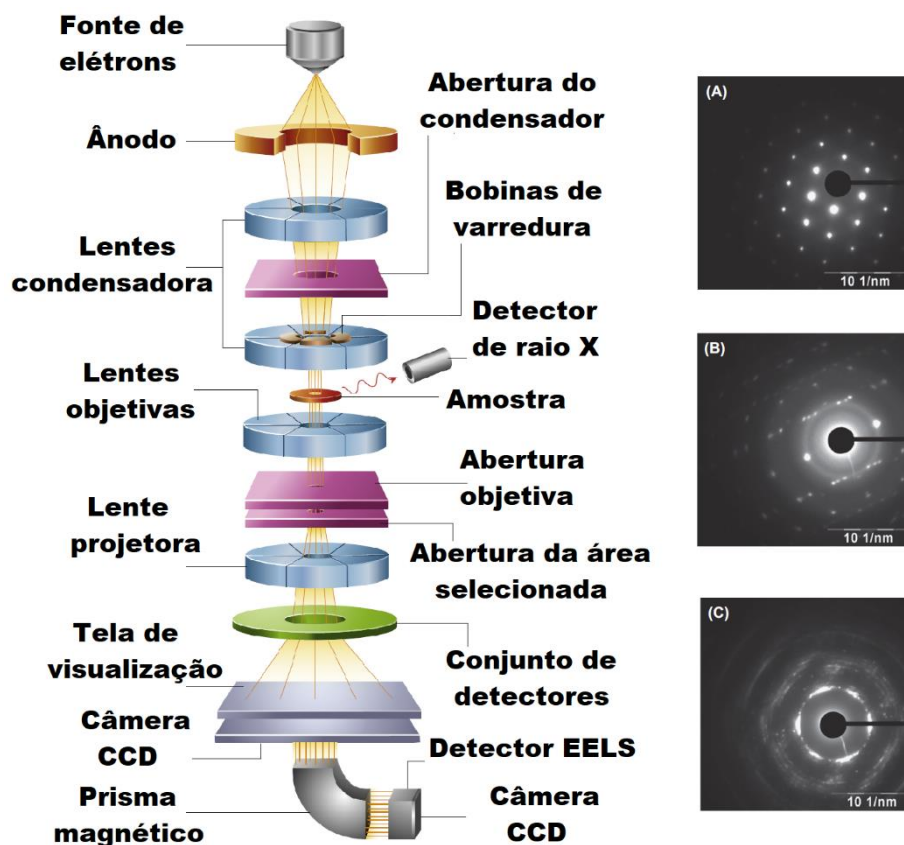


Figura 3 - Estrutura esquemática de um microscópio eletrônico de transmissão com os principais componentes e ilustração das etapas do funcionamento e os padrões de difração típicos: a) monocristalino, b) amorfo e c) policristalino [51].

6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias de MEV foram obtidas por meio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Jeol, JSM – 6610, equipado com EDS, Thermo scientific NSS Spectral Imaging disponível no LabMic – UFG, a técnica permite à observação da superfície das amostras, através da morfologia e a forma de agregação das partículas dos nanomateriais em estudo.

A técnica consiste nas interações dos feixes de elétrons com os átomos da amostra através de vários mecanismos, sendo alguns desses explorados na microscopia eletrônica, alguns sinais gerados são coletados e usados para analisar a morfologia da amostra [52]. O feixe incidente é denominado de elétrons primário (EP), quando esses são direcionados à amostra, parte dos elétrons difunde-se resultando em um volume de interação que depende principalmente da tensão de aceleração e do número atômico da amostra [53].

O resultado dessas interações emitem sinais que pode ser descritos como: elétrons Auger (EA), elétrons secundários (ES), elétrons retroespalhados ou backscattered (ER), raios X característicos e outros, dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados [54]. Os elétrons retroespalhados são aqueles que sofrem o espalhamento elástico na camada mais externa da superfície com energia próxima à dos elétrons primários, enquanto os elétrons secundários ocorrem das interações inelásticas são bem pouco energéticos e provêm de uma região da ordem de alguns angstroms (Å) em torno do feixe incidente, sendo o sinal que fornece a imagem de maior resolução [55].

Na Figura 4, apresentamos um diagrama com os principais componentes no equipamento MEV bem como os principais sinais emitidos como resultado da interação entre o feixe de elétrons e a amostra.

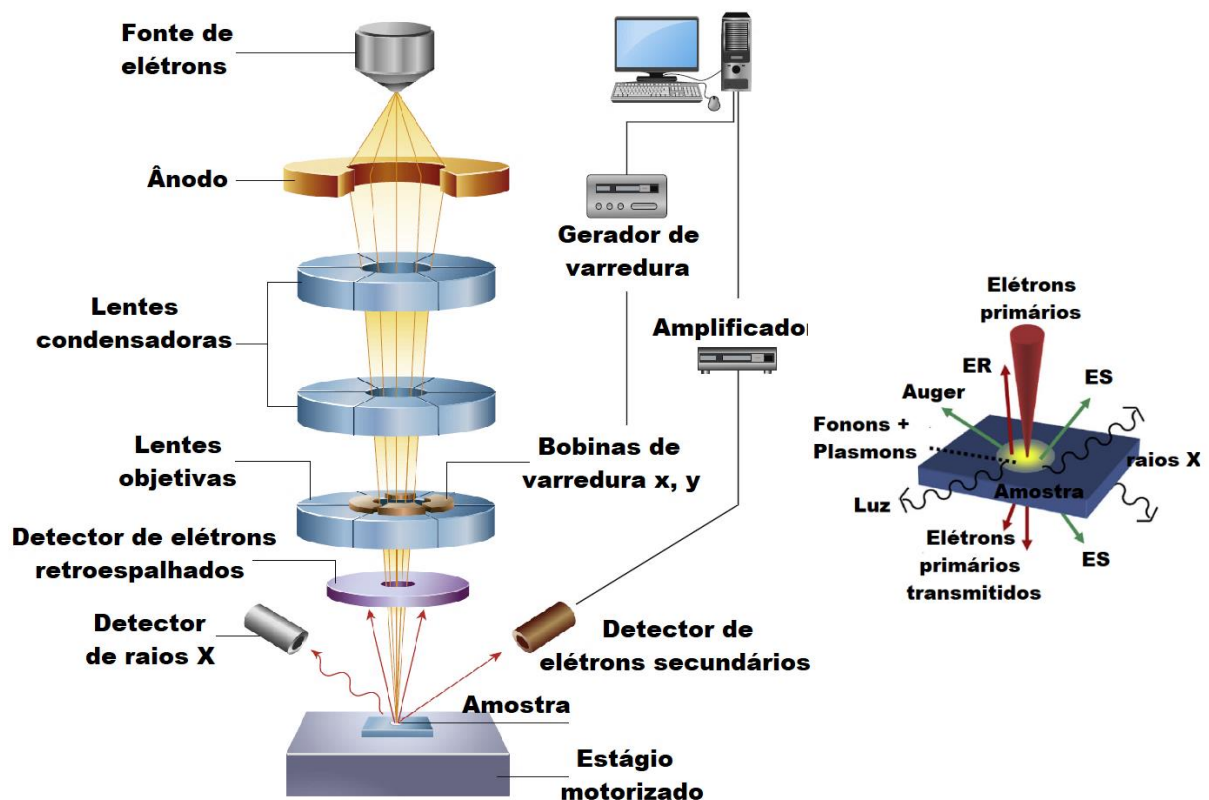


Figura 4 - Diagrama dos principais componentes do microscópio eletrônico de varredura e os tipos de sinais gerado pela interação dos elétrons primários com a amostra [51].

6.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

A Espectroscopia de Raios X Dispersiva em Energia (EDS ou EDX) é uma técnica de microanálise química de método qualitativo e quantitativo que pode ser aplicada em conjunto com a Microscopia Eletrônica de Varredura ou Microscopia Eletrônica de Transmissão, quando uma amostra em um microscópio eletrônico é focalizada por um feixe de elétrons a mesma interage liberando energia em forma de raios X característicos, onde é possível identificar e estabelecer a composição química bem como as concentrações dos elementos constituintes do material em análise [56].

Em teoria ao incidir uma radiação eletromagnética de alta energia de raios X em um material vários efeitos podem ser observados, na técnica de EDS o efeito responsável é possível quando essa radiação interagem com os elétrons nucleares de um átomo, provocando a emissão de elétrons dos níveis energético de origem para um nível energético de maior energia [57]. Como resultado é produzindo uma vacância, para equilibrar essa diferença de energias dos níveis, a vacância é preenchida por elétrons do nível de maior energia, esse relaxamento dos elétrons é acompanhado pela emissão do excedente de energia na forma de um fóton de raios X característicos com uma energia bem definida do elemento em estudo [58].

Os raios X característicos pode ser calculado de modo aproximado, considerando a teoria atômica de Bohr com algumas modificações apresentadas por Moseley. Na Equação 1 descrevemos a energia necessária para retirar um elétron das camadas K ou L dos átomos de um elemento [59].

$$E = me^4 (Z-b)^2 / 8\epsilon_0^2 h^2 n^2 \quad (1)$$

sendo E a energia de ligação eletrônica, m massa do elétron, e carga elétrica do elétron, Z número atômico do elemento emissor de raio X, b constante de Moseley com valores 1 e 7,4 para as camadas K e L, ϵ_0 permissividade elétrica no vácuo, h constante de Planck e n número quântico principal do nível eletrônico ($n = 1$ para camada K, $n = 2$ para camada L, etc.), após a vacância na camada K e o equilíbrio eletrônico por um elétron da camada L, a energia característica de raio X emitida no processo é definida pela Equação 2 [59].

$$E_{\text{raio X}} = E_K - E_L \quad (2)$$

onde E_K corresponde à energia de ligação do elétron na camada K e E_L à energia do elétron na camada L. Na Figura 5, pode ser observados um esquema do processo físico em um átomo isolado.

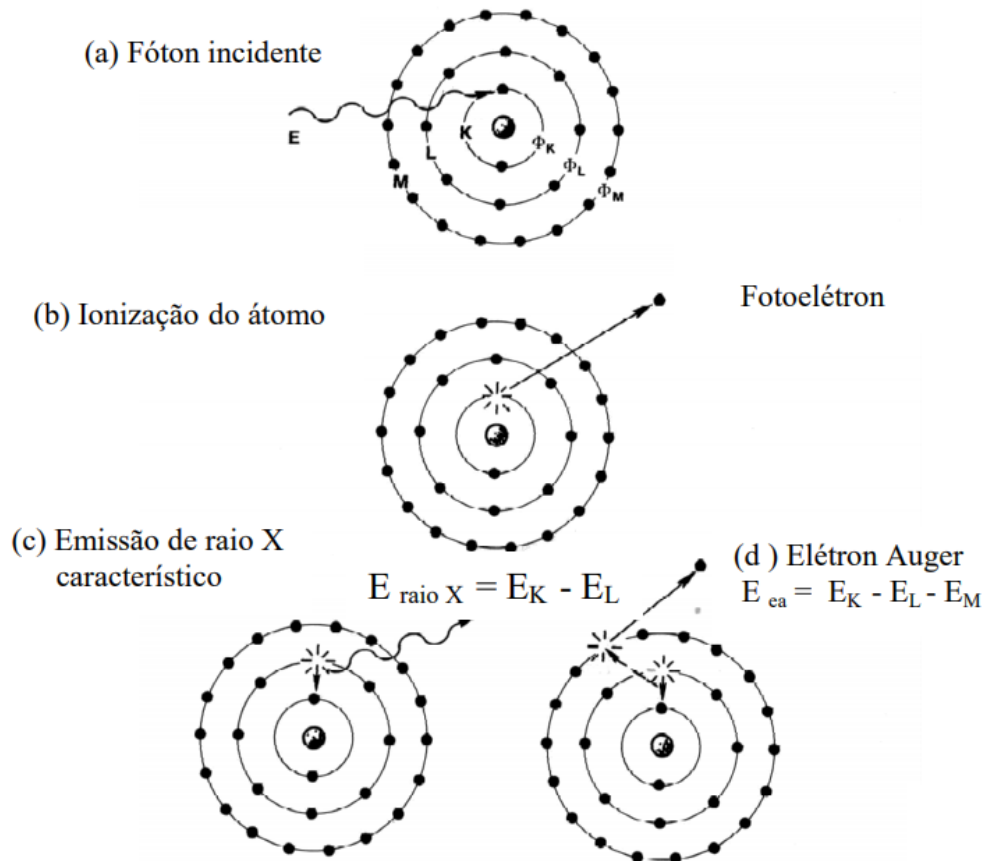


Figura 5 - Esquema das possíveis interações de um fóton em um átomo. (a) Fóton de energia E incide em um átomo, (b) A energia E do fóton é absorvida pelo elétron da camada K e o elétron é ejetado em forma de fotoelétron com energia E_{fe} , (c) Um elétron da camada L preenche a vaga na camada K emitindo um fóton de raio X característico (d) Emissão do elétron Auger [59].

Esses fótons de raios X são coletado por um dispositivo de estado sólido a base de silício e lítio denominado de detector de dispersão de energia, que tem a função de detectar esses sinais e cria um pulso de voltagem de carga proporcional à energia do raios X, gerando dados em forma de espectro, ou histogramas de intensidades (número de raios X ou taxa de contagens de raios X) em função da energia [60], [61].

Os espectros de EDS foram obtidos por meio do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Jeol, JSM – 6610, equipado com EDS, Thermo scientific NSS

Spectral Imaging disponível no LabMic – UFG, a técnicas tem como objetivos a identificação e quantificação dos elementos presentes em uma determinada região das amostras estudadas.

6.4 Difração de Raios X (DRX)

A energia de raios X tem seus primeiros relatos no século XIX, neste período o físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen por volta de 1894 realizando pesquisa com tubos de descarga de raios catódicos observou a formação de raios que podiam atravessar corpos de natureza opaca, desde então passou estudar o fenômeno bem como suas características e propriedades [62]. Hoje sabemos que um desses fenômenos é a difração de raios X que compõem uma das principais técnicas de identificação e caracterização microestrutural de materiais cristalinos, sendo aplicada em diversas áreas do conhecimento [63].

O fenômeno de difração de raios X ocorre da interação entre uma radiação incidente (raios X) com os elétrons dos átomos de um determinado material, gerando como efeito interferência construtiva em certas direções e destrutiva em outras. Esse efeito ocorre devido a organização dos átomos em um reticulado em forma de planos paralelos, para que haja o processo de difração é necessário que as reflexões pelos planos paralelos interfiram entre si construtivamente e satisfação as condições de Bragg [64]. Considerando que os planos cristalinos são separados por uma distância interplanar d e o um ângulo de incidência é θ , a diferença do caminho percorrido é $2d\text{sen}\theta$, assim só ocorrerá interferência construtiva se a diferença de caminho entre os raios X incidente e refletido for um número inteiro n vezes o comprimento de onda λ , de acordo com a lei de Bragg Equação 3 [62].

$$n\lambda = 2d\text{sen}\theta \quad (3)$$

onde $n=1,2,3,..$ é a ordem de reflexão.

Ao incidir os feixes de raios X em uma amostra sob vários ângulos, temos como resultado da interferência dos feixes refletidos por uma família de planos cristalinos um conjunto de dados correspondente aos pontos difratado construtivamente, os dados são organizados em um gráfico de intensidades em função do ângulo de espalhamento 2θ (ângulo entre a onda incidente e a onda

espalhada) denominado de difratogramas, na Figura 6 segue as ilustração do fenômeno que representa a lei Bragg e o modelo gráfico de DRX [64].

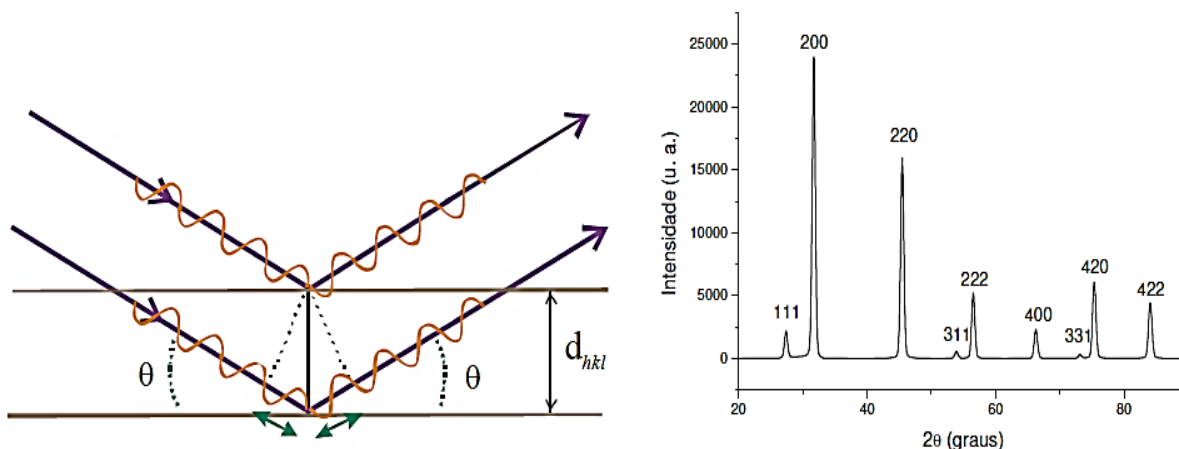


Figura 6 - Ilustrações da geometria sugerida para simples demonstração da lei de Bragg, bem como o modelo gráfico do padrão de difração de pó (difratograma) do NaCl [63].

Diversas informações são obtidas nos difratogramas como: identificação das fases presentes, cristalinidade, arranjo atômico, geometria cristalina do material, parâmetros da célula unitária entre outros. Uma das propriedades relevantes é tamanho médio do cristalito que são investigados por diferentes métodos, porém o método de Scherrer é considerado uns dos mais simples e pode ser descrito pela Equação 4 [65].

$$D_m = 0,9\lambda / B \cos\theta \quad (4)$$

sendo D_m o tamanho do cristalito em nanômetros (nm), λ é o comprimento de onda do raios X em nm, B é a largura da meia altura da reflexão mais intensa e deve estar em radianos e θ corresponde ao ângulo de Bragg.

Os dados experimentais podem conter algumas distorções de efeitos físicos, instrumentais e característicos das amostra, sendo assim se faz necessários para um levantamento com maior grau de precisão a utilização de métodos matemáticos que possibilitam corrigir essas distorções o qual podemos citar o Método de Rietveld [66]. O método de refinamento proposto por Hugo Rietveld (1967, 1969), denominado de Método de Rietveld (MR) consiste na utilização de modelos matemáticos estatísticos, chamado de mínimos quadrados para ajustar uma curva

teórica aos picos do padrão de difração experimental, tendo como base um modelo cristalográfico conhecido e similar ao analisado [67].

O MR pode ser dividido em duas categorias de ajustes sendo a primeira o refinamento estrutural que leva em conta toda estrutura cristalina do material estudado e uma segunda categoria que refina as intensidades e posições dos picos difratados chamado de reflexões de Bragg. Por meio do MR é possível determinar como uma maior exatidão os parâmetros de rede, posições atômicas, fatores de vibração térmica, números de ocupação, identificação de impurezas e quantificação de múltiplas fases [64], [67].

As medidas de DRX foram realizadas em um difratômetro de raios X, modelo Bruker D8 Advance, de geometria Bragg-Bretano com fonte de radiação $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$ do Cu (1,54056 Å e 1,54439 Å). Os difratogramas foram coletados no modo contínuo com passo de 0,02° e intervalo angular de 20° a 80° em 2θ no LAMUTA da Faculdade de Geociências da UFMT.

6.5 Análise Termogravimétrica (TGA-DTG)

Os dados de TGA/DTG foram coletados pelo equipamento de TG-DTA da marca Shimadzu no LAMUTA – UFMT, esses instrumentos geralmente medem a perda de massa ou outras propriedades do material em função do aquecimento de maneira controlada, a configuração de análise ocorreu em ambiente atmosférico variando a temperatura de 25 a 800 °C com taxa de aquecimento de 10°C/min.

A análise termogravimétrica (TGA) ou termogravimetria (TG) é uma técnica que tem como objetivo a medição da massa de um material em função da temperatura ou do tempo enquanto a amostra é submetida a uma variação de temperatura controlada em um ambiente atmosférico ou inerte [68]. As variações são monitoradas por meio de um transdutor termobalança que produz sinais elétricos análogos à transformação ocorrida, os principais componentes são: termobalança, suporte de amostra, sensores, controladores e sistema registrador [69]. Na Figura 7 segue a representação de um equipamento de termogravimetria.

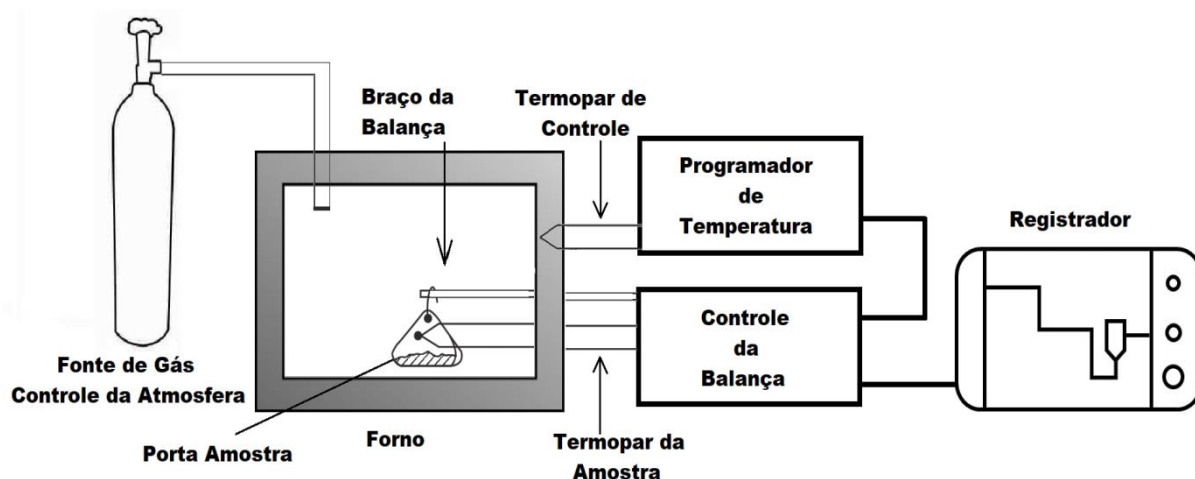


Figura 7 - Representação esquemática de um equipamento para análises termogravimétricas [70].

Em síntese, a termogravimetria relaciona a massa da amostra (m) em função da temperatura (T) ou tempo (t) de acordo com a Equação 5.

$$m = f(T \text{ ou } t) \quad (5)$$

Os dados são dispostos em gráficos, de porcentagens de massa versus variação de temperatura ou tempo, as curvas obtidas permitem extrair fatores importantes como: constantes térmicas, mudança e equilíbrio de fases, mudanças estruturais, decomposição, desidratação e oxidação do material. Podemos ainda utilizar um arranjo matemático, onde obtemos a termogravimetria derivada (DTG), que é a primeira derivada da variação de massa em relação ao tempo sendo registrada em função da temperatura ou tempo, descrito na Equação 6 [69].

$$dm/dt = f(T \text{ ou } t) \quad (6)$$

através desse método são obtidas curvas que correspondem à derivada primeira da curva de TG nos quais os desníveis estão mais acentuados facilitando a análise das variações de massa sofridas no processo [70].

6.6 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A caracterização de espectroscopia de infravermelho por Transformada de Fourier, foram realizadas por um equipamento SHIMADZU, com amostras

preparadas por meio de pastilha de KBr em modo de transmitância no LAMUTA da Faculdade de Geociências da UFMT.

O FTIR tem como princípio a interferência da radiação entre dois feixes para produzir um interferograma, utilizando um interferômetro tipo Michelson, onde um sinal é produzido em função da mudança do comprimento do caminho entre os dois feixes emergentes, gerando uma série de interferências construtivas [71]. É considerada uma poderosa ferramenta na identificação e análise de compostos orgânicos e inorgânicos, permitindo obter informações sobre a estrutura molecular, grupos funcionais e ligações químicas de substâncias sólida, líquida ou gasosas [72].

Uma das principais características para utilização da espectroscopia do infravermelho é a condição de uma molécula apresentar momento de dipolo elétrico, visto que somente desta maneira a amostra irá apresentar absorção infravermelha [73]. As interações da radiação infravermelha com a matéria podem ser descritas de acordo com as modificações nos dipolos moleculares que estão associados a vibrações e rotações da mesma, esse sistema pode ser interpretado como um sistema massa mola similar a um oscilador harmônico sendo a quantidade total de energia proporcional a frequência de vibração, segundo a Equação 7 [71].

$$E_{osc} \propto h\nu_{osc} \quad (7)$$

onde, em um oscilador harmônico é determinado pela constante de força K do elástico ou rigidez e pelas massas (m_1 e m_2) dos dois átomos unidos. Como consequência a frequência natural de vibração de uma ligação pode ser reescrita pela Equação 8 [71].

$$f = (1/2\pi c)\sqrt{(K/\mu)} \quad (8)$$

sendo f a frequência em cm^{-1} , c velocidade da luz, K constante de força em dinas/s e μ massa reduzida do sistema. A massa reduzida fornece uma maneira útil de simplificar os cálculos, combinando as massas atômicas individuais, e pode ser expressa na Equação 9.

$$\mu = m_1 m_2 / (m_1 + m_2) \quad (9)$$

A partir dessas considerações é possível explicar a frequência dos modos vibracionais das moléculas em uma amostra, bem como calcular a posição aproximada de uma banda no espectro de infravermelho [74].

6.7 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)

A espectroscopia de absorção na região ultravioleta e visível (UV-VIS) é um dos principais métodos analíticos utilizados para caracterização e quantificação de diferentes tipos de materiais orgânicos, inorgânicos e biológicos [75]. É uma técnica versátil e fácil manipulação sendo aplicada para medir a absorbância da luz ultravioleta ou visível por uma amostra, em um único comprimento de onda ou realizar uma varredura em uma faixa do espectro [76]. Essa faixa corresponde na região UV os comprimentos de ondas 190 a 400 nm e a região visível de 400 a 800 nm, essa região é de extrema importância devido a interação da radiação eletromagnética com os elétrons de um átomo podendo obter informações dos estados eletrônicos pertencentes à amostra em análise [77].

O princípio que rege a espectrofotometria está fundamentado na lei de Lambert-Beer, que descreve a matemática utilizada para medidas de absorção de radiação por amostras no estado sólido, líquido ou gasoso [78]. A absorção da radiação ultravioleta e visível depende do número e dos arranjos dos elétrons nas moléculas ou íons absorventes e pode ser descrita pela Equação 10.

$$A = \log(I_0/I) = \epsilon cb \quad (10)$$

onde (I_0) é a intensidade da luz incidente na amostra, (I) a intensidade da luz emitida após atravessar a amostra, e (ϵ) absorvidade molecular é uma grandeza característica da espécie absorvente, cuja magnitude depende do comprimento de onda da radiação incidente, (c) concentração do material absorvedor (b) a distância percorrida pelo feixe através da amostra [79].

As medidas de UV-VIS foram realizadas em um espectrofotômetro modelo ANOVA-2100UV com variação de comprimento de onda 190 a 1100 nm disponível no LNBIOMAG – Unir.

6.8 Medidas Magnéticas (Magnetometria e Susceptibilidade)

As características magnéticas dos materiais se originam em sua estrutura atômica sendo formado por seus momentos de dipolos magnéticos, através dos movimentos orbital dos elétrons e o movimento de spin dos elétrons. A partir de uma visão macroscópica a magnetização de um material é definido pela razão entre o momento magnético por unidade de volume, conforme a Equação 11 [80], [81].

$$M = (1/V) \sum_i \mu_i \quad (11)$$

onde, M é o vetor de magnetização, o momento do dipolo magnético é representado por μ e o volume por V . Outra relação possível é magnetização ao vetor indução magnético B e ao vetor intensidade de campo magnético H , expresso na Equação 12.

$$B = \mu_o (H + M) \quad (12)$$

tendo μ_o a permeabilidade magnética no vácuo, através desta análise podemos prever o comportamento magnético de um material e suas propriedades magnéticas em um campo magnético externo aplicado. Uma outra propriedade magnética do material é a susceptibilidade magnética, encontrada relacionando o campo externo aplicado e a magnetização do material, essa relação pode ser descrita pela Equação 13 [80], [81].

$$\chi = M / H \quad (13)$$

sendo χ a susceptibilidade magnética uma quantidade adimensional, que diverge de acordo a temperatura do material.

As medidas magnéticas podem ser realizadas por diferentes estratégias, sendo as mais usuais os método indutivo, método da força ou deslocamento e por meio das propriedade intrínseca do material (efeito Hall, magneto-resistência e magneto-óptica), através dos dados obtidos é possível analisar as principais características magnéticas dos materiais [82].

Os magnetômetros de amostra vibrante (MAV) são excelentes equipamentos para realizar medidas magnéticas, devido a eficiência e baixo custo. Através desta

técnica a amostra é inserida em uma região com campo magnético controlável, por meio de uma haste que está ligado a um transdutor que gera um movimento oscilatório com frequência conhecidas, neste processo uma tensão alternada da mesma frequência é induzida nas bobinas de detecção que é proporcional ao sinal magnético da amostra, na Figura 8 é possível observar um esquema da montagem do (MAV) [82], [83].

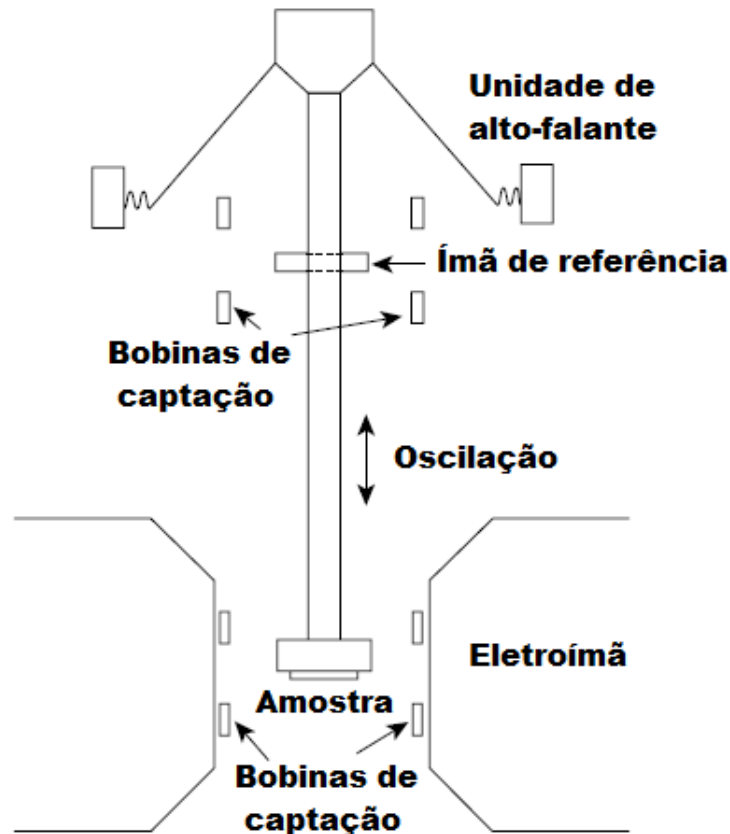


Figura 8 - Diagrama dos principais componentes de um Magnetômetro de Amostra Vibrante [81].

A oscilação da amostra em uma frequência f , produz um fluxo magnético nas bobinas de detecção gerando uma diferença de potencial alternada, essa voltagem é descrita pela seguinte Equação 14.

$$V_{coll} = 2\pi \cdot f \cdot C \cdot M \cdot A \cdot \text{sen.}(2\pi \cdot f \cdot t) \quad (14)$$

onde, C é a constante de acoplamento (V/emuHz), M é o momento magnético DC da amostra (emu), A é a amplitude de oscilação e t o tempo [84].

Os modernos magnetômetros utilizam o sistema SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) como elemento detector, esse sistema consiste em

um circuito supercondutor fechado onde dois supercondutores separados por umas finas camadas de isolamento formam duas junções Josephson paralelas. Magnetômetros com esses sistemas são altamente sensíveis obtendo-se medidas magnéticas com variações (10^{-9} emu), podendo acoplar outras técnicas magnéticas como magnetometria de amostra vibrante (MAV) [84], [85].

Os dados magnéticos das amostras foram obtidos utilizando um magnetômetro SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) da marca Quantum Design em conjunto com o módulo MAV de um MPMS3 da Quantum Design, modelo 6000, os parâmetros de medidas foram: campo magnético aplicado de - 70 até 70 kOe em temperatura de 5K e 300 K, o equipamento faz parte do Laboratório de Caracterização Magnéticas do Núcleo de Física Aplicada – IF/UnB.

7. RESULTADOS E DISCUSSÃO

7.1 Processo de Síntese

Para obtenção das nanoestruturas híbrida a base dos elementos cobalto, silício e telúrio, foi realizado o processo de síntese em duas etapas, na primeira preparamos as amostras através da síntese de combustão em solução assistida por micro-onda e uma segunda etapa foi utilizada como processo de purificação através da calcinação.

Iniciamos com a pesagem dos reagentes, mistura e homogeneização de acordo com os cálculos estequiométricos descritos na Tabela 1, as soluções foram preparadas em béquer de vidro, diluindo-se os reagentes em 10 mL de água destilada, em seguida foi realizado a homogeneização da solução em agitador magnético sem aquecimento, após, o conjunto foi levado ao forno micro-ondas programado em potência máxima com o tempo de queima de 180 s em ambiente atmosférico.

Os pós resultantes de aparência esponjosas e cor escura foram coletados, macerados em cadinho de porcelana com seleção de tamanhos através de peneira granulométrica (malha 80-180 μm), onde foram divididos em três porções de mesma massa.

No processo de purificação duas dessas porções das amostras foram depositadas em cadinhos de porcelanas com tampas, sendo calcinadas em forno tipo mufla. Nesta etapa as porções das amostras foram tratadas em temperaturas finais de 550 °C e 650 °C, com parâmetros de taxa de aquecimento 10 °C/min e tempo de queima por 30 minutos em ambiente atmosférico.

Os reagentes, equipamentos e estrutura para realização do processo de sínteses foram disponibilizados pelo Laboratório de Nanomateriais e Nanobiomagnetismo - LNBIOMAG – UNIR. Na Figura 9 temos um esquemático através de ilustrações, dos procedimentos realizados para obtenção do conjunto de amostras que foram objeto de estudo desta tese.



Figura 9 – Fonte do Autor. Esquemático das etapas realizadas na rota de síntese SCS assistida por micro-ondas com posterior processo de calcinação, obtendo nanoestruturas híbrida a base dos elementos $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$.

Investigamos a influência dos diversos parâmetros físico-químicos, no processo de síntese para o desenvolvimento de uma nanoestrutura ideal. Foi sintetizado um conjunto de amostras com diferentes frações molares, variações nas relações combustível-oxidantes, com e sem processo de calcinação, que são detalhadas a seguir:

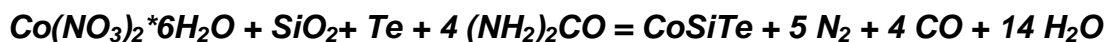
As frações molares dos reagentes $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$ foram ajustadas em três proporções ($x=y=z=1$), ($x=2, y=1, z=1$) e ($x=1, y=2, z=1$); cada composição molar foi sintetizada nas seguintes razões combustível-oxidante: razão estequiométrica, razão estequiométrica com adição +25% de catalizador e razão estequiométrica com menos -25% de catalizador totalizando um conjunto de nove amostras.

No processo de purificação das amostras utilizamos com estratégias: cada amostra era dividida em três porções (P1, P2, P3) com a mesma massa, sendo P1 uma amostra controle que somente foi sintetizada no micro-ondas, P2 amostra que foi sintetizada no micro-ondas e calcinada a $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ e P3 amostra que foi sintetizada no micro-ondas e calcinada $650\text{ }^{\circ}\text{C}$. Na Tabela 1 apresentamos todos esses dados

como: equações estequiométricas, identificação das amostras, variações na relação combustível/oxidante e os modos de preparação.

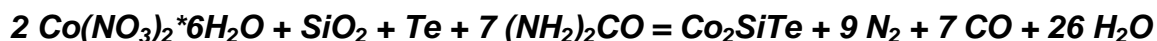
Tabela 1 - Descrição das frações molares, equações estequiométricas balanceadas em cada grupo de amostras, identificação, relação combustível/oxidante e as diferentes características utilizadas no processo de síntese do nanocompósito a base de $Co_xSi_yTe_z$.

(a) $Co_xSi_yTe_z$; $x=y=z=1$



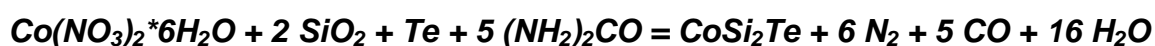
Identificação	Relação combustível oxidante	Preparação
SCS 01-1	Estequiométrica	Forno Micro-ondas
SCS 01-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 01-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 02-1	+25% Catalisador	Forno Micro-ondas
SCS 02-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 02-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 03-1	- 25% Catalisador	Forno Micro-ondas
SCS 03-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 03-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C

(b) $Co_xSi_yTe_z$; $x=2, y=1, z=1$



Identificação	Relação combustível oxidante	Preparação
SCS 04-1	Estequiométrica	Forno Micro-ondas
SCS 04-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 04-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 05-1	+25% Catalisador	Forno Micro-ondas
SCS 05-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 05-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 06-1	- 25% Catalisador	Forno Micro-ondas
SCS 06-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 06-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C

(c) $Co_xSi_yTe_z$; $x=1, y=2, z=1$



Identificação	Relação combustível oxidante	Preparação
SCS 07-1	Estequiométrica	Forno Micro-ondas
SCS 07-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 07-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 08-1	+25% Catalisador	Forno Micro-ondas
SCS 08-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 08-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C
SCS 09-1	- 25% Catalisador	Forno Micro-ondas

SCS 09-2		Forno Micro-ondas + Calcinação 550 °C
SCS 09-3		Forno Micro-ondas + Calcinação 650 °C

Na Figura 10 são apresentadas algumas imagens das amostras após o processo de síntese, onde observamos diferentes tonalidades dos nanopós nos diversos modo de preparo e proporções molares.



Figura 10 – Fonte do Autor. Fotografias do conjunto de amostras SCS 02, SCS 05 e SCS 08, em seus diferentes processos de sínteses e composições molares.

7.2 Técnicas de Caracterização

As caracterizações foram realizadas nos laboratórios de Nanomateriais e Nanobiomagnetismo (LNBIOMAG) – UNIR, Laboratório Multiusuário de Técnicas Analíticas (LAMUTA) da Faculdade de Geociências – UFMT, Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução (LabMic) – UFG e Laboratório de Caracterização Magnéticas do Núcleo de Física Aplicada – IF/UnB.

7.2.1 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Nas Figuras 11 a 19 apresentamos as micrografias efetuadas no MET em diferentes regiões da grade de transmissão, o material para análise corresponde ao conjunto de amostra que foram sintetizadas e calcinadas a temperatura de 650 °C em diferentes composições molares e relação combustível-oxidante.

Nas micrografias com barras de referências 200, 100 e 50 nm, observamos aspectos morfológicos que tem predominância de nanopartículas esféricas polidispersas com dimensões inferiores a 50 nm e estado de agregações em determinadas regiões, esses aglomerados demonstram estruturas em forma de malhas característicos de nanoestrutura porosa. Nas micrografias com barra de referência de 5 nm são apresentados os planos cristalográficos dos sítios cristalinos observáveis em alta resolução, já as micrografias de difrações de elétrons obtidas a partir de amplas regiões desses aglomerados mostraram ser tipicamente de uma nanoestrutura policristalina. Ainda conforme as variações no processo de síntese observamos uma menor polidispersão e dimensões maiores nas amostras sintetizadas com a variações combustível-oxidantes (-25% de Catalisador), com relação as diferentes concentrações molares não verificamos modificações relevantes necessitando correlacionar com outras técnicas para uma melhor compreensão.

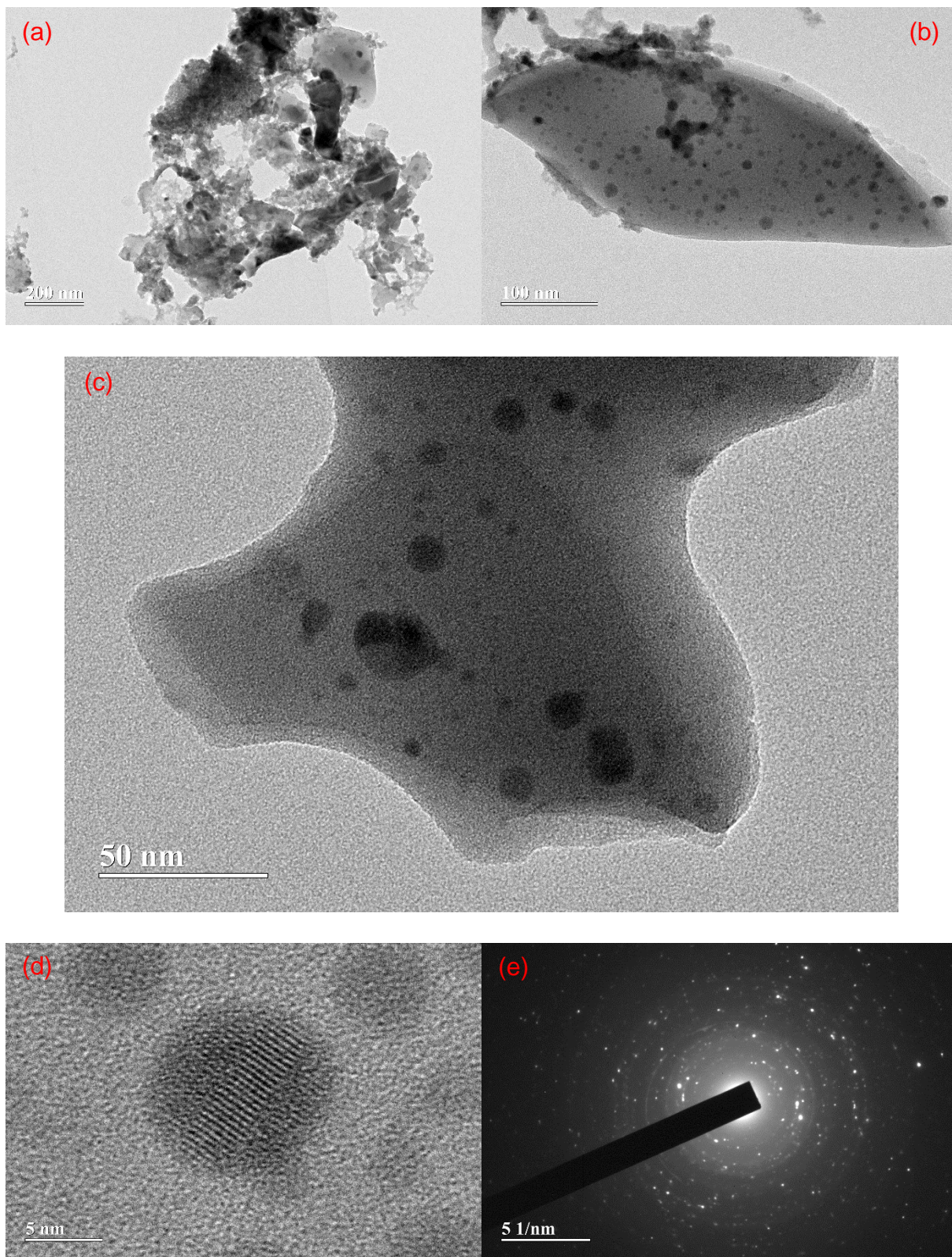


Figura 11 - Micrografias da amostra SCS 01-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=y=z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 18,4 nm e polidispersão $\pm 0,8$ nm.

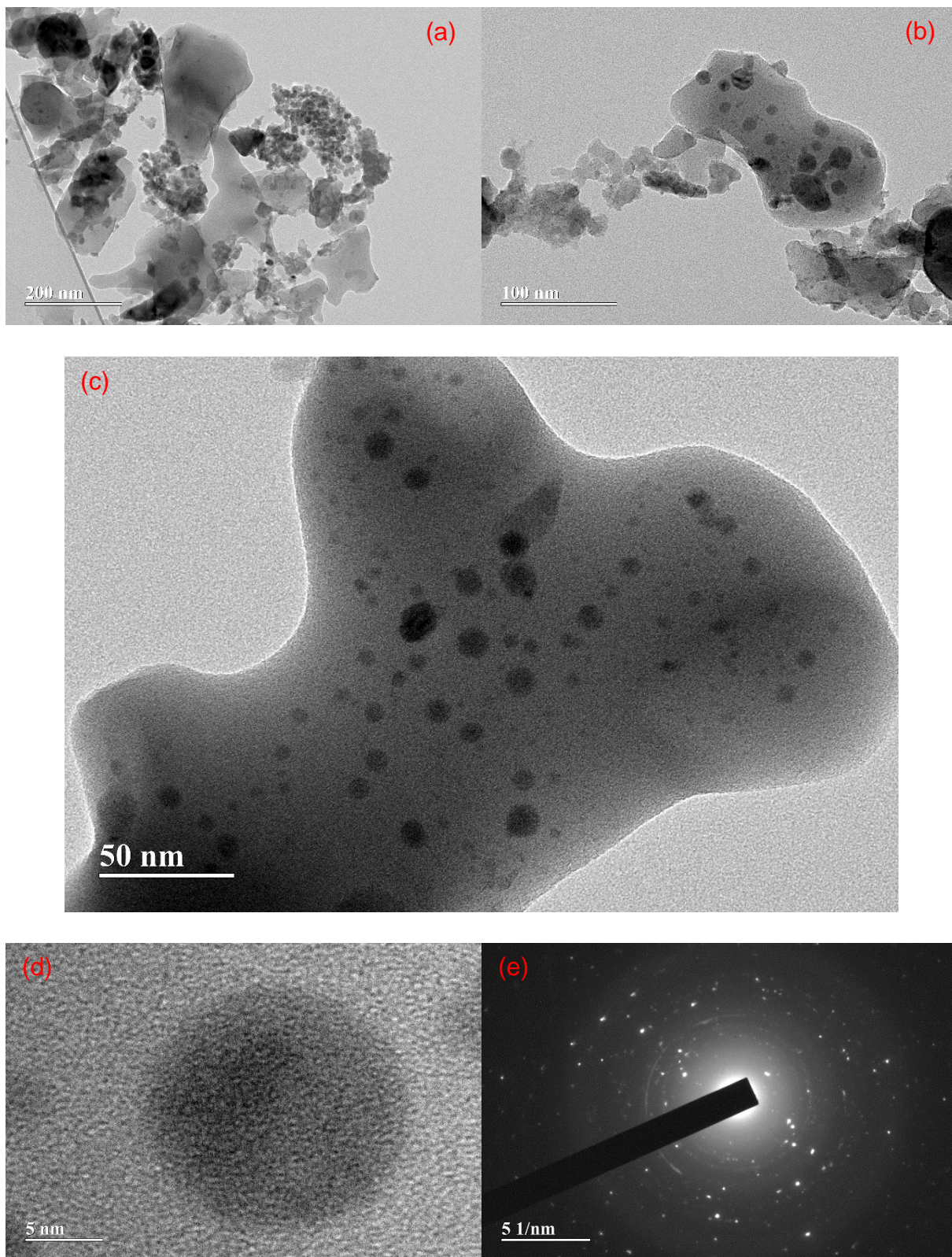


Figura 12 - Micrografias da amostra SCS 02-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 21,6 nm e polidispersão $\pm 0,5$ nm.

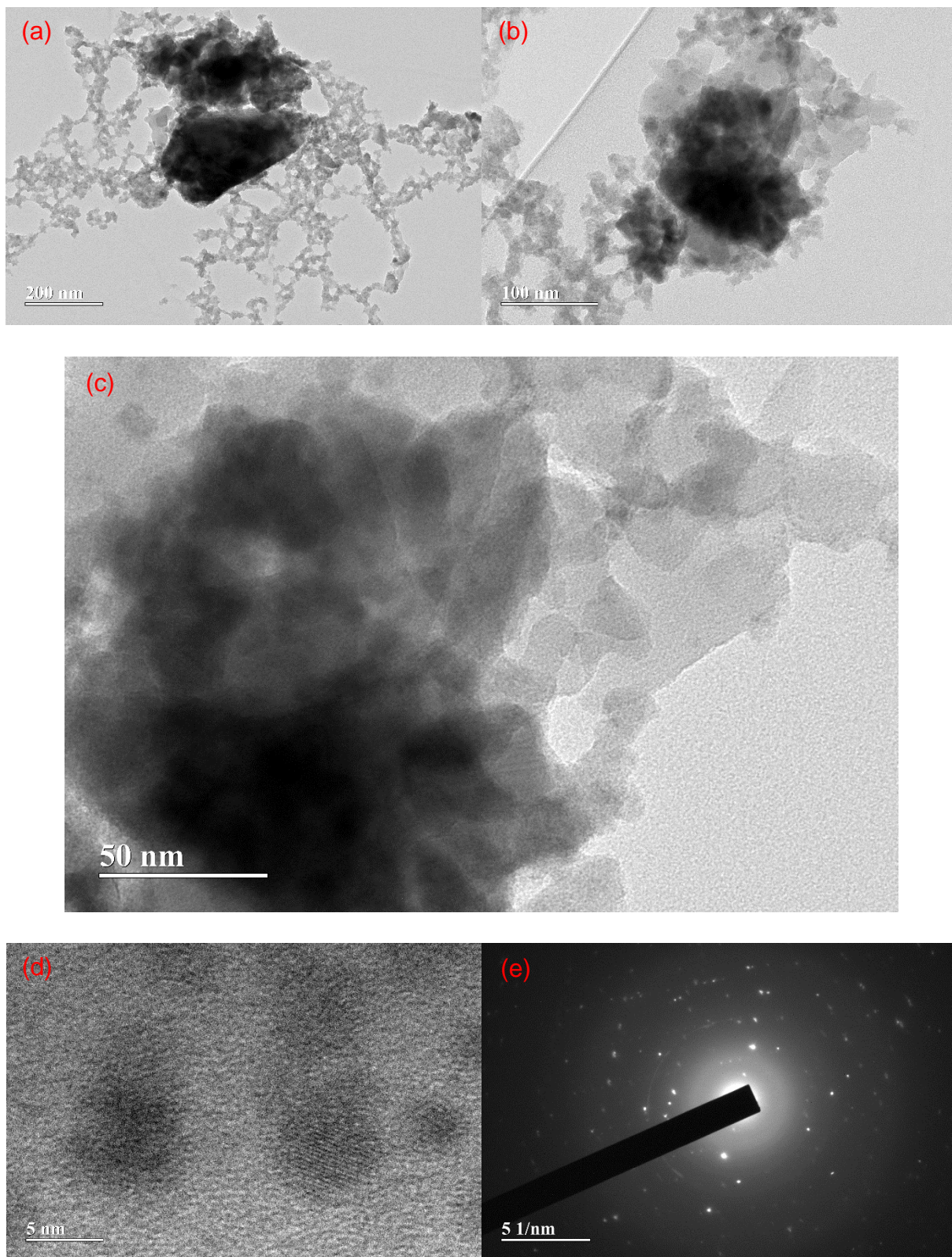


Figura 13 - Micrografias da amostra SCS 03-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 16,2 nm e polidispersão $\pm 0,7$ nm.

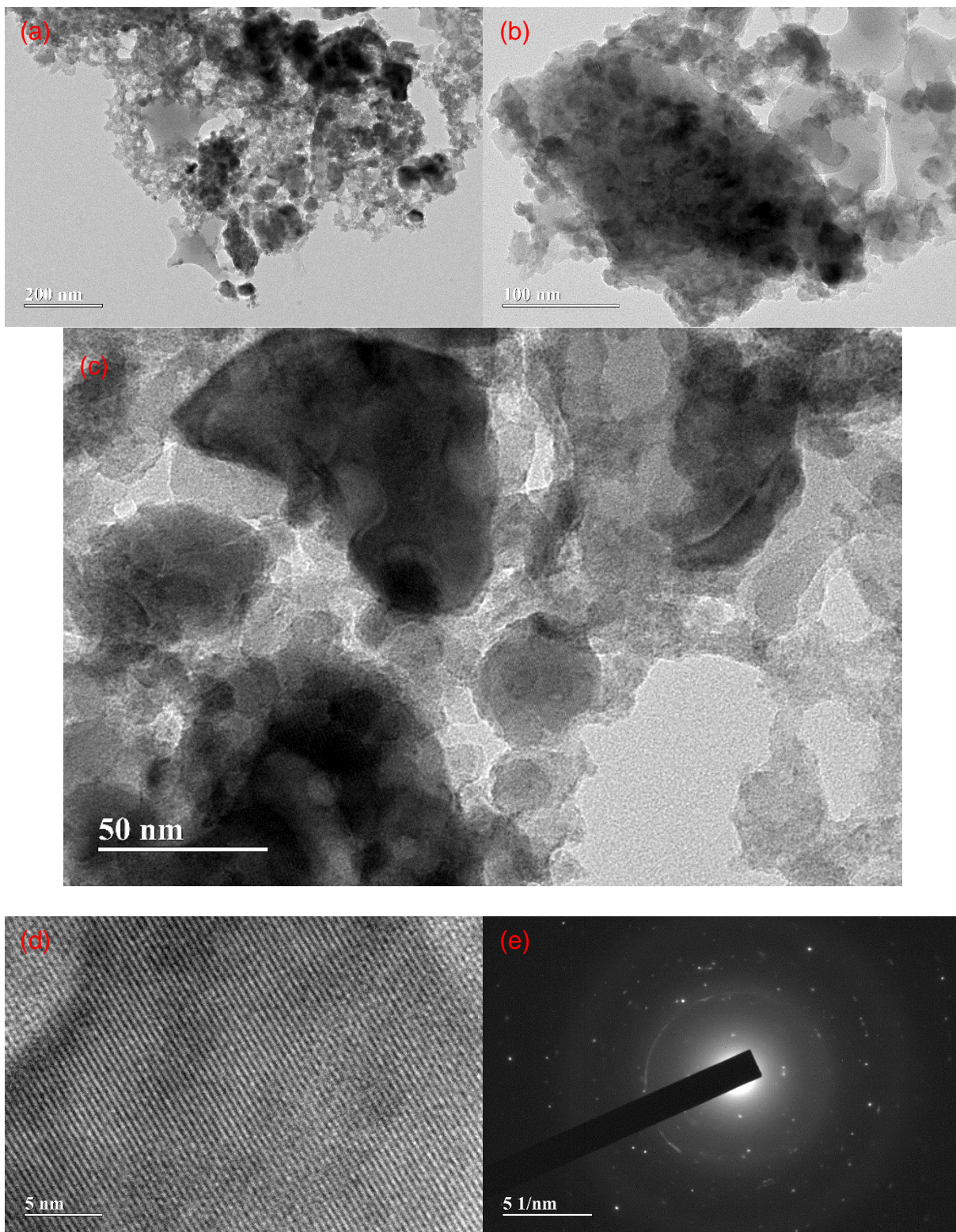


Figura 14 - Micrografias da amostra SCS 04-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 23,6 nm e polidispersão $\pm 0,5$ nm.

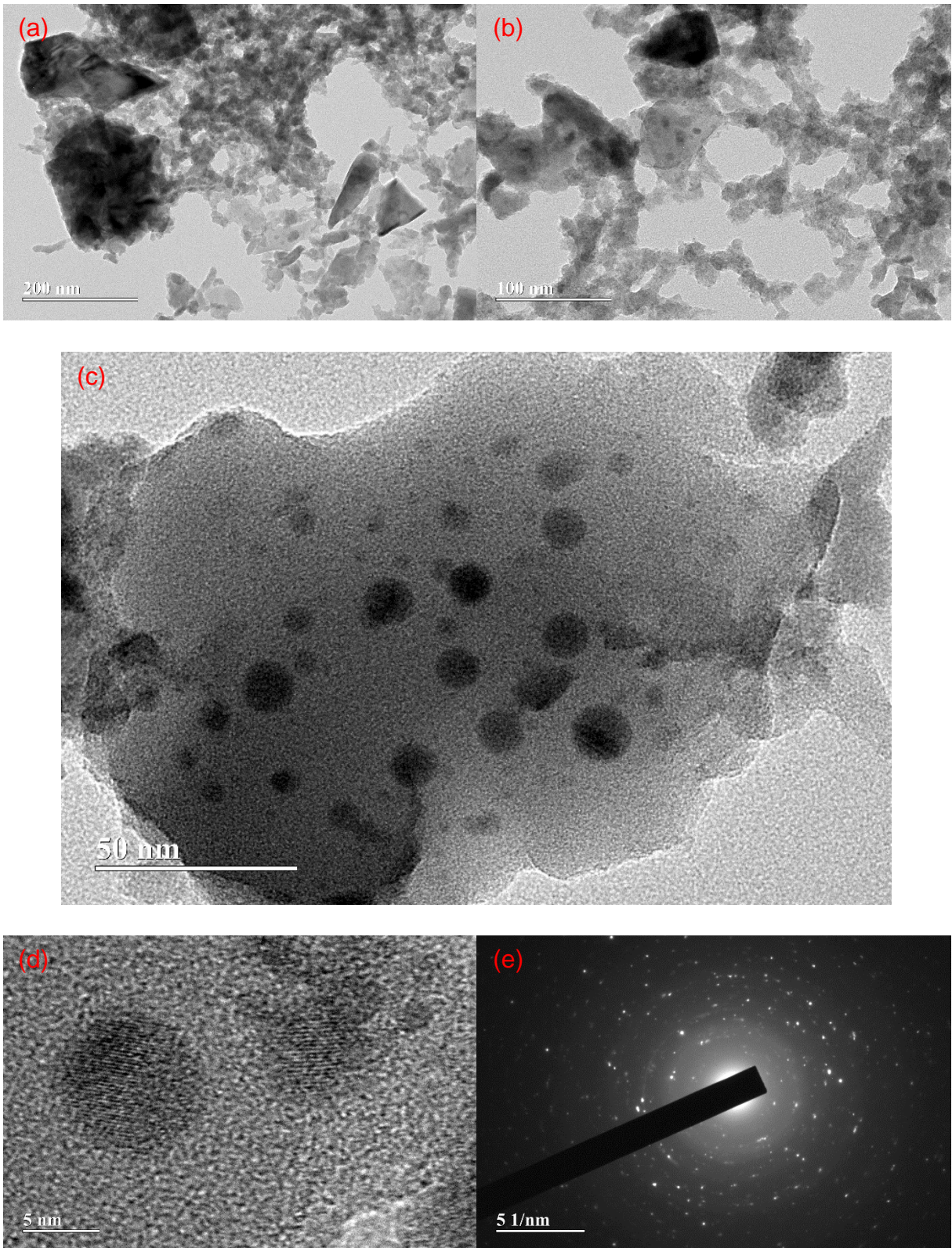


Figura 15 - Micrografias da amostra SCS 05-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 25,7 nm e polidispersão $\pm 0,7$ nm.

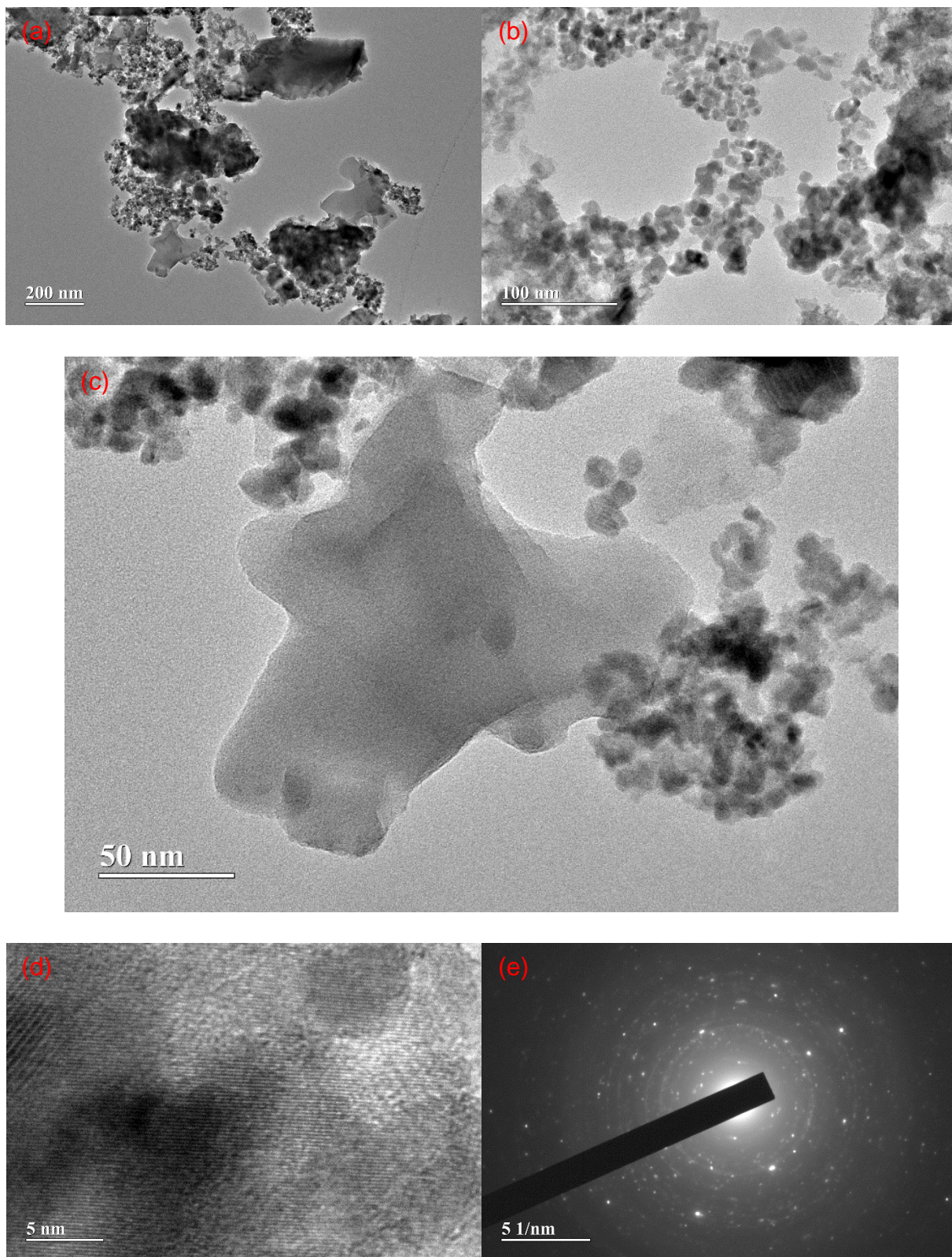


Figura 16 - Micrografias da amostra SCS 06-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 14,9 nm e polidispersão $\pm 0,4$ nm.

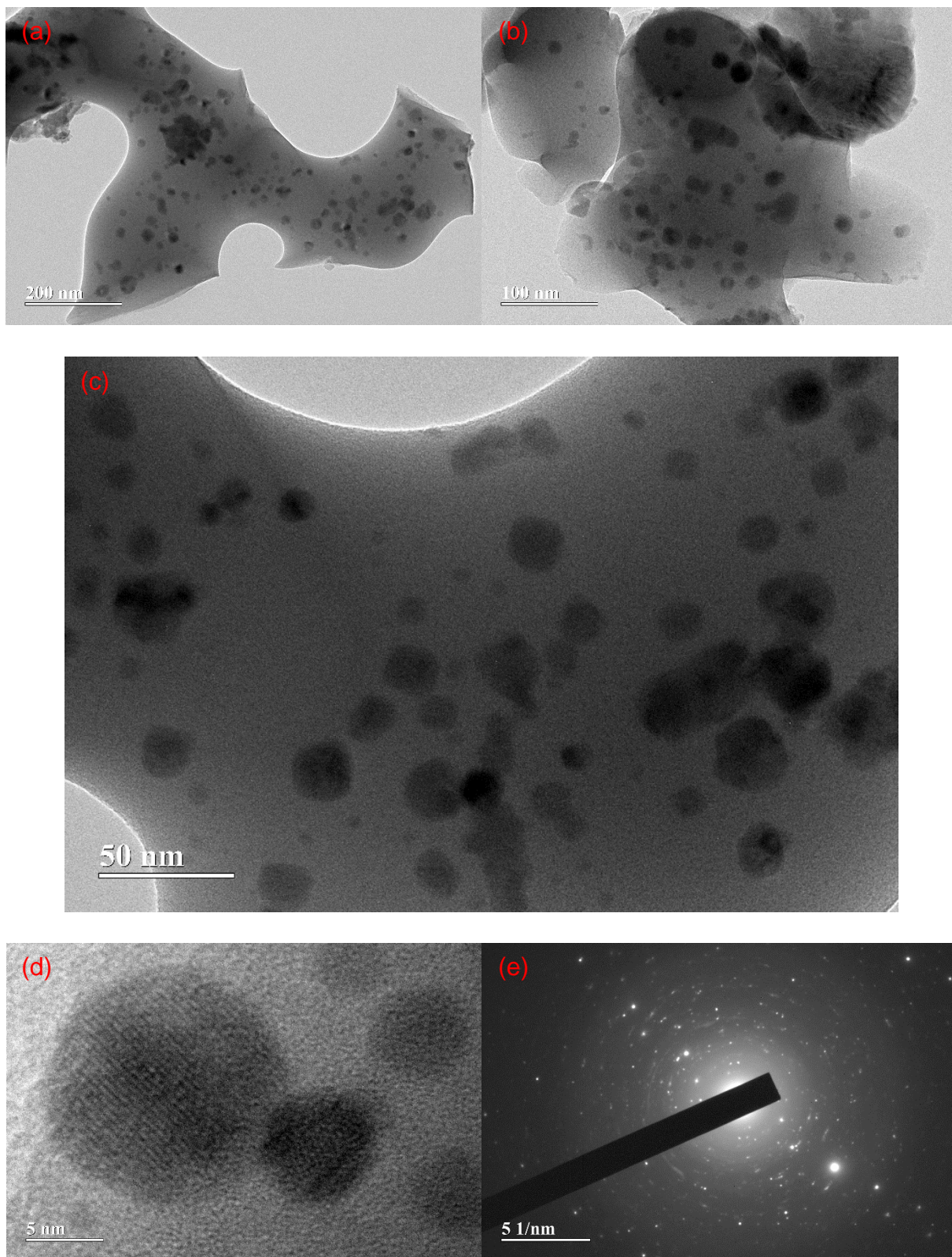


Figura 17 - Micrografias da amostra SCS 07-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 21,8 nm e polidispersão $\pm 0,9$ nm.

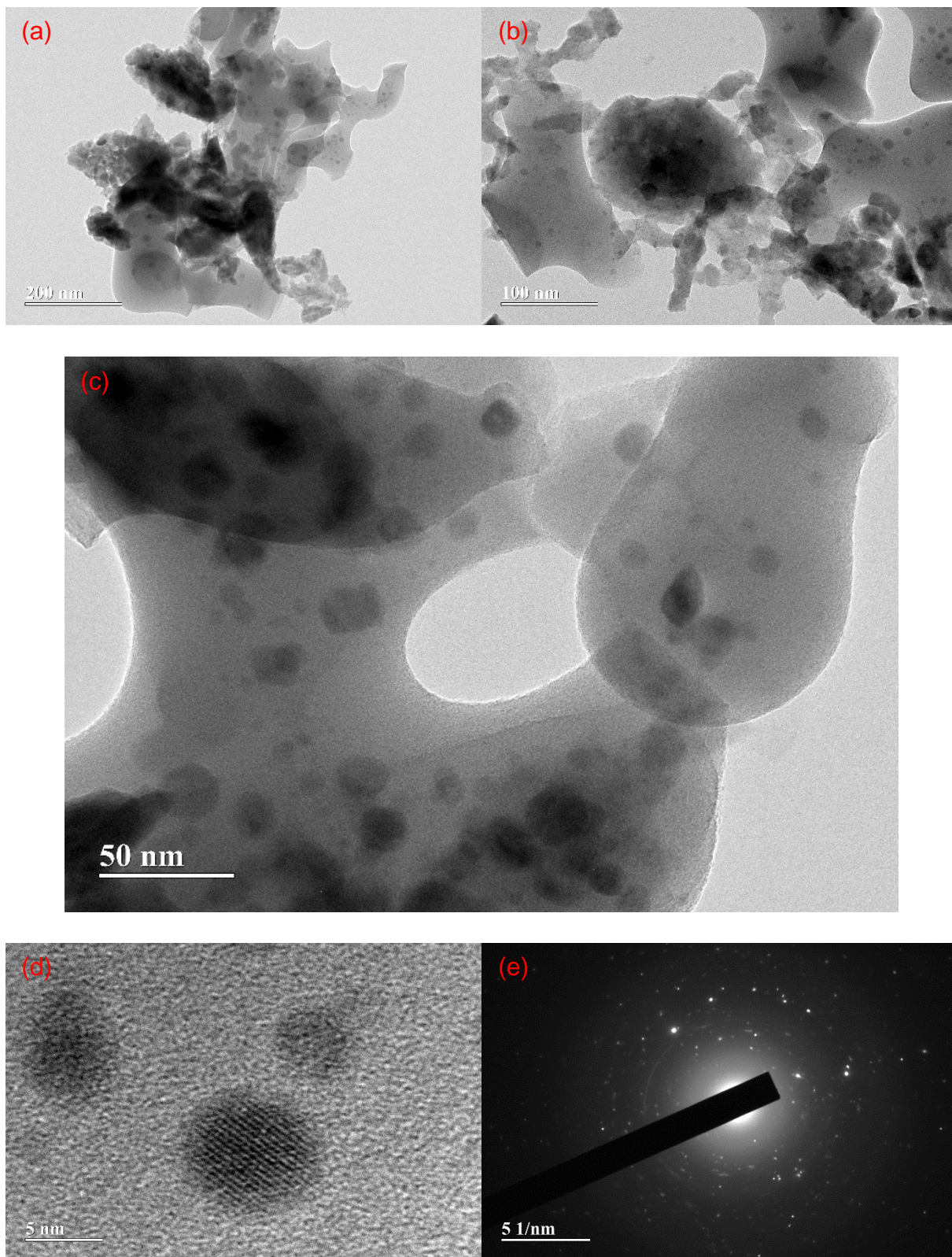


Figura 18 - Micrografias da amostra SCS 08-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 29,3 nm e polidispersão $\pm 0,9$ nm

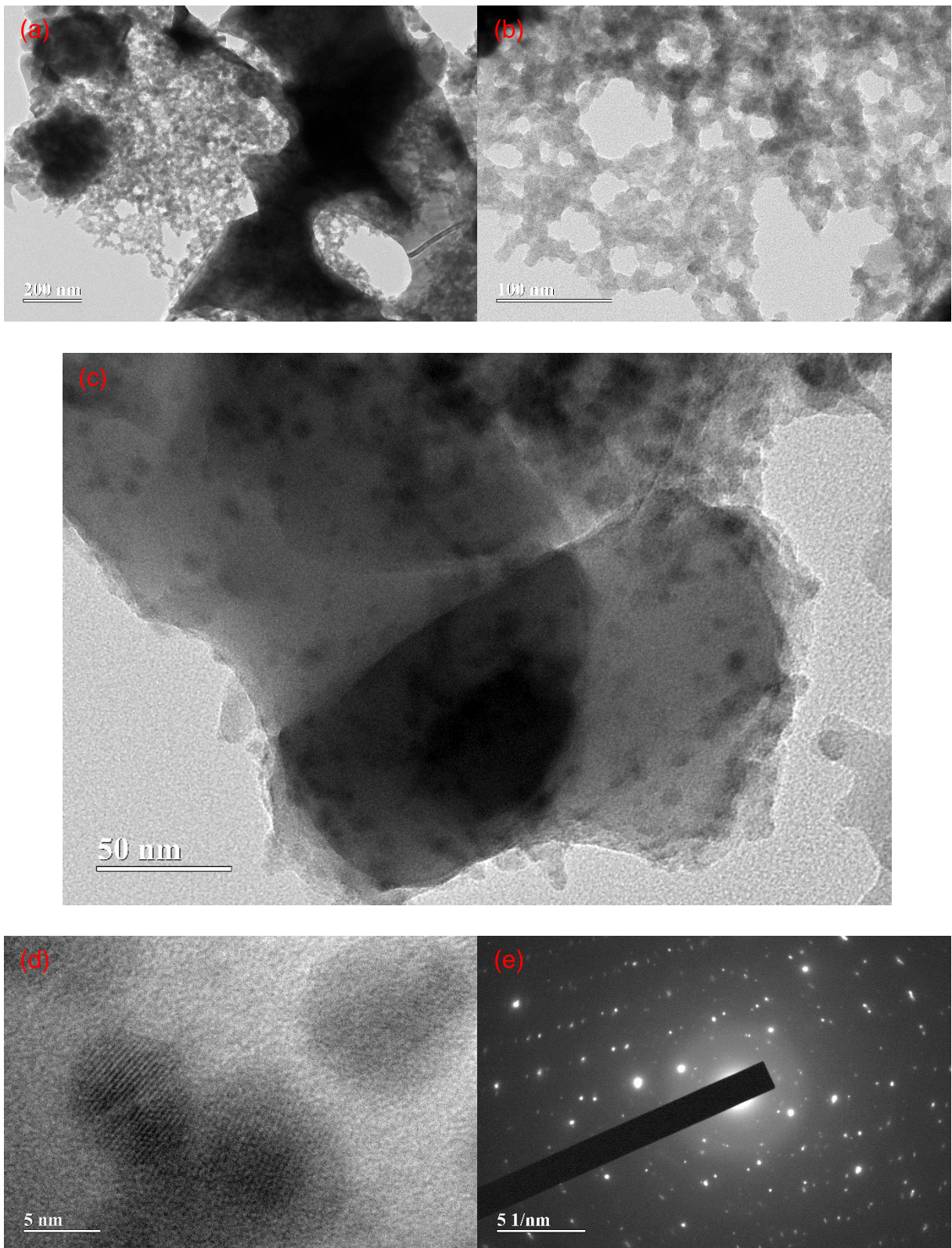


Figura 19 - Micrografias da amostra SCS 09-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), foram coletadas 5 micrografias em diferentes regiões da amostra, com diferentes magnificações: (a) 200 nm, (b) 100 nm, (c) 50 nm, (d) 5 nm, sendo (e) padrão de difração. Diâmetro médio 27,3 nm e polidispersão $\pm 0,6$ nm.

7.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Através do MEV observamos as diferentes morfologias, distribuição de tamanhos e formas de agregações das superfícies das amostras analisadas. As Figuras 20 a 28 apresentam as micrografias do conjunto das amostras que foram sintetizadas e calcinadas a temperatura de 650 °C em diferentes composições molares e relação combustível-oxidante.

Nas micrografias abaixo observamos aspectos morfológicos de diferentes nanoestruturas, sendo em forma de nanoporos, nanobastões, nanocilindros e agregados policristalinos irregulares. As morfologias e os diferentes sistemas de agregações estão diretamente relacionados as variações do combustível e as composições molares dos elementos constituintes no processo de síntese, que tem como objetivo alterar o tempo e temperatura de combustão. As micrografias ainda sugerem a formação de grãos da ordem de micrometro e aglomerados com forma não bem definida, essas características são observadas em materiais quando submetidos a elevadas temperaturas no processo de calcinação.

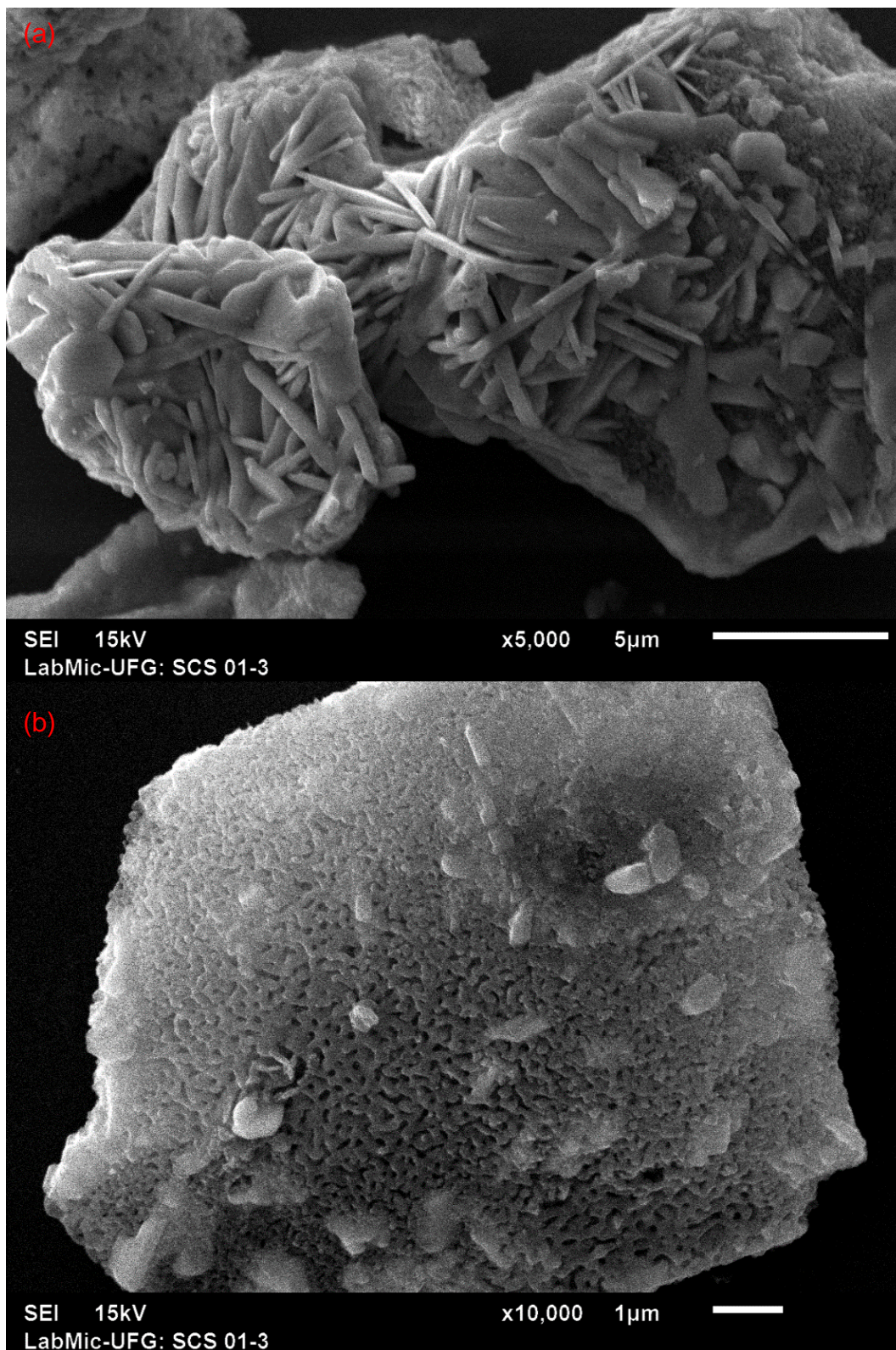


Figura 20 - Micrografias da amostra SCS 01-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

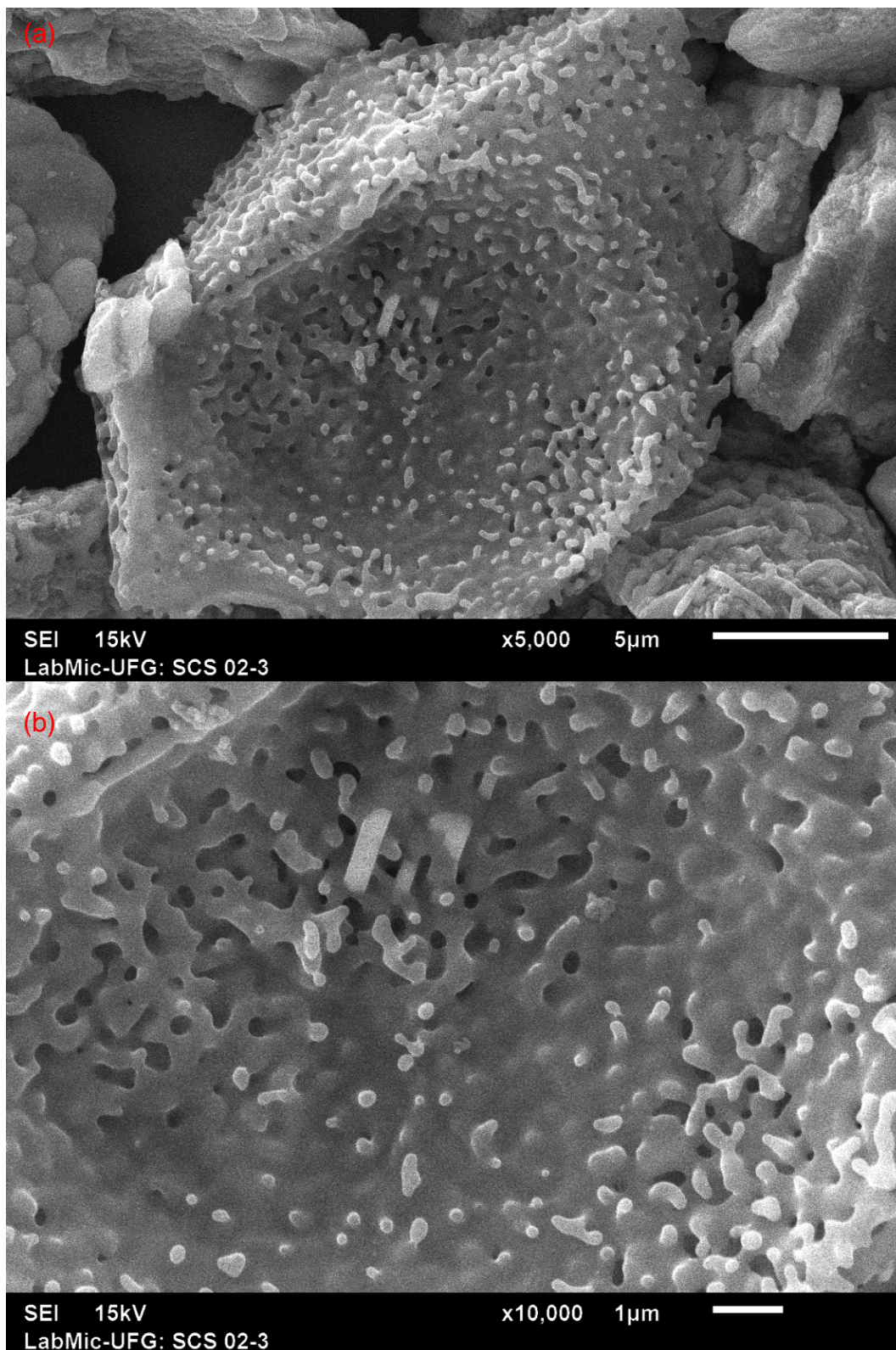


Figura 21 - Micrografias da amostra SCS 02-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

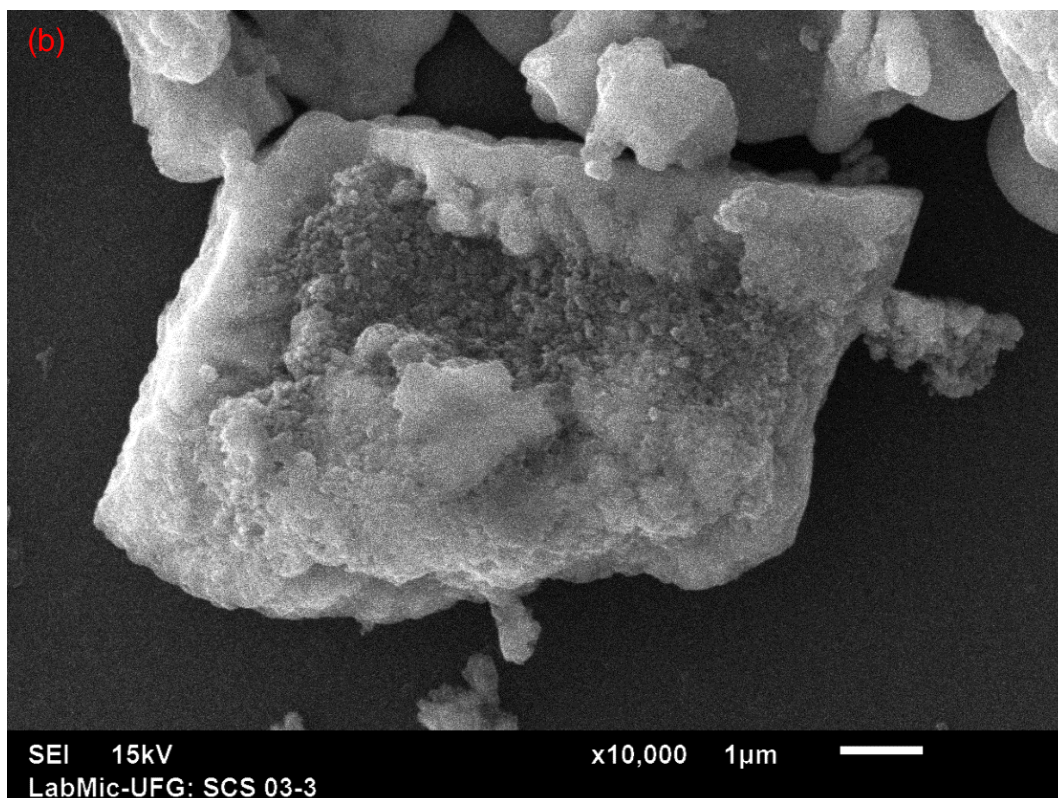
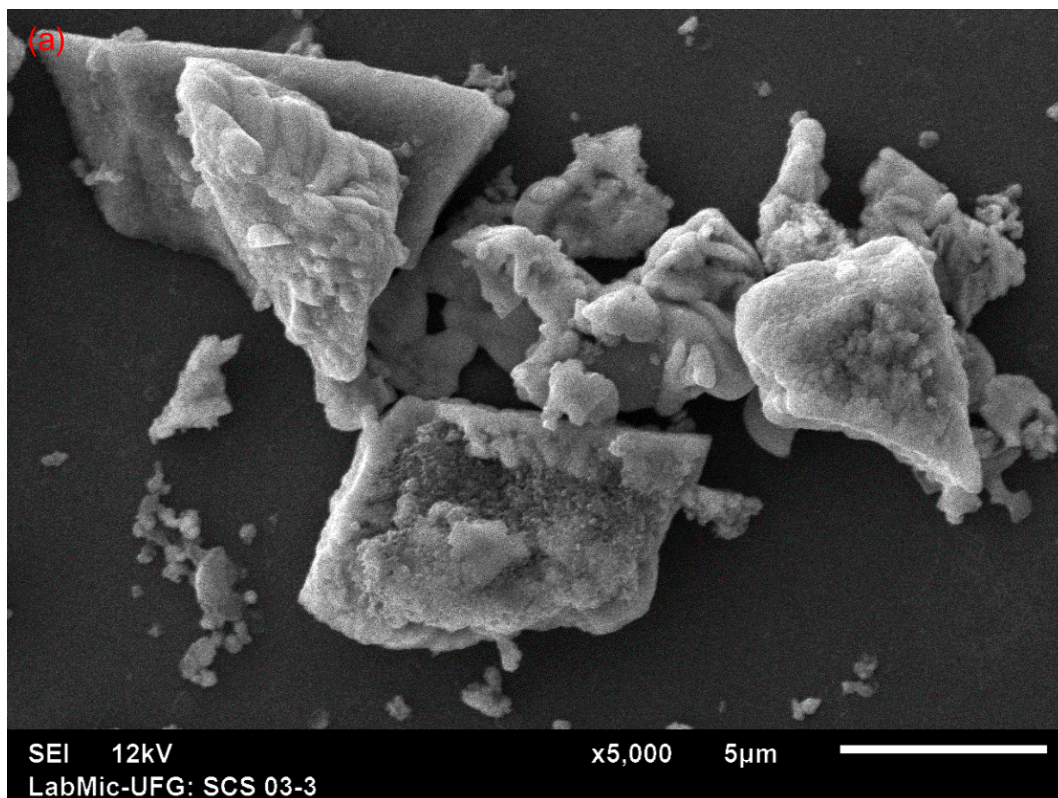


Figura 22 - Micrografias da amostra SCS 03-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

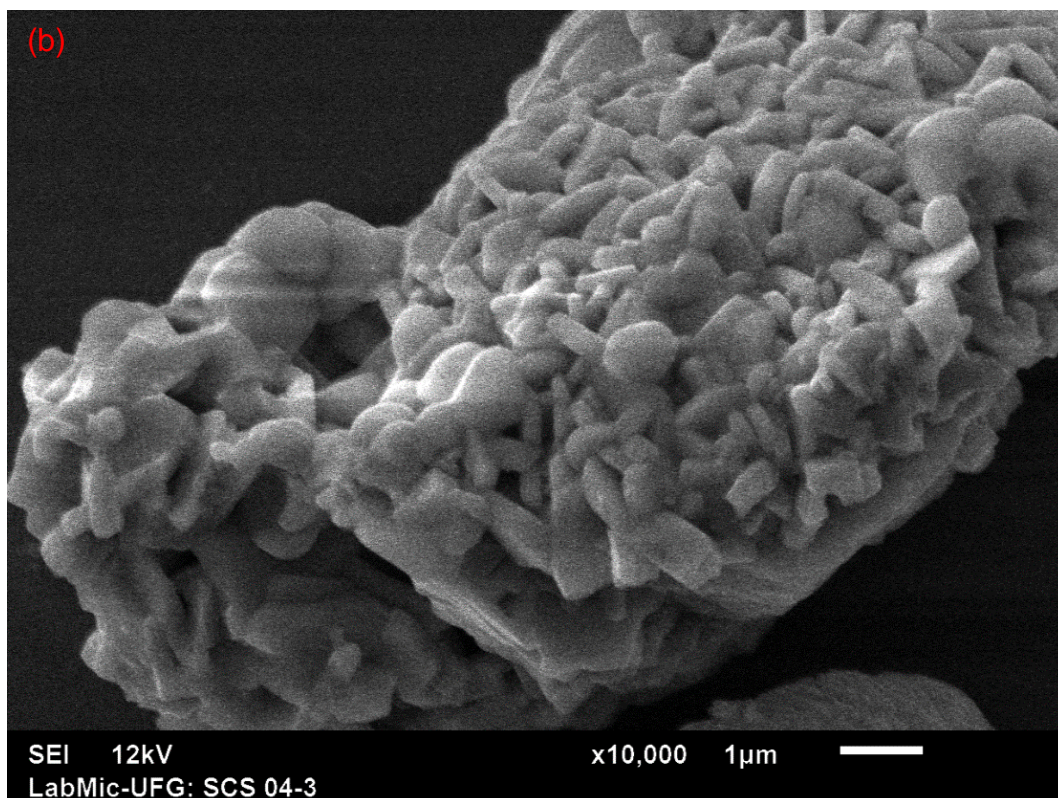
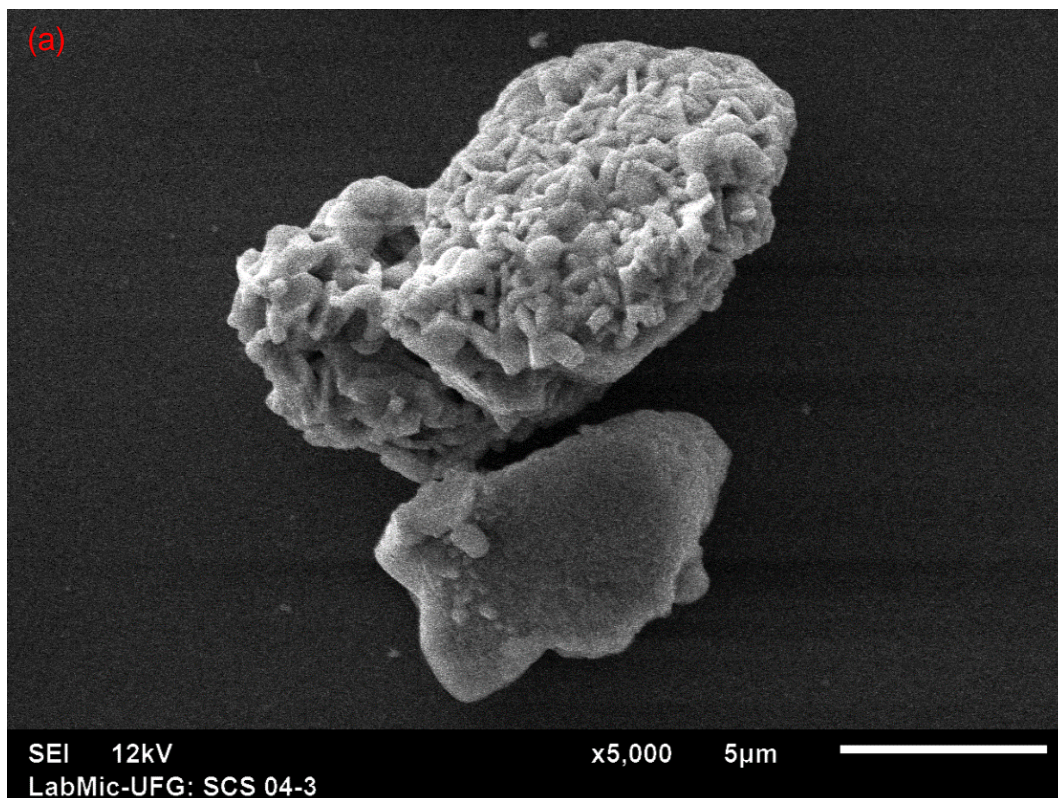


Figura 23 - Micrografias da amostra SCS 04-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

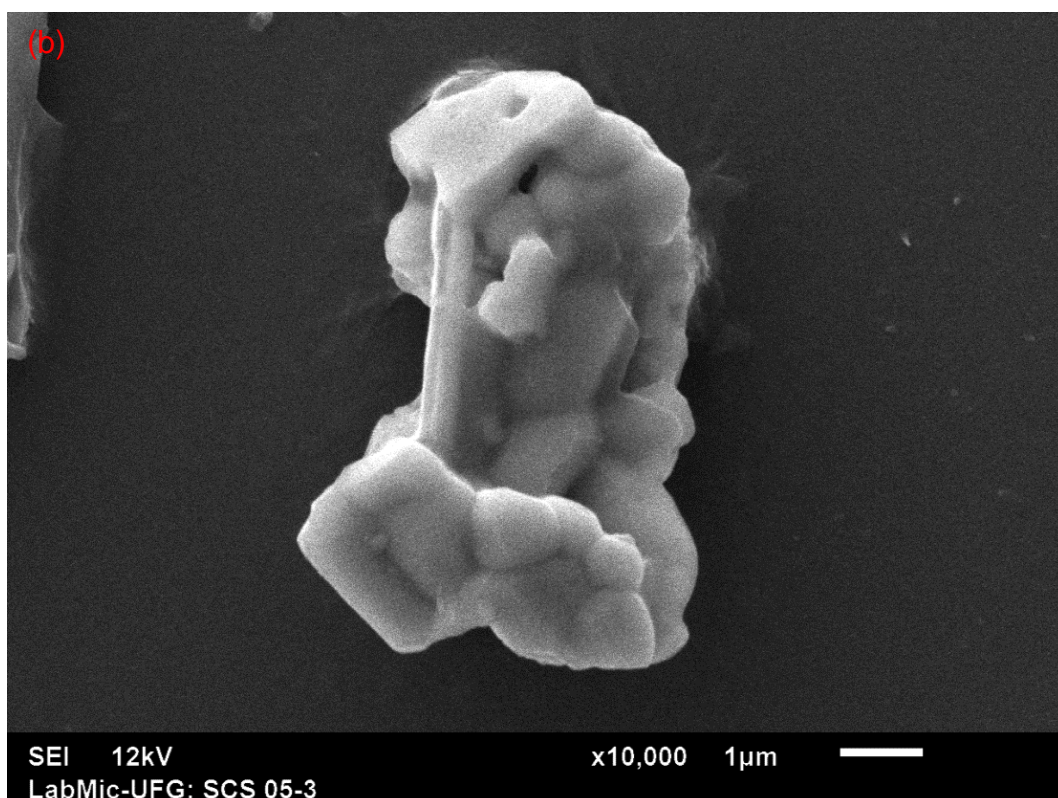
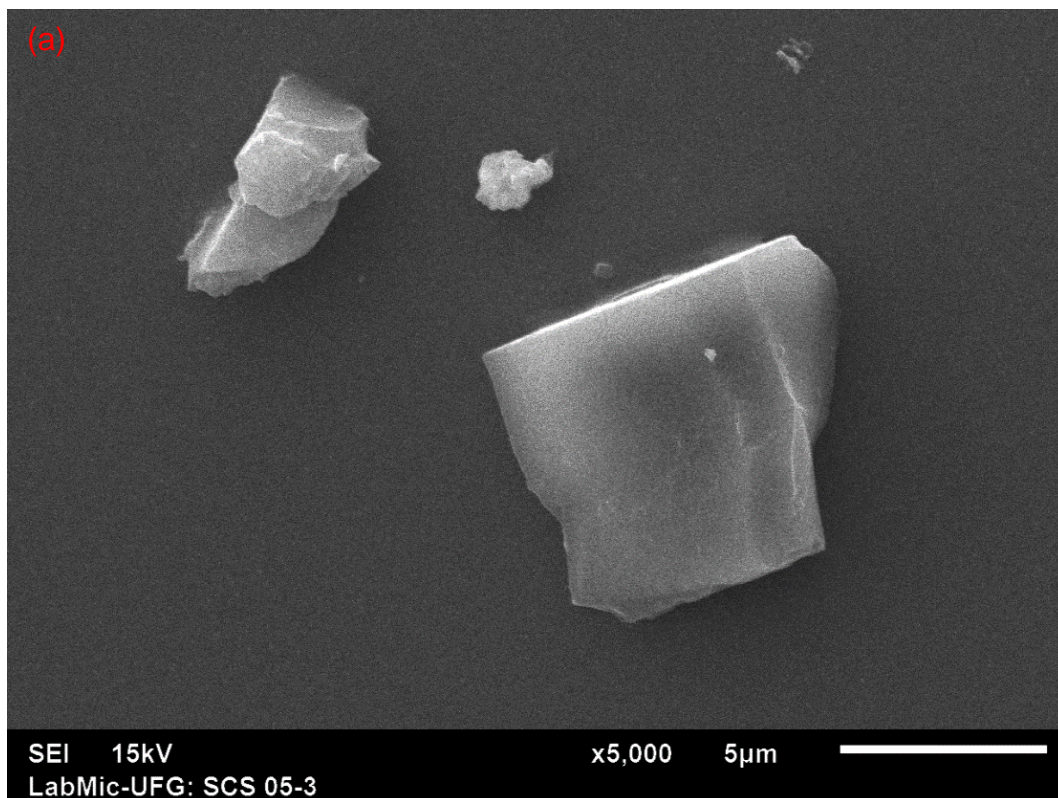


Figura 24 - Micrografias da amostra SCS 05-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.

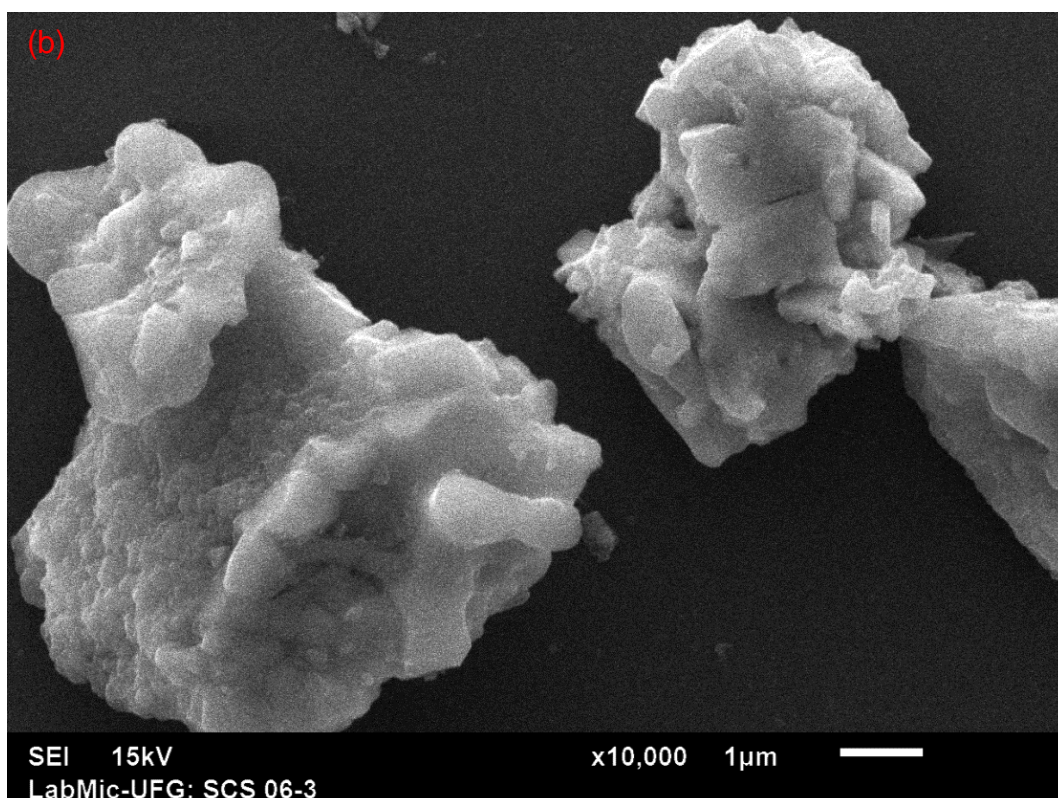
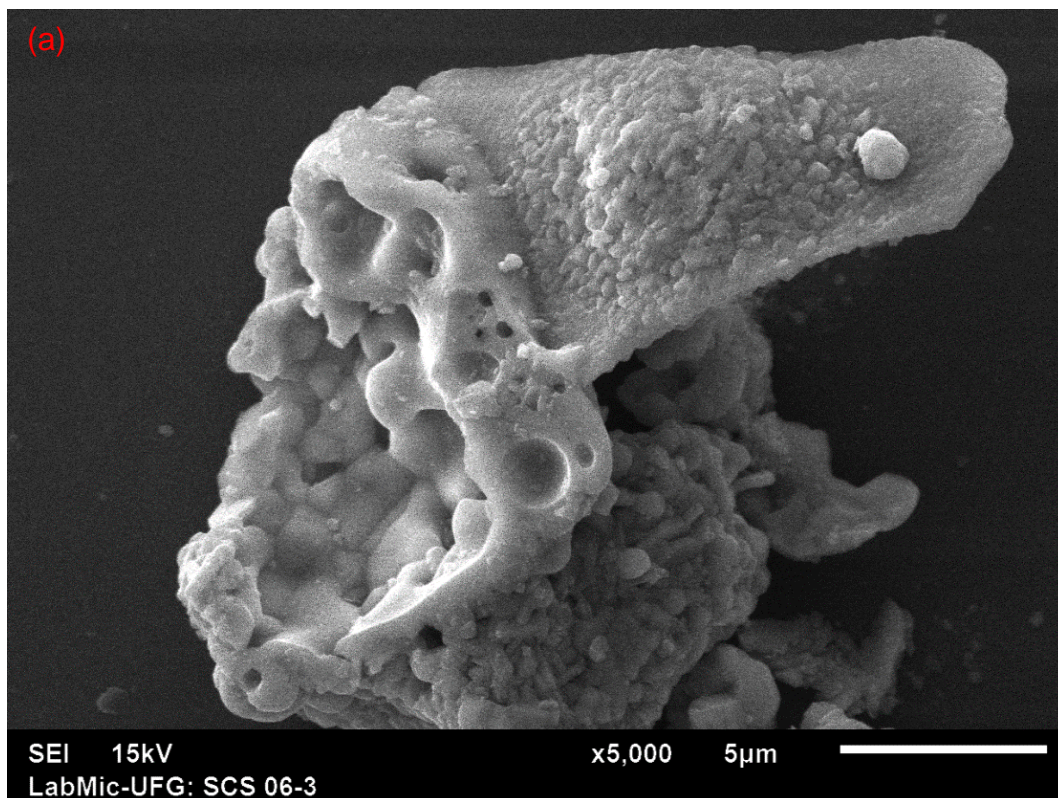


Figura 25 - Micrografias da amostra SCS 06-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=2$; $y=1$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

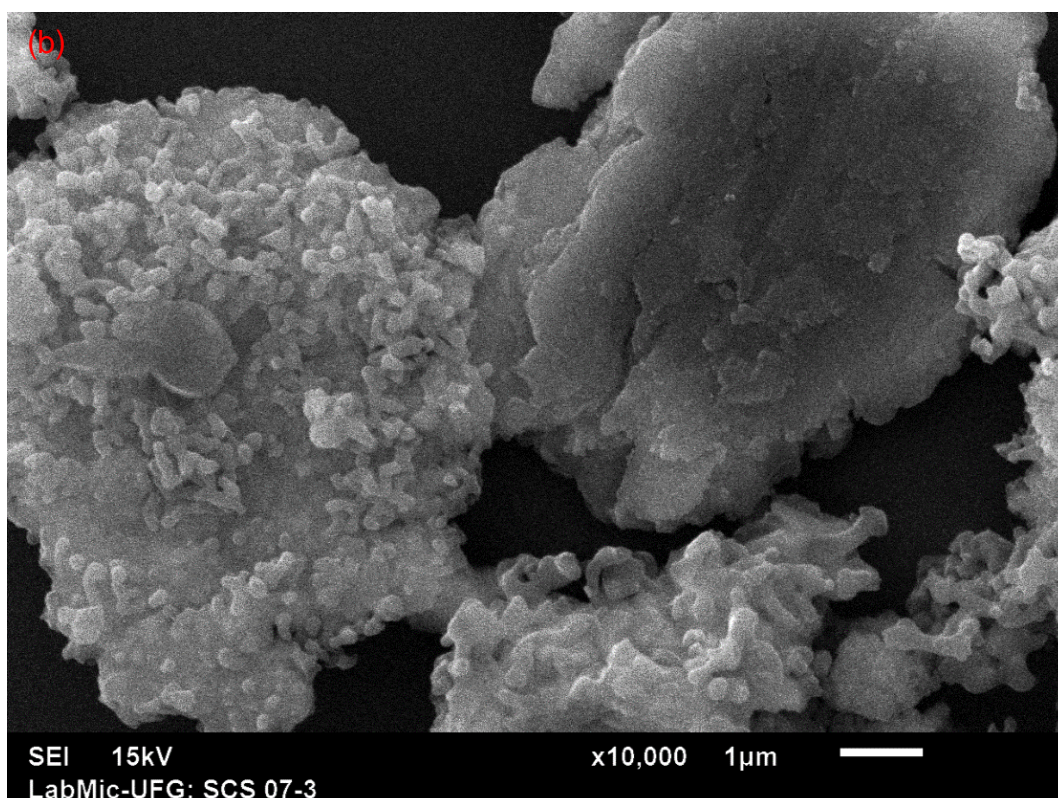
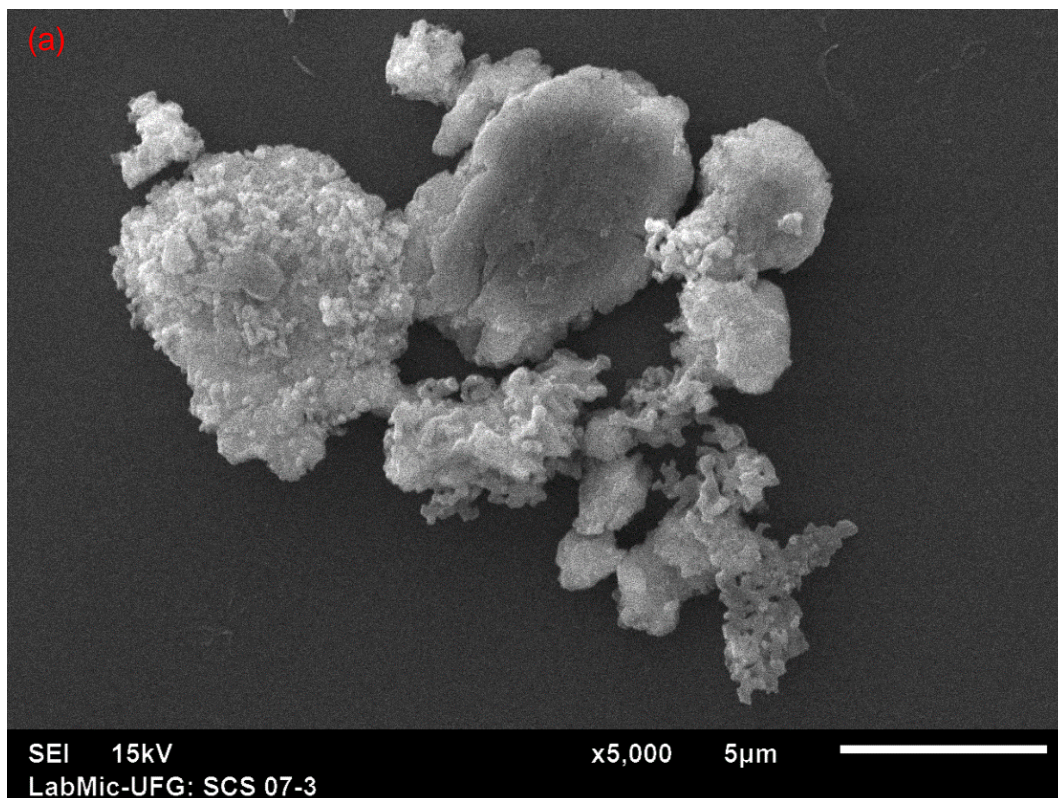


Figura 26 - Micrografias da amostra SCS 07-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a 650 °C e relação combustível-oxidante na proporção estequiométrica, os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de 5 µm e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de 1 µm.

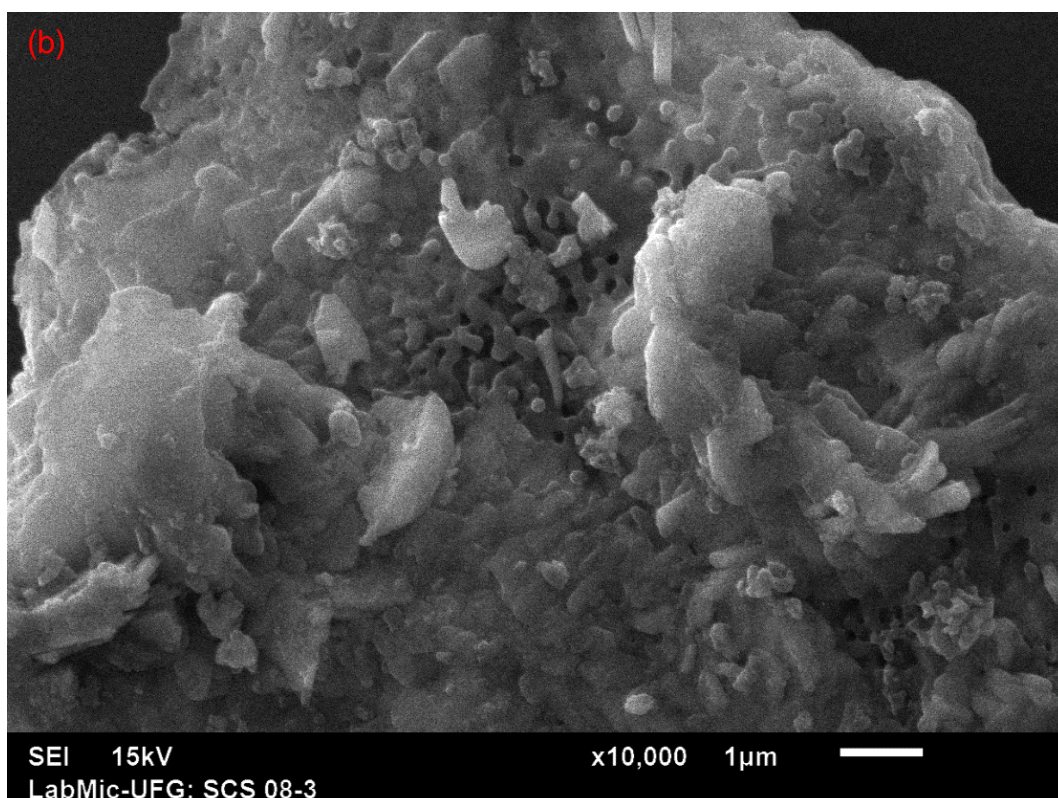
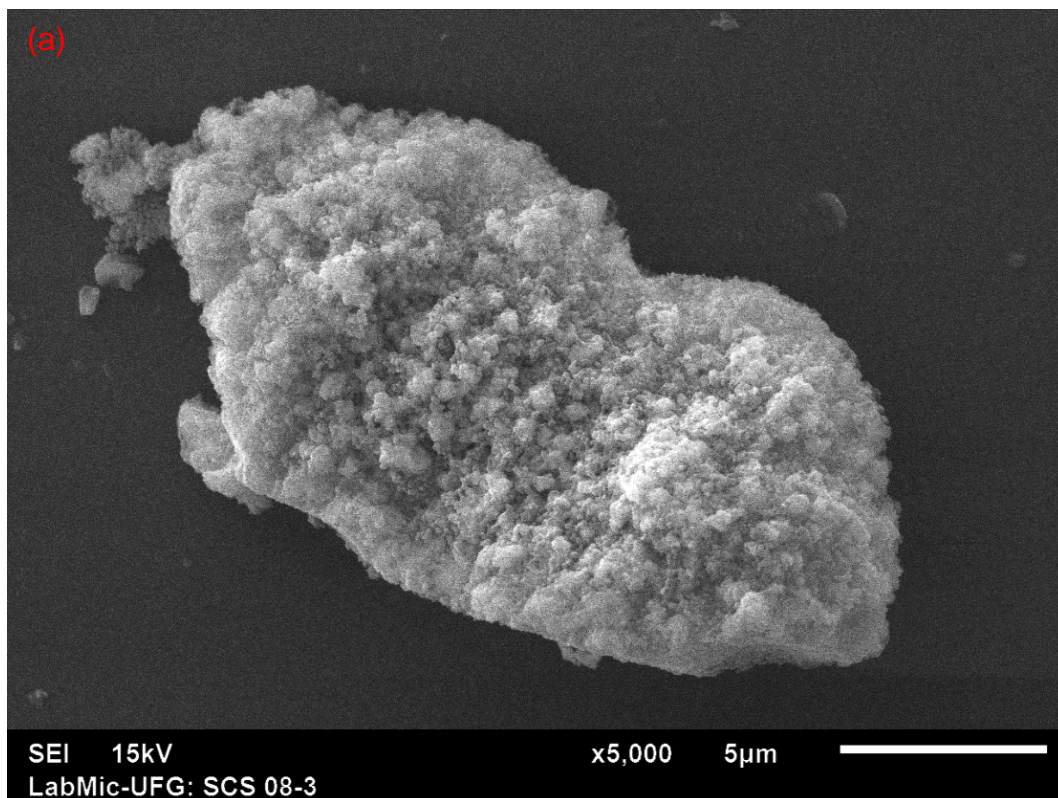


Figura 27 - Micrografias da amostra SCS 08-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (+25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

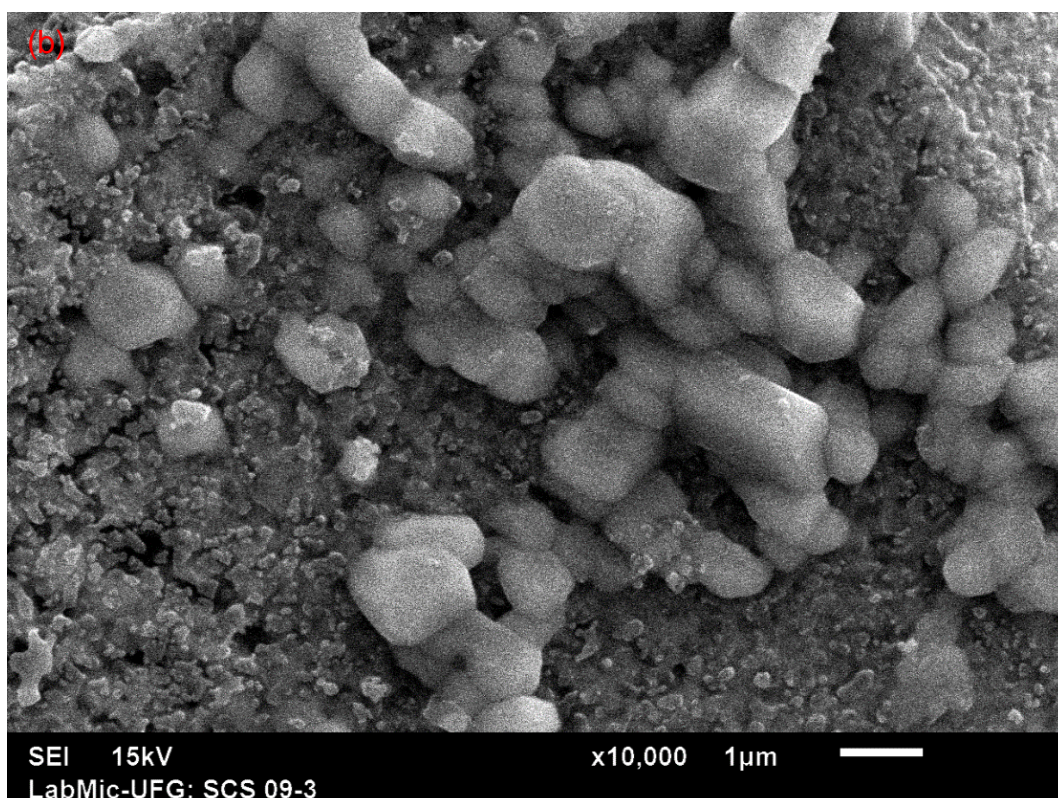
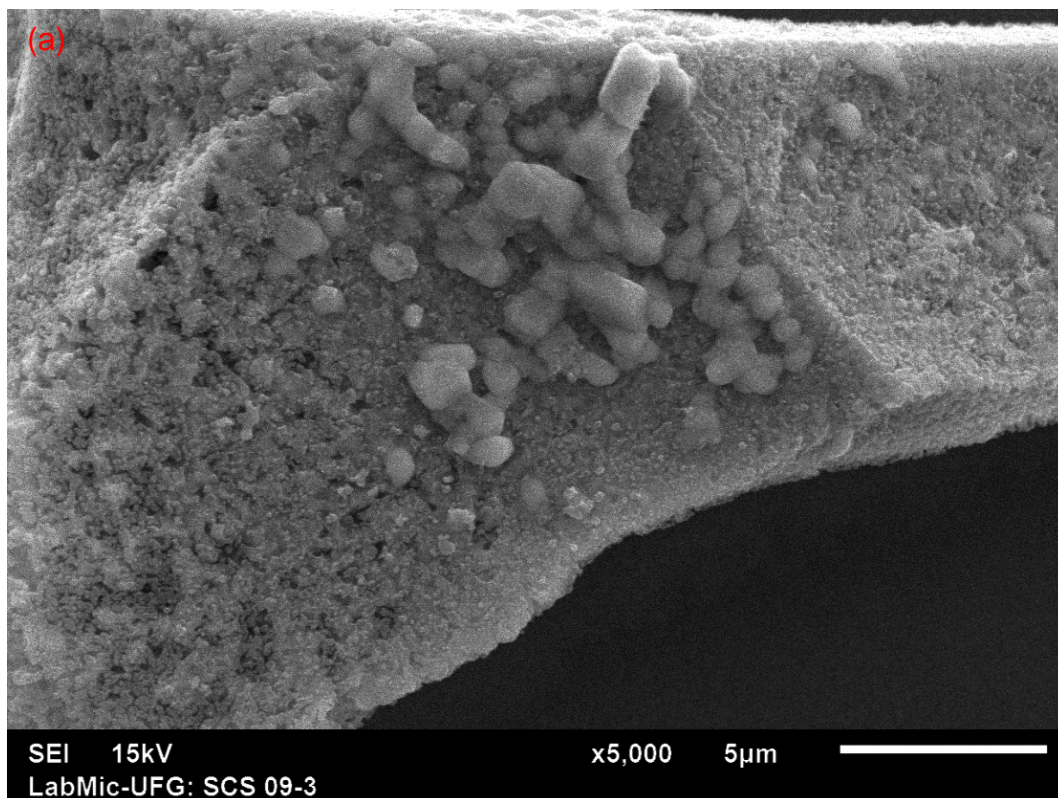


Figura 28 - Micrografias da amostra SCS 09-3 corresponde a fração molar $\text{Co}_x\text{Si}_y\text{Te}_z$, onde $x=1$; $y=2$; $z=1$, sintetizada em forno micro-ondas com posterior processo de calcinação a $650\text{ }^\circ\text{C}$ e relação combustível-oxidante na proporção (-25% de Catalisador), os parâmetros de medição adotados foram: energia de 15 kV em (a) aumento de 5000 com magnificação de $5\text{ }\mu\text{m}$ e (b) aumento de 10000 vezes com barra de referência de magnificação de $1\text{ }\mu\text{m}$.

7.2.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

Nas Figuras 29 a 37 estão representados os espectros de EDS com os elementos identificados e juntamente as imagens de MEV com as marcações das regiões de análise, o conjunto de amostra submetida a técnica correspondem as que foram sintetizadas e calcinadas a temperatura de 650 °C.

As análises dos espectros de EDS a partir de regiões delimitadas nas amostras, sugerem a ocorrência da oxidação das amostras que pode estar relacionada ao processo de síntese, tendo em vista que o procedimento não foi realizado em um ambiente controlado e inerte, podemos observar ainda alguns traços de contaminação de ouro e carbono devido ao processo de metalização utilizado na preparação da amostra para obtenção das imagens no MEV. Verificou-se a presença dos principais elementos (Co, Si, Te) utilizados na preparação das amostras, podemos ainda correlacionar a variação das intensidades dos elementos de acordo com as diferentes estratégias de síntese. Os dados observados nos espectros foram compilados na Tabela 2, onde apresentamos a identificação das amostras estudadas e os principais elementos identificados com suas intensidades.

Tabela 2 - Levantamento dos valores da intensidade de contagens em (%) dos principais elementos encontrado nos espectros de EDS das amostras analisadas.

AMOSTRAS	INTENSIDADE DA CONTAGEM (%) DOS PRINCIPAIS ELEMENTOS ENCONTRADO			
	Co	Si	Te	O
SCS 01-3	35,9; 20,5	10,3	28,2; 15,4; 5,1	100
SCS 02-3	10,5; 5,3	100	28,9; 14,5; 5,3	94,7
SCS 03-3	13,2; 7,9	52,6	42,1; 21,1; 7,9	100
SCS 04-3	33,3; 15,4	15,4	30,8; 15,4; 5,1	100
SCS 05-3	23,1; 15,4	17,9	48,7; 23,1; 7,7	100
SCS 06-3	13,5; 24,3	48,6	45,9; 27,1; 10,8	100
SCS 07-3	10,5; 7,9	81,6	39,5; 21,1; 7,9	100
SCS 08-3	31,6; 21,1	36,8	28,9; 15,8; 6,6	100
SCS 09-3	10,3; 5,1	71,8	30,8; 15,4; 5,1	100

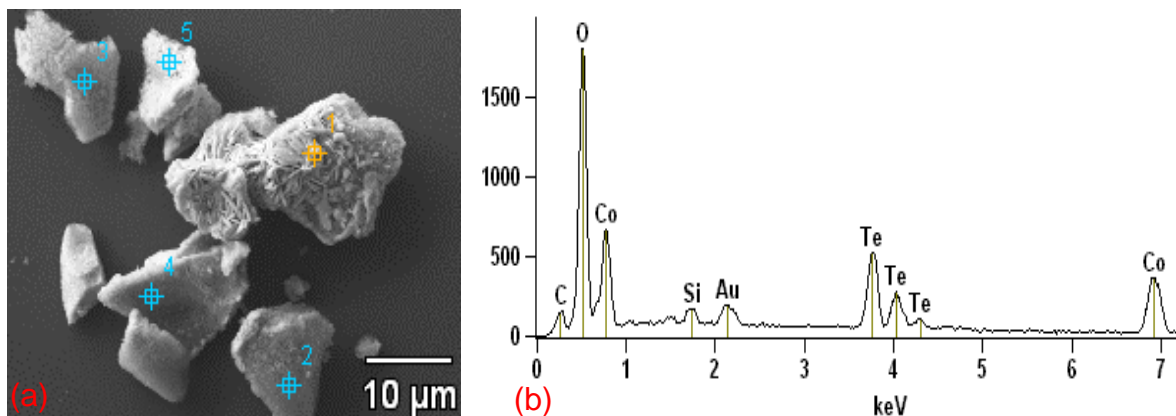


Figura 29 – Em (a) micrografia da amostra SCS 01-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

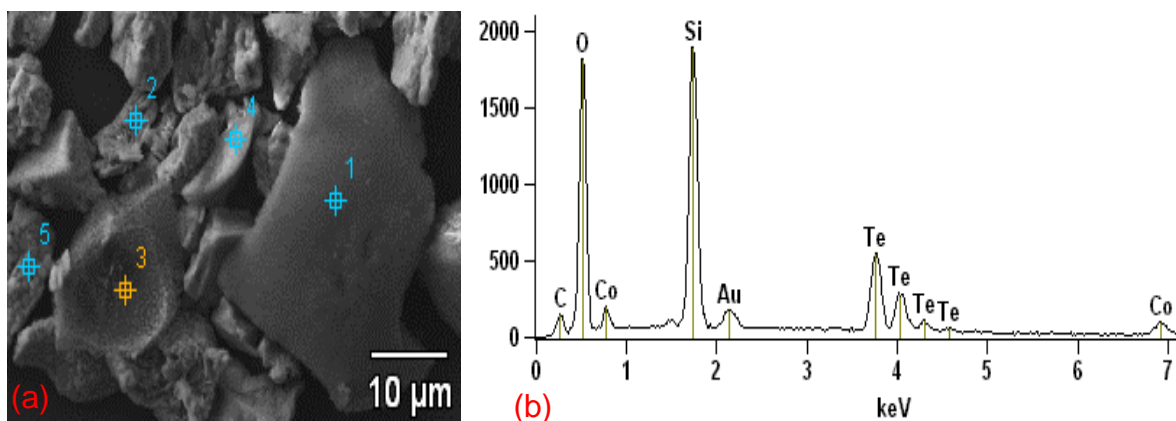


Figura 30 - Em (a) micrografia da amostra SCS 02-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

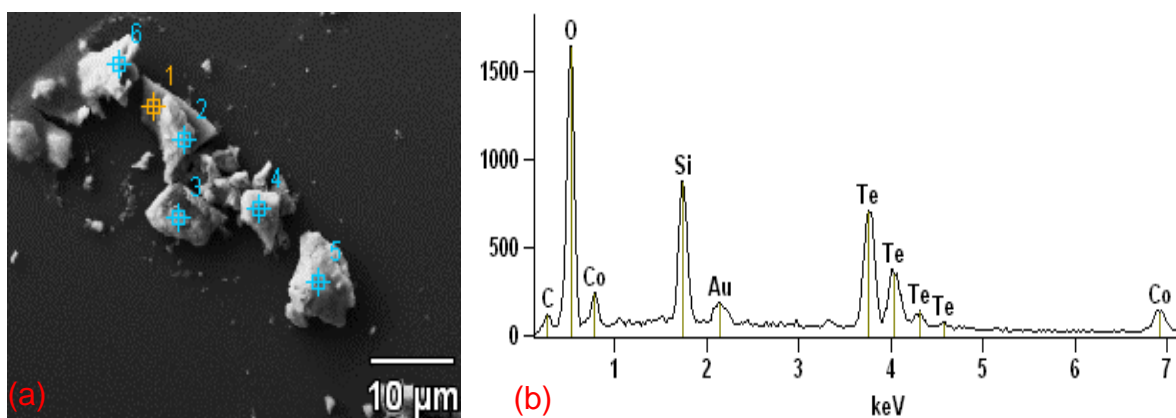


Figura 31 - Em (a) micrografia da amostra SCS 03-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

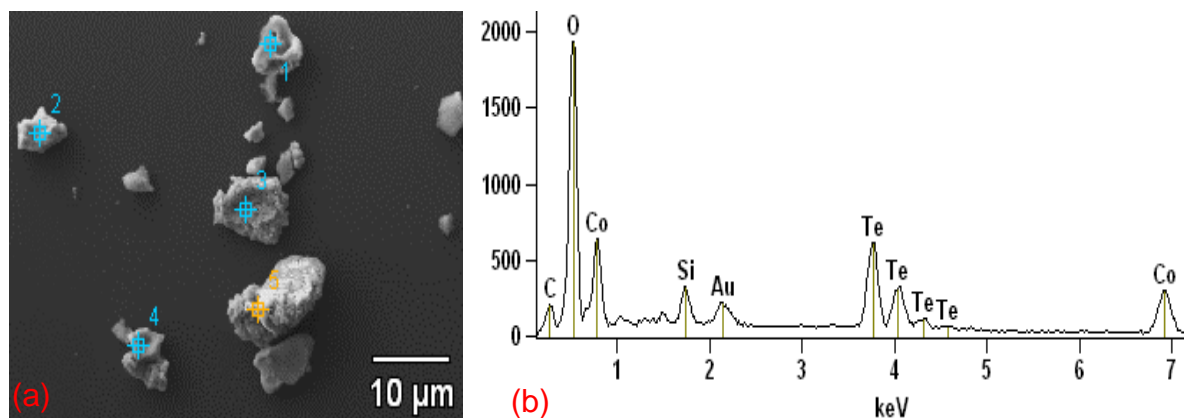


Figura 32 - Em (a) micrografia da amostra SCS 04-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (5), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

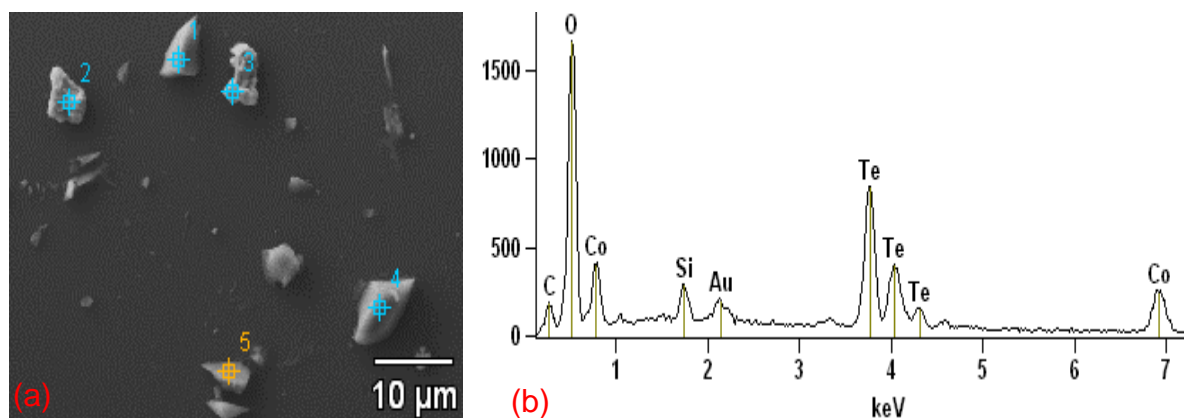


Figura 33 - Em (a) micrografia da amostra SCS 05-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

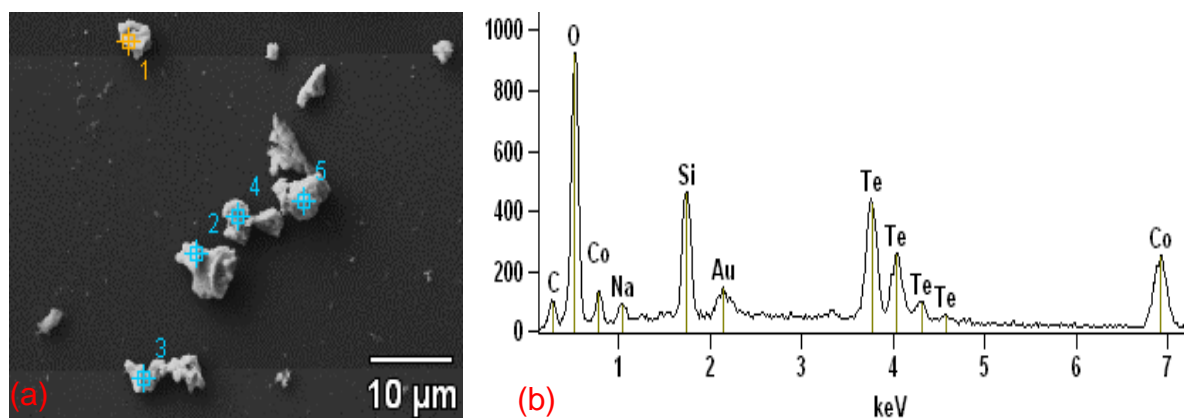


Figura 34 - Em (a) micrografia da amostra SCS 06-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (2), onde e possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

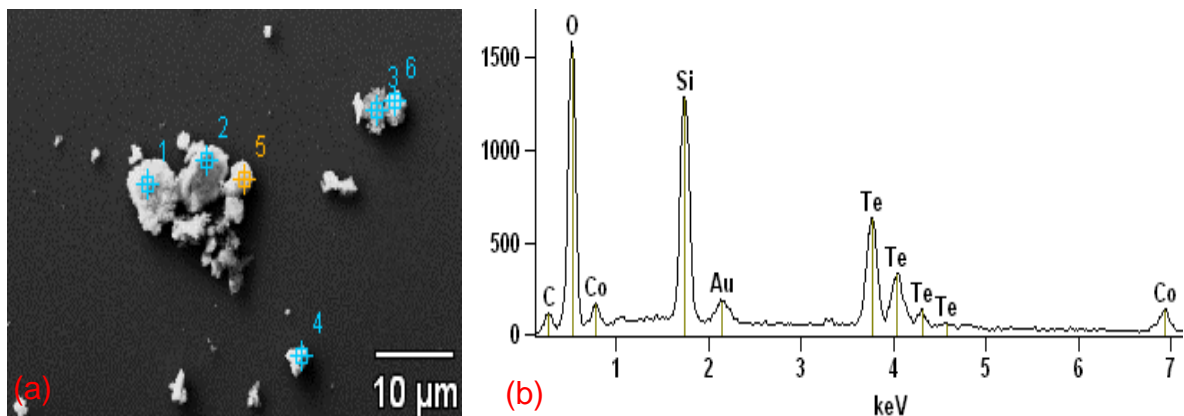


Figura 35 - Em (a) micrografia da amostra SCS 07-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

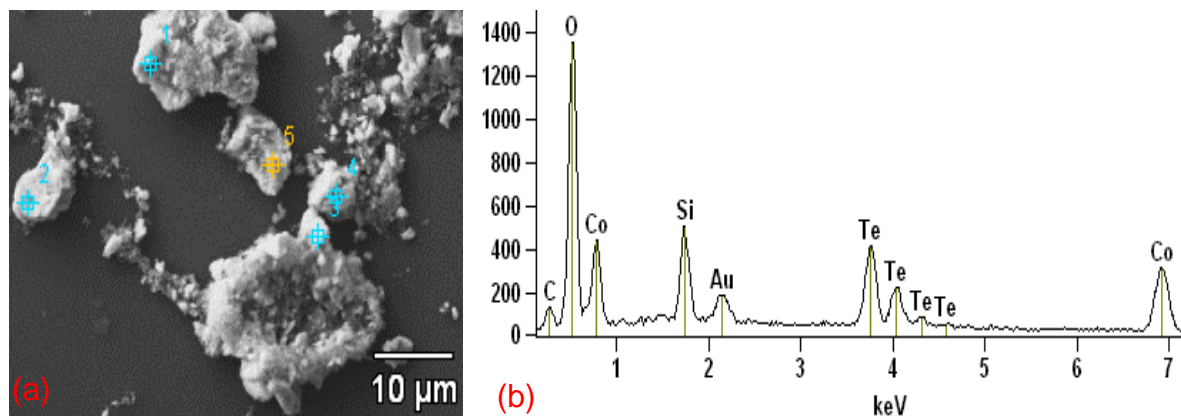


Figura 36 - Em (a) micrografia da amostra SCS 08-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

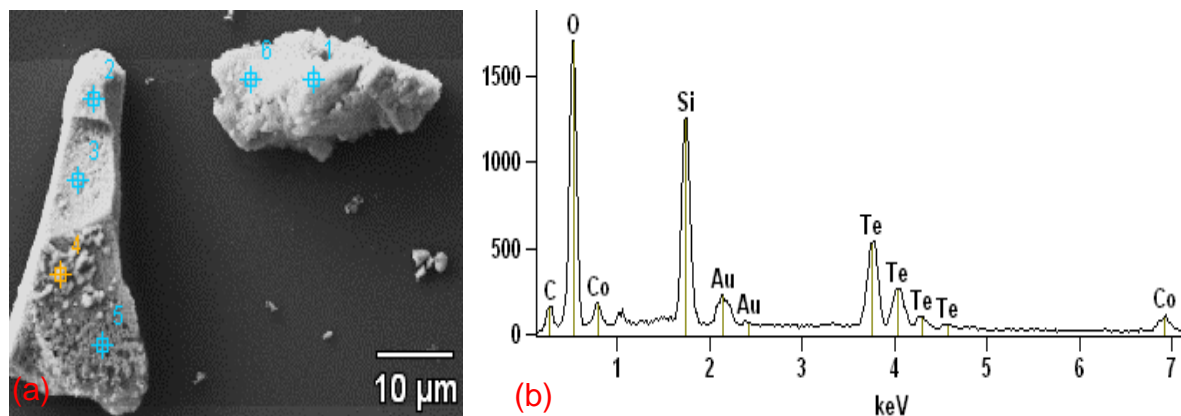


Figura 37 - Em (a) micrografia da amostra SCS 09-3 com a marcação dos pontos para identificação e quantificação dos possíveis elementos e (b) o espectro de EDS do ponto (1), onde é possível observar a presença dos elementos utilizados no processo de síntese bem como algumas impurezas, podemos citar o Au que é devido ao recobrimento para o processo de análise.

7.2.4 Difração de Raios X (DRX)

A identificação das fases nas amostras foi realizada pelo método de comparação do padrão de difração experimental e dos padrões cristalográficos conhecidos em literaturas, através do banco de dados PDF2-2003 (Powder Diffraction File) da ICDD (International Centre for Diffraction Data) [86].

Para analisar as medidas de difração e extrair as informações das estruturas cristalinas das amostras envolvidas neste trabalho, foi empregado o método de refinamento Rietveld implementado no programa livre DBWSTools2.3 [66].

A partir do processo de refinamento e observação dos gráficos as informações coletadas como: parâmetros estruturais, grupo espacial, tamanhos dos cristalitos, quantificação das fases e os parâmetros de refinamentos foram analisados caso a caso e algumas características foram descritas na Tabela 3 e Tabela 4.

Com os dados do refinamento foi possível extrair os valores em 2θ da largura à meia altura do pico mais intenso (FWHM) e calcularmos o valor médio do diâmetro dos cristalitos através do método de Cherry descrito na Equação 4 [65].

Nas Figuras 38 a 51 são apresentados os difratogramas das amostras, onde é possível observar os padrões de difração experimental, calculado, as identificações das fases e os principais planos cristalinos, bem como o parâmetro residual do procedimento de refinamento.

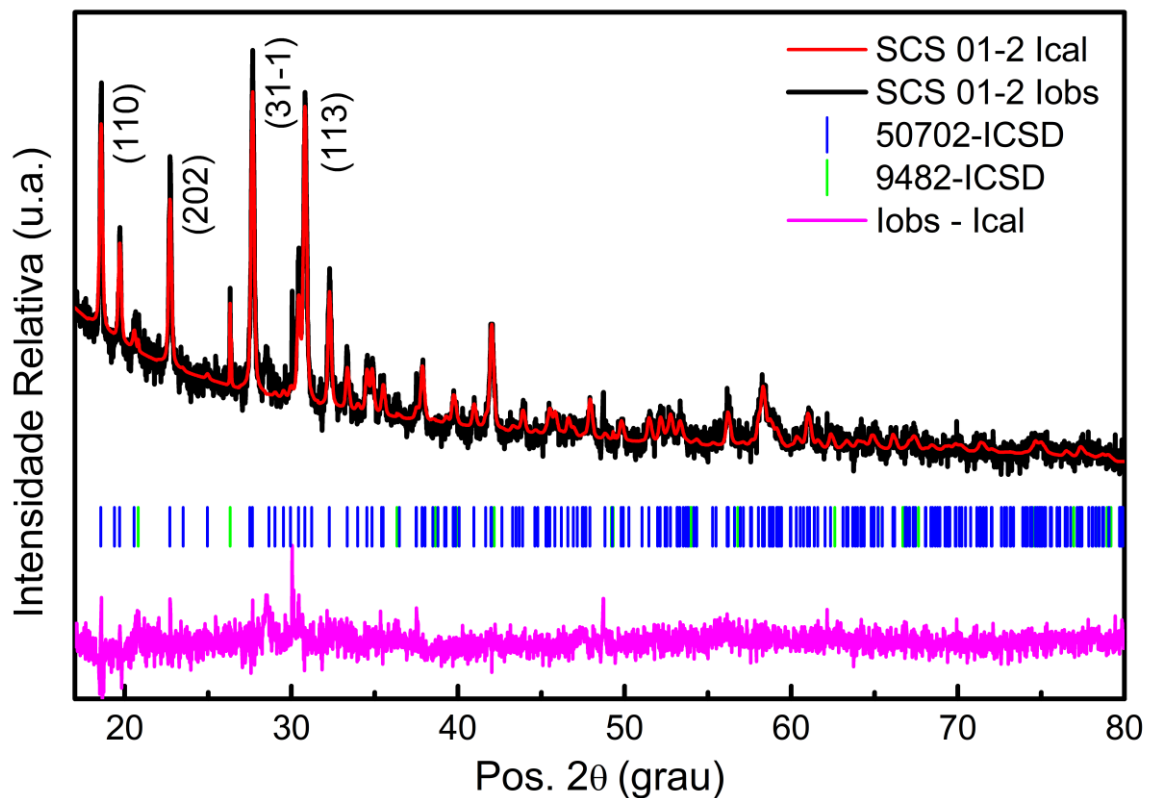
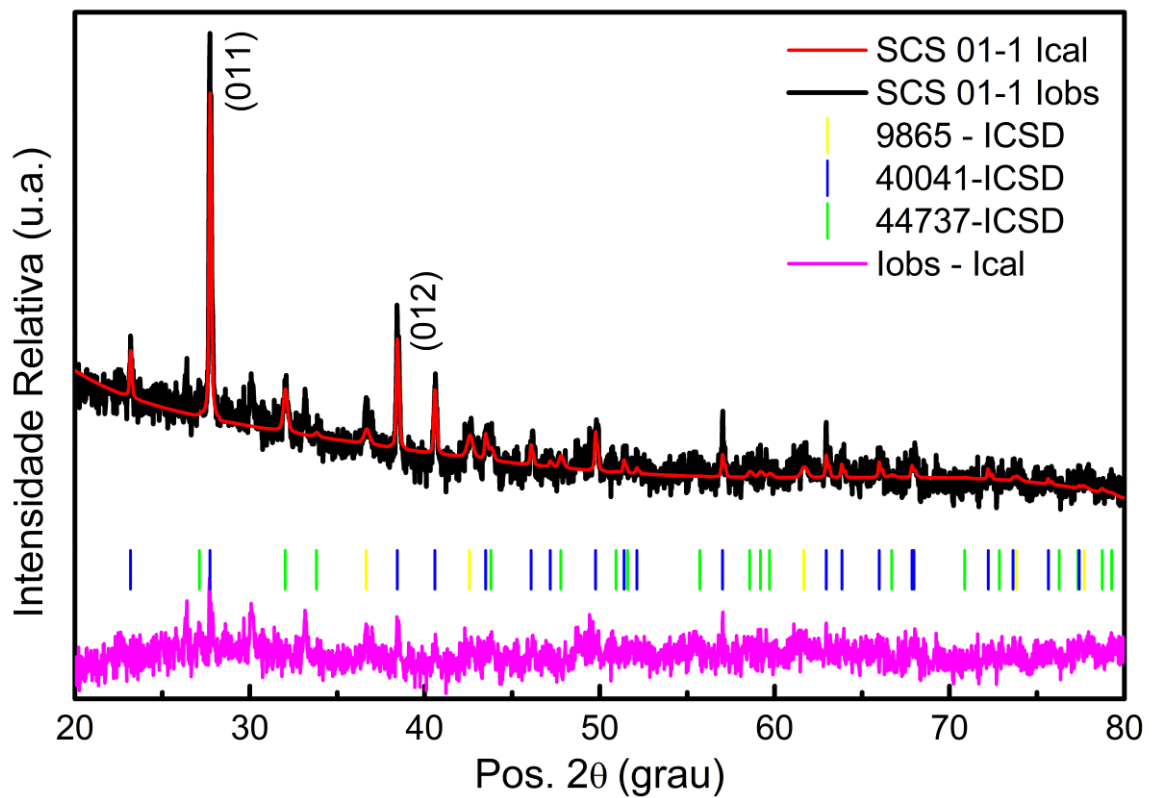


Figura 38 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 01-1 e SCS 01-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

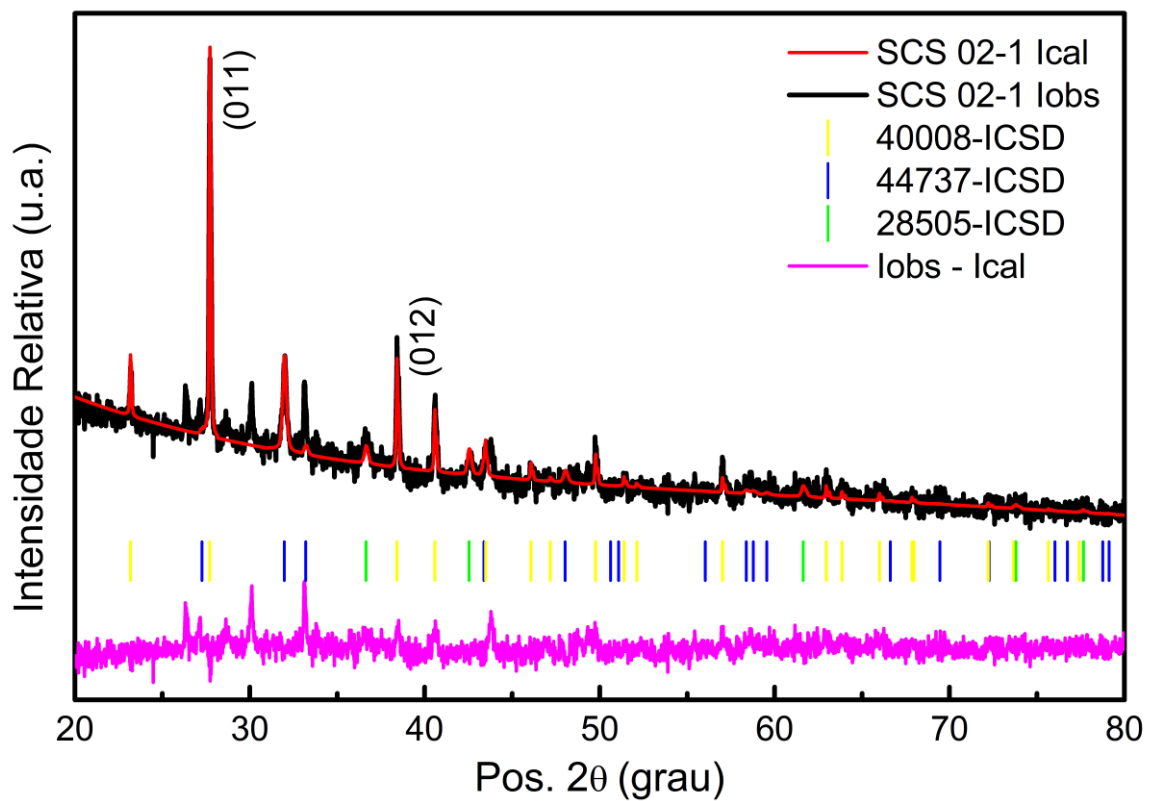
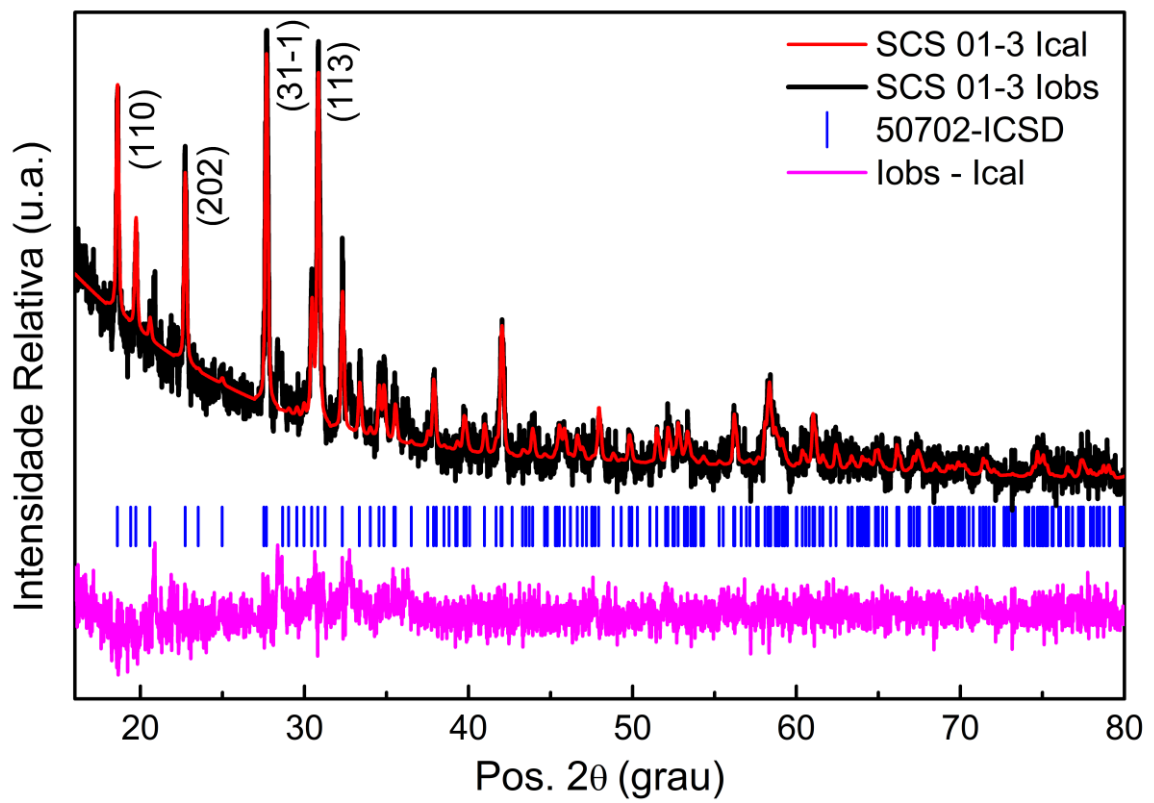


Figura 39 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 01-3 e SCS 02-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

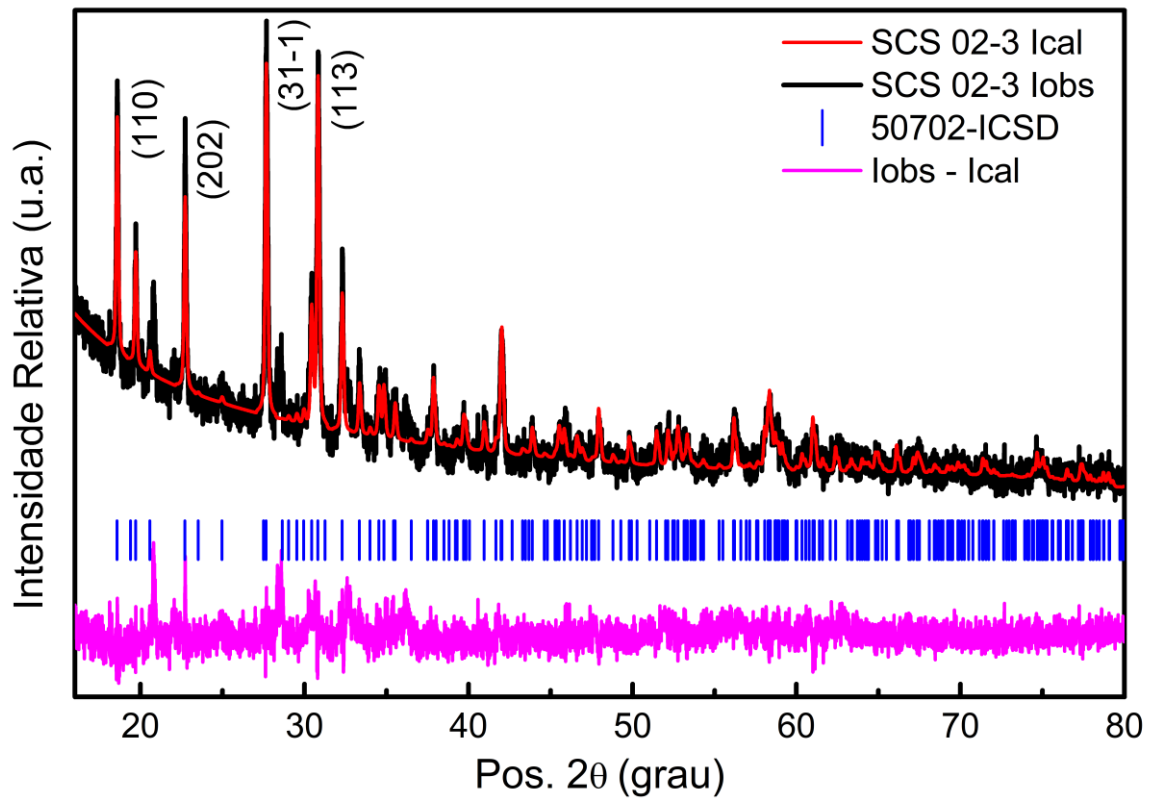
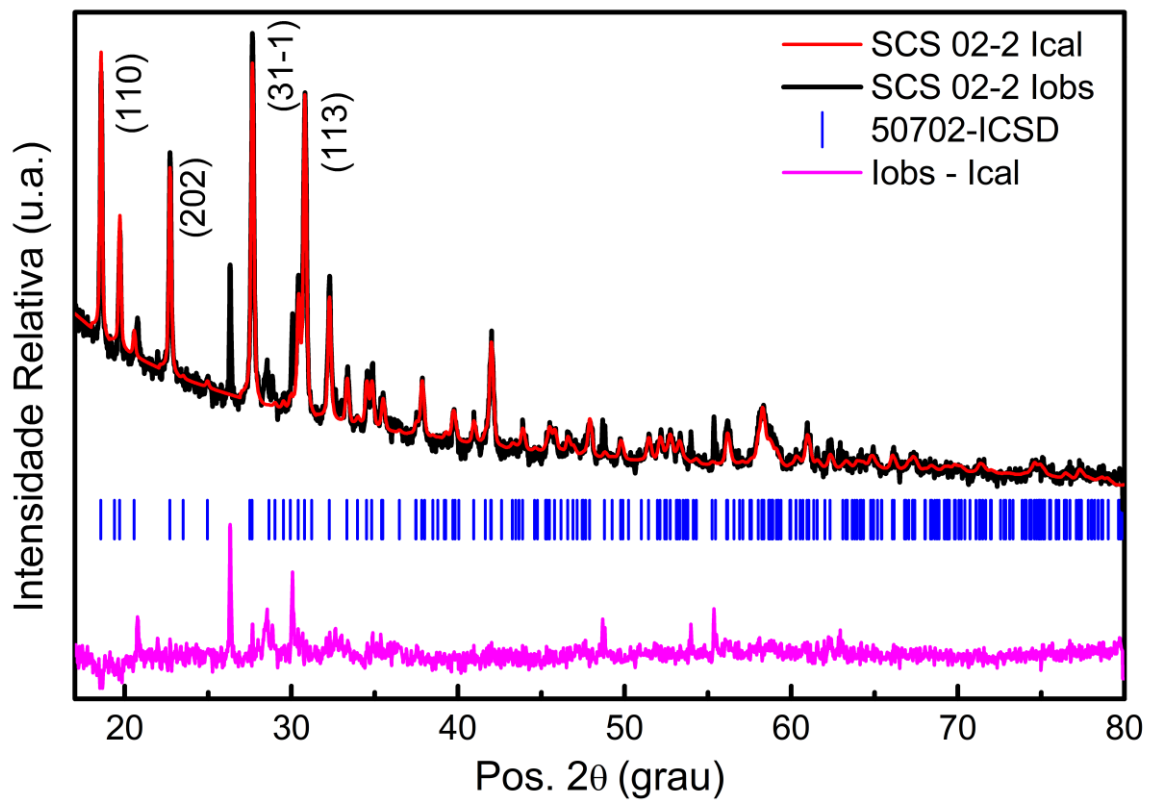


Figura 40 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 02-2 e SCS 02-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

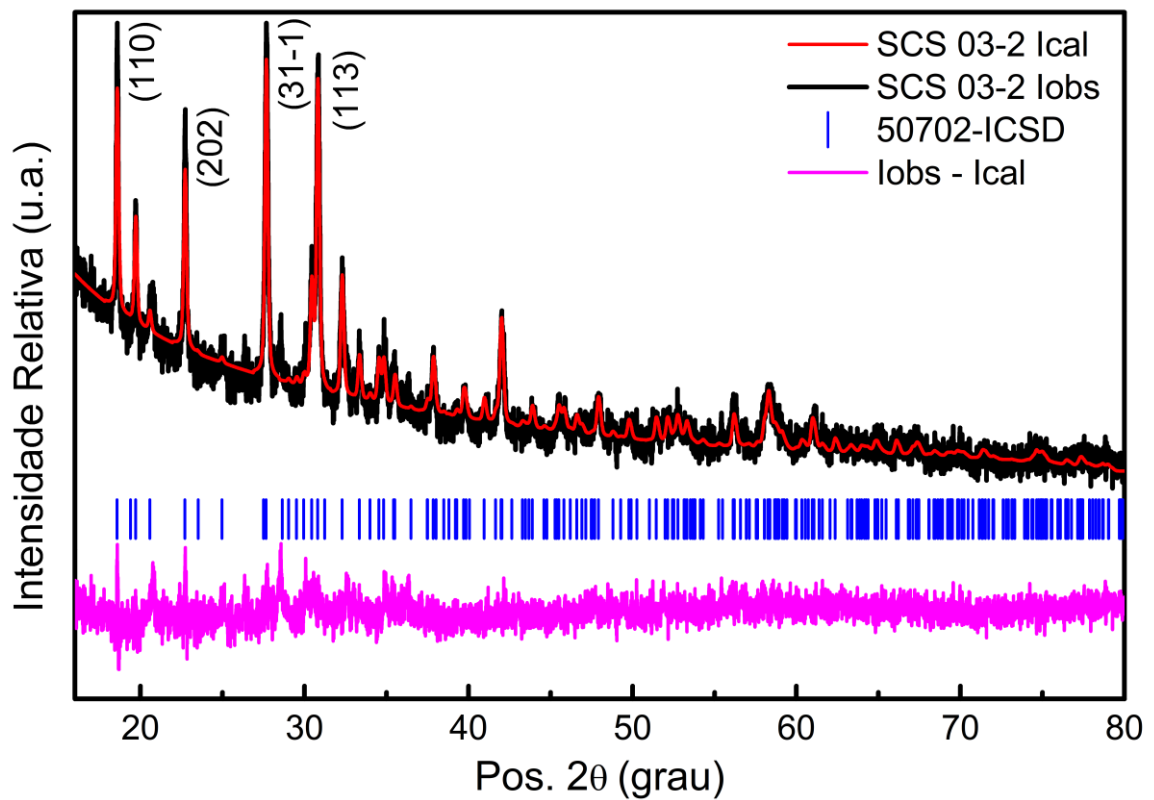
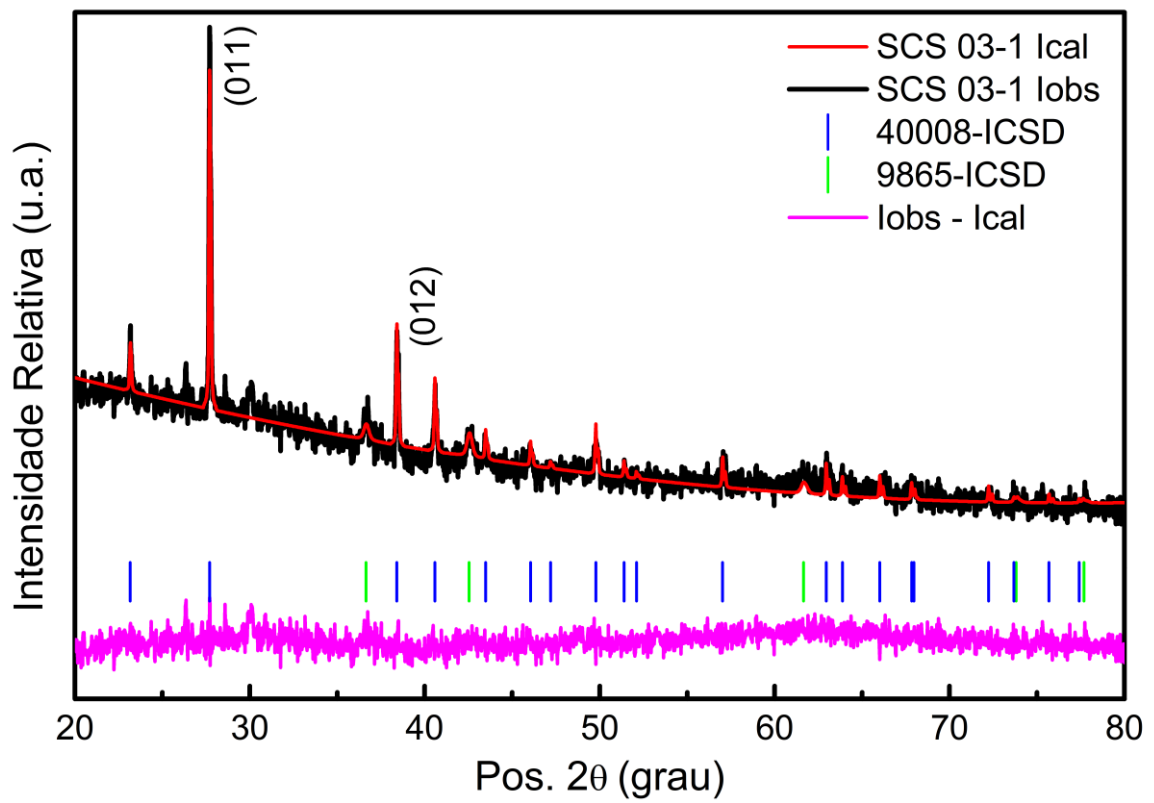


Figura 41 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 03-1 e SCS 03-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

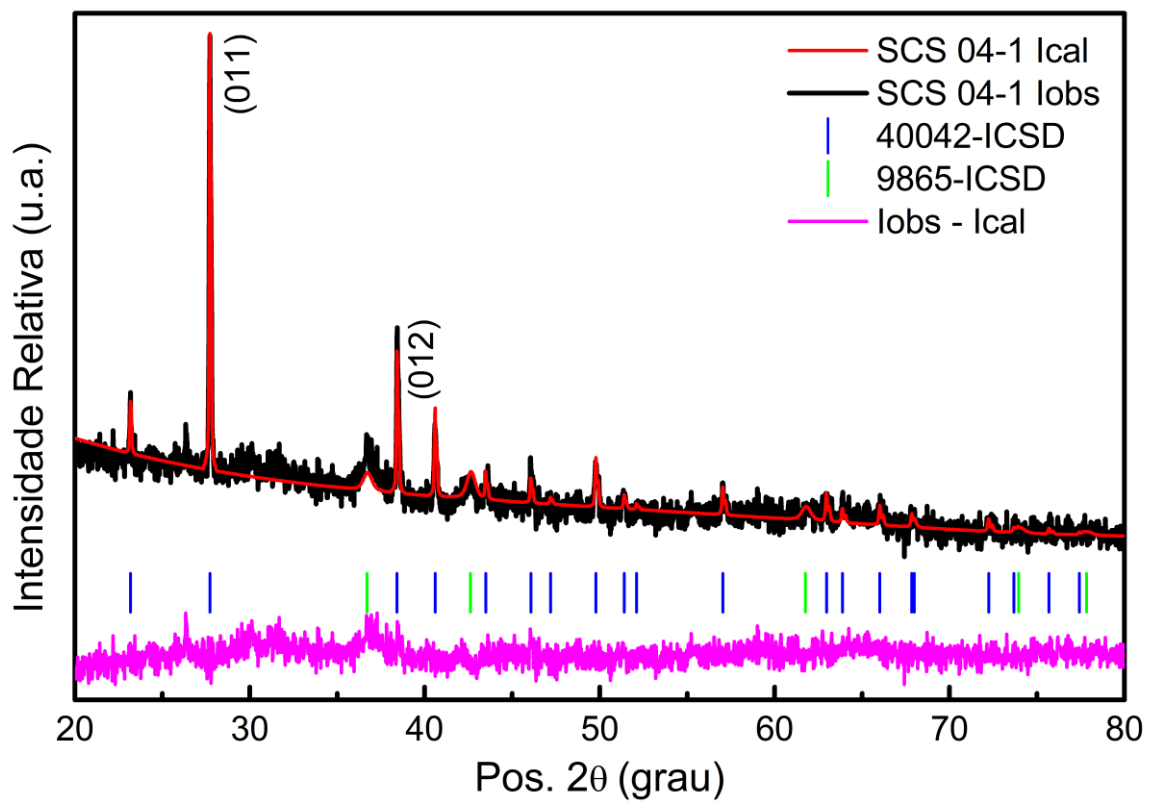
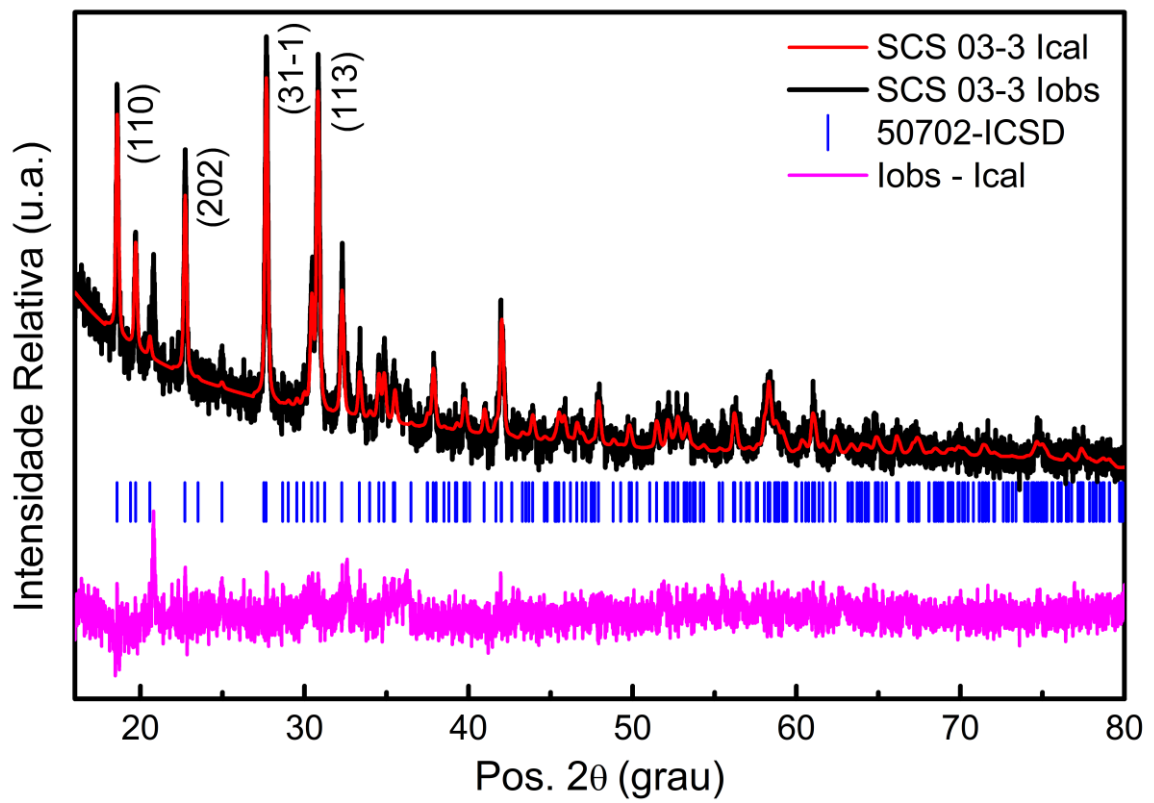


Figura 42 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 03-3 e SCS 04-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

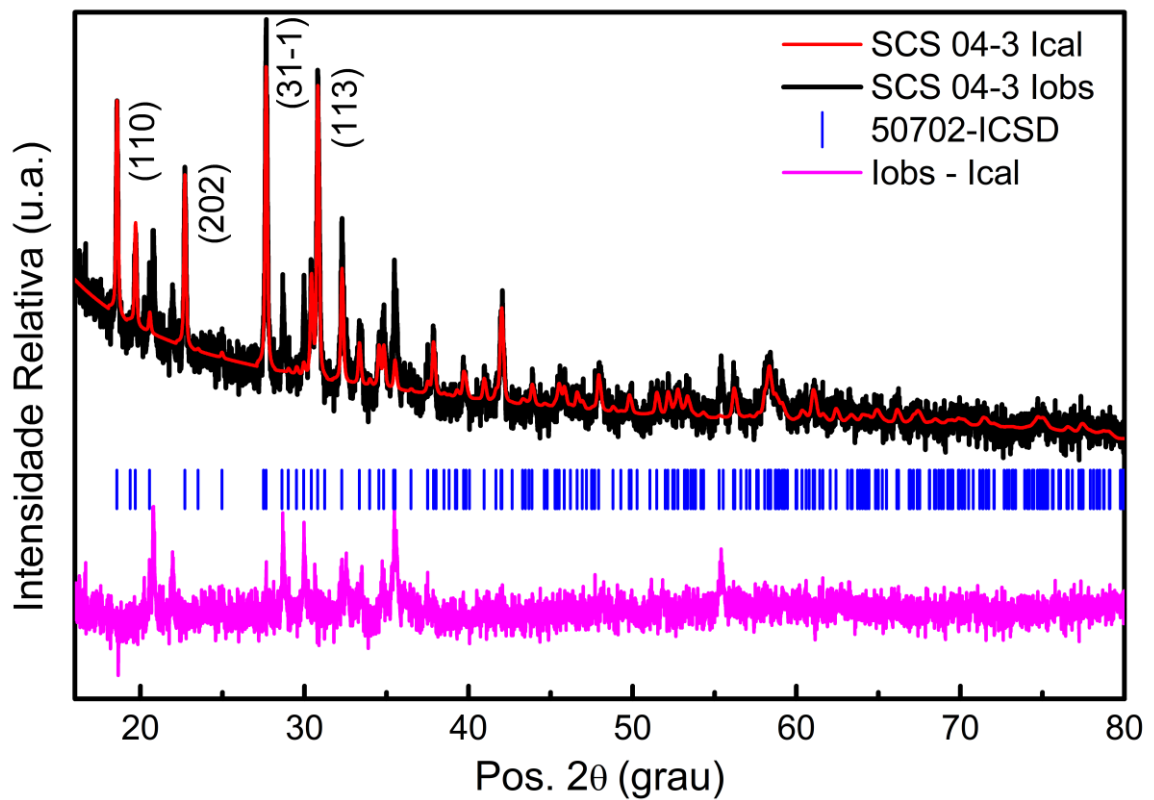
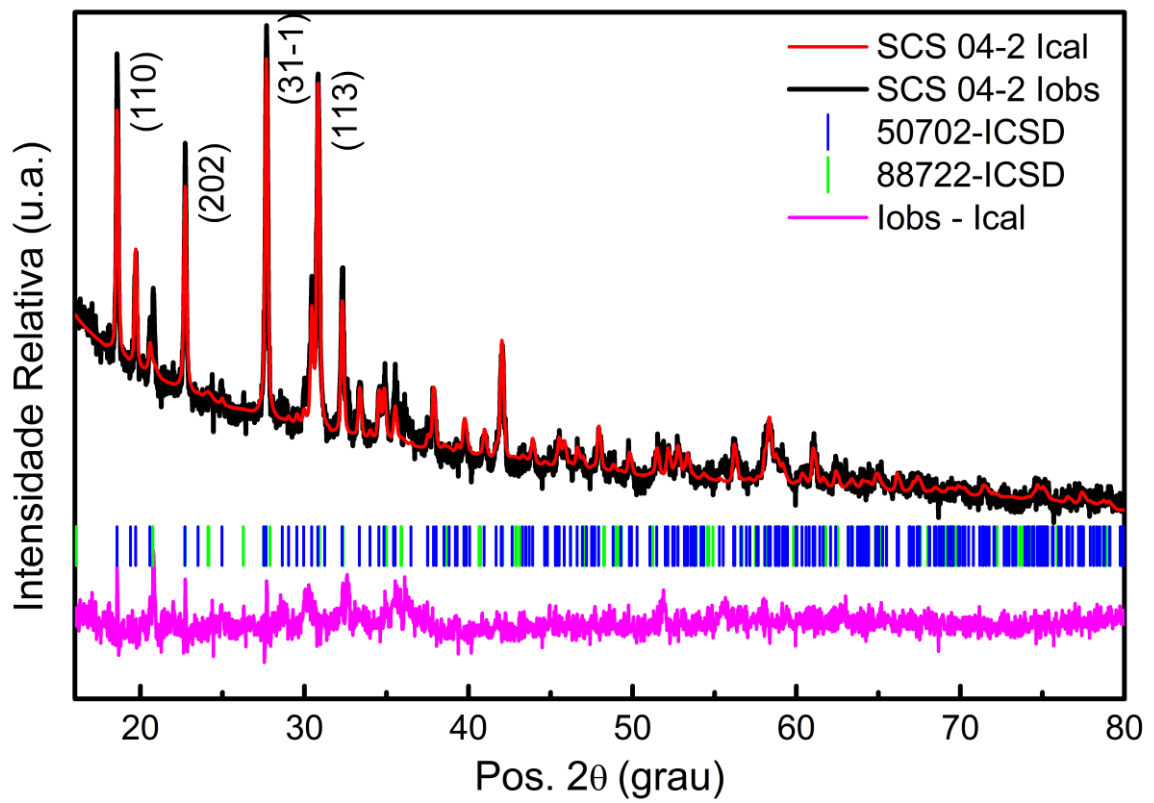


Figura 43 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 04-2 e SCS 04-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

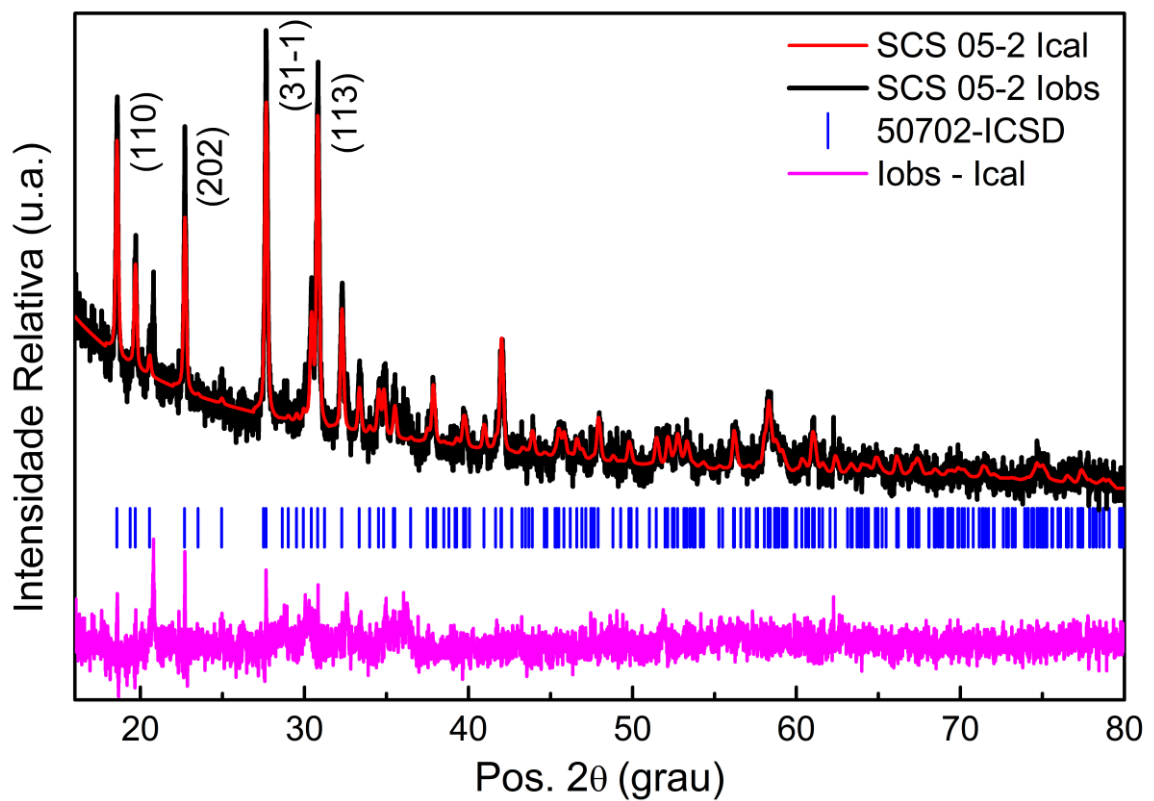
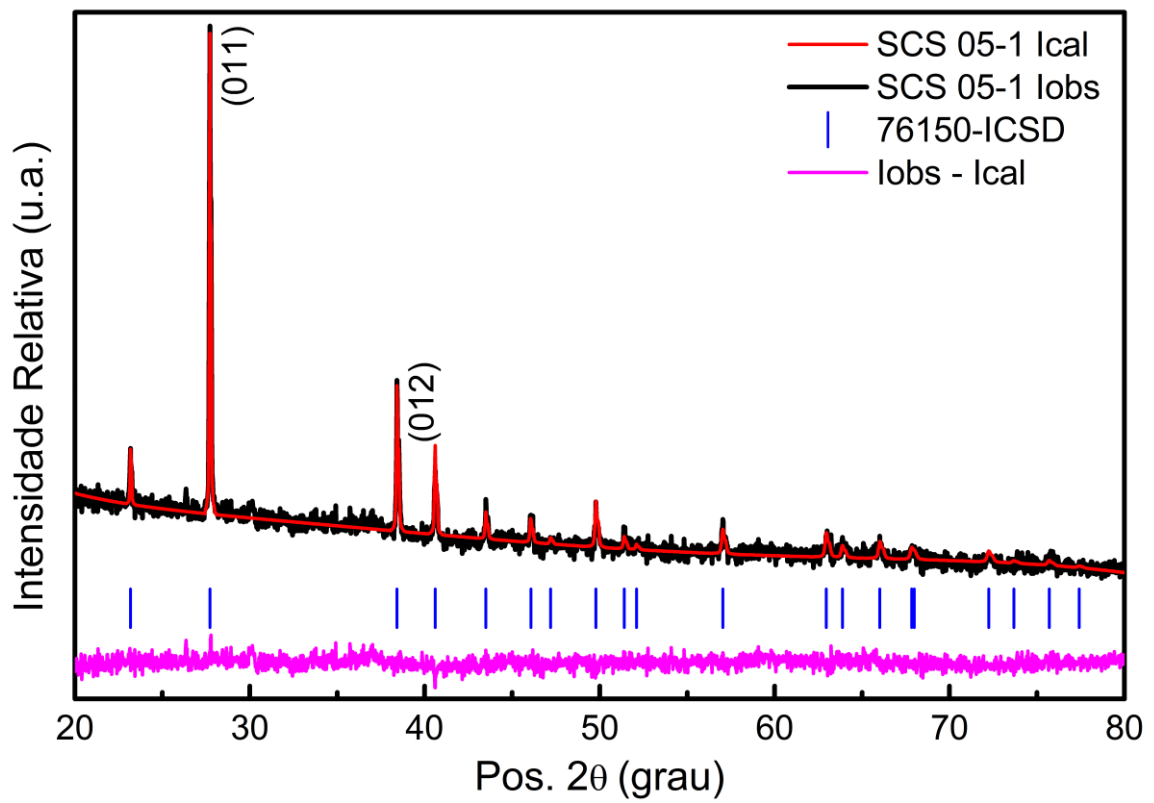


Figura 44 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 05-1 e SCS 05-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

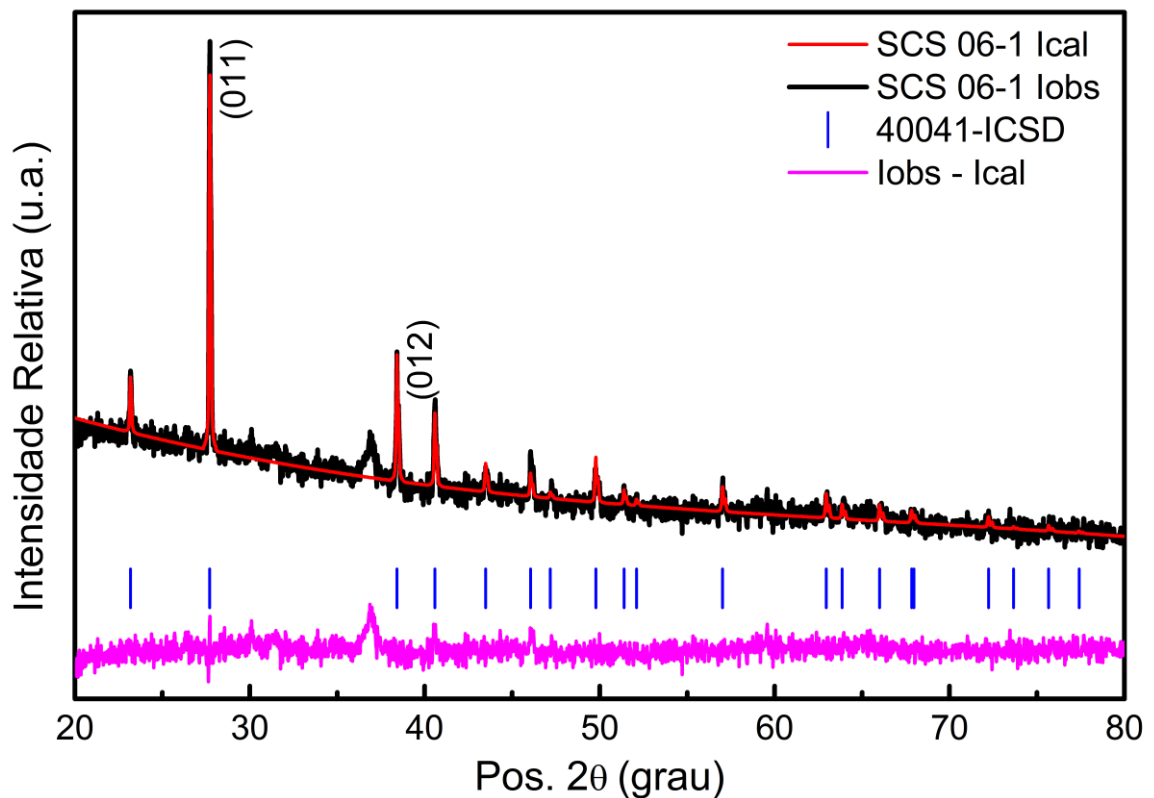
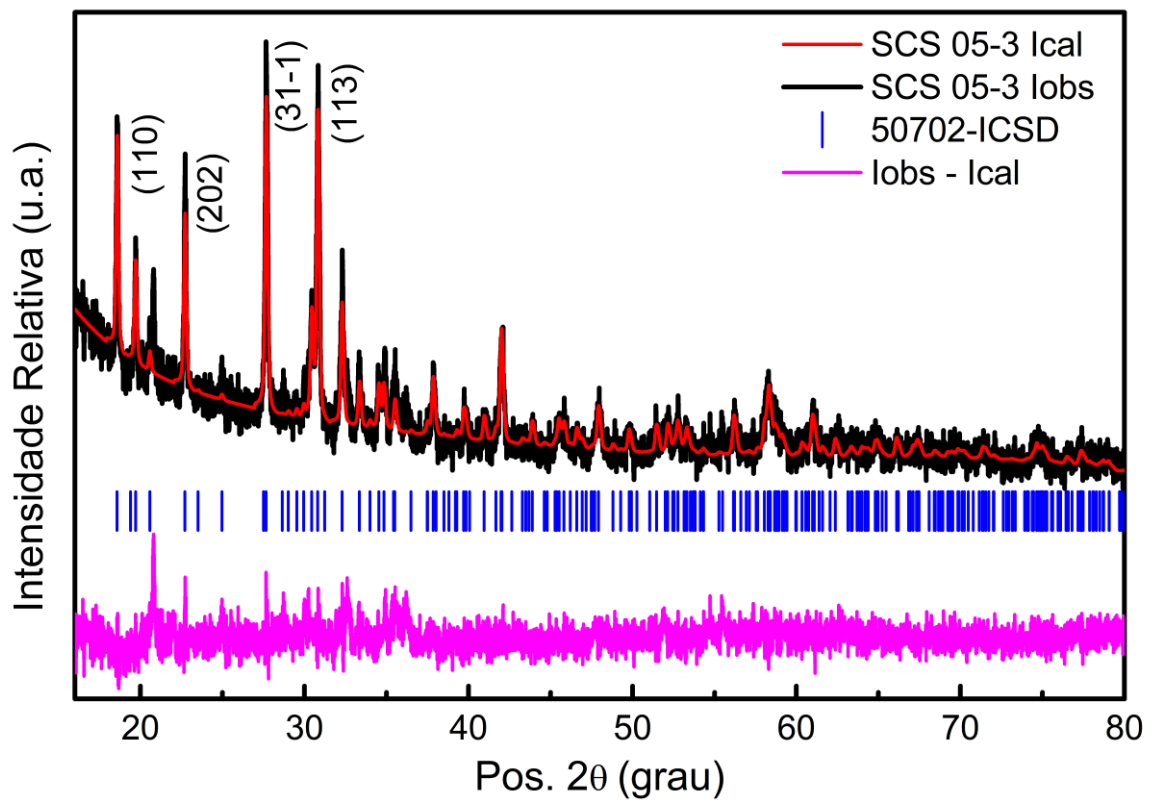


Figura 45 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 05-3 e SCS 06-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

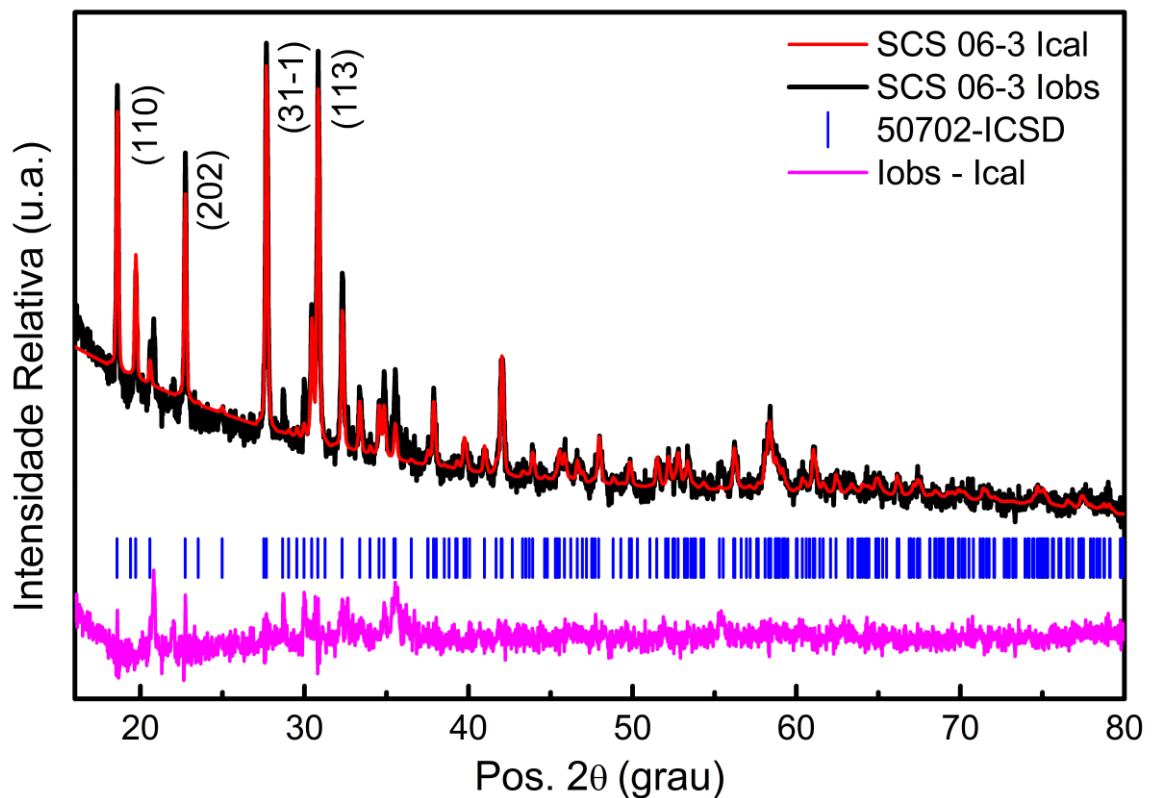
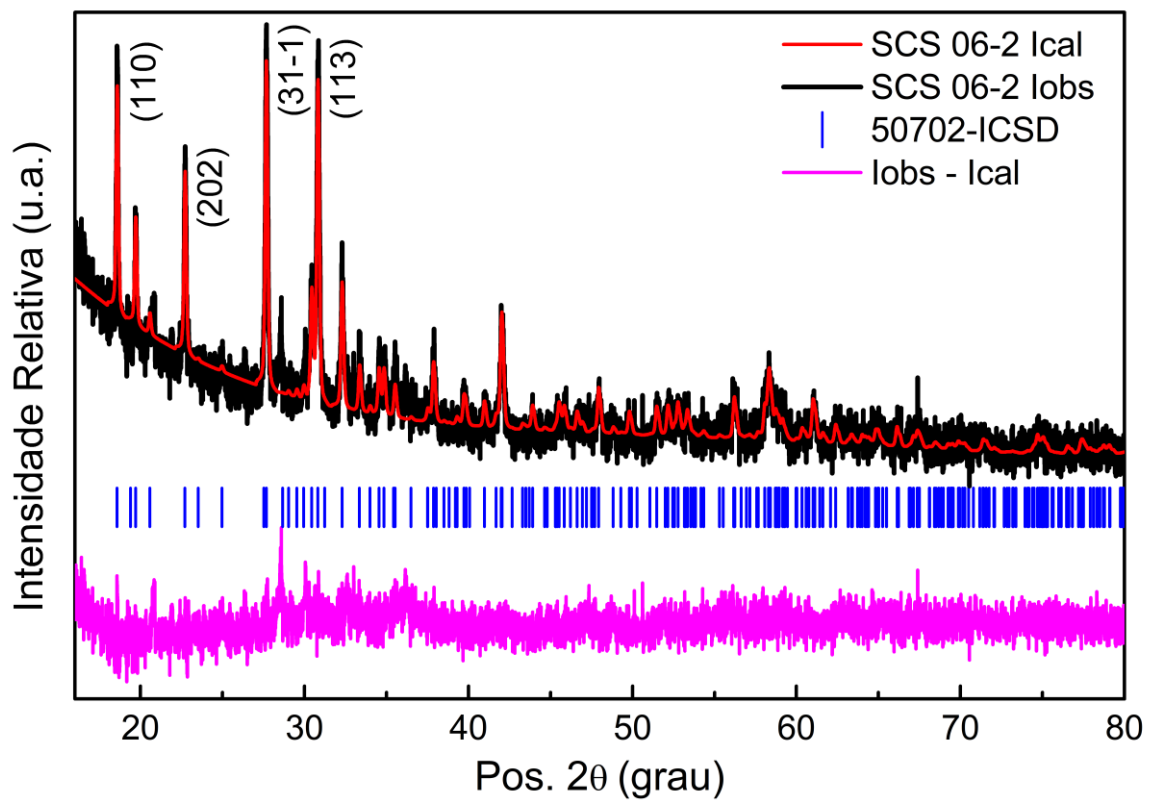


Figura 46 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 06-2 e SCS 06-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

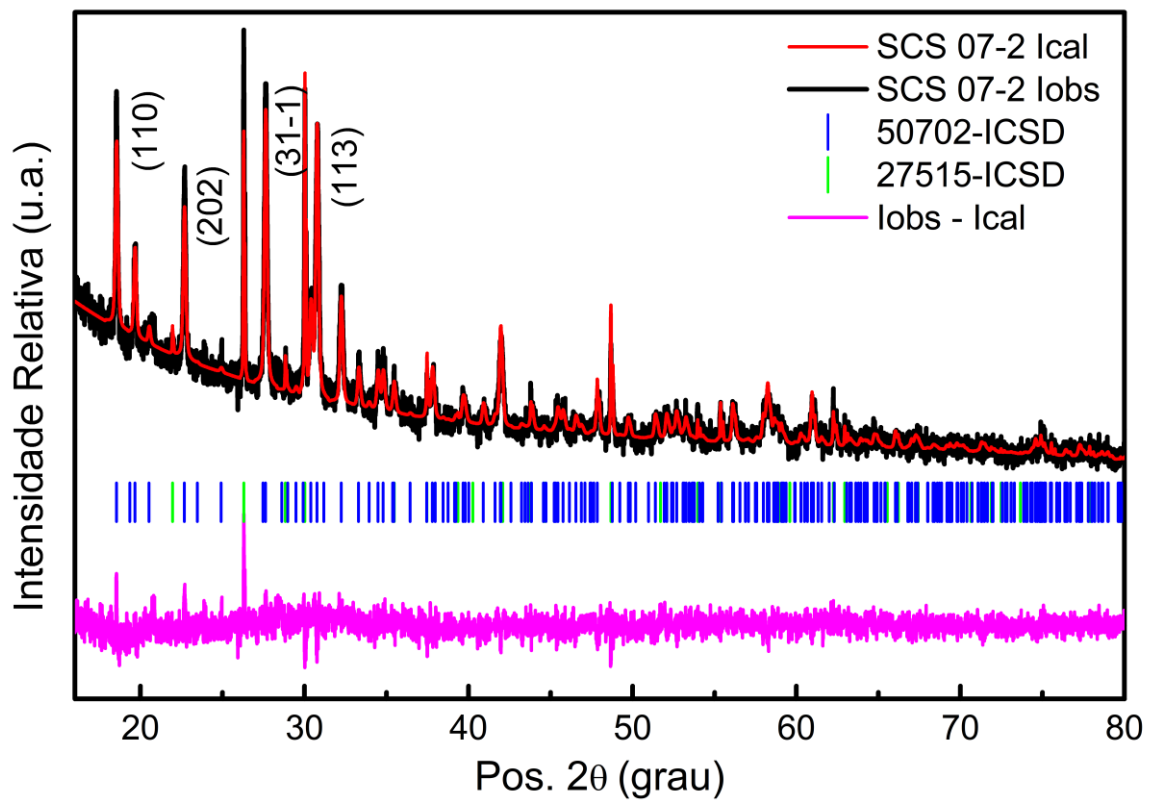
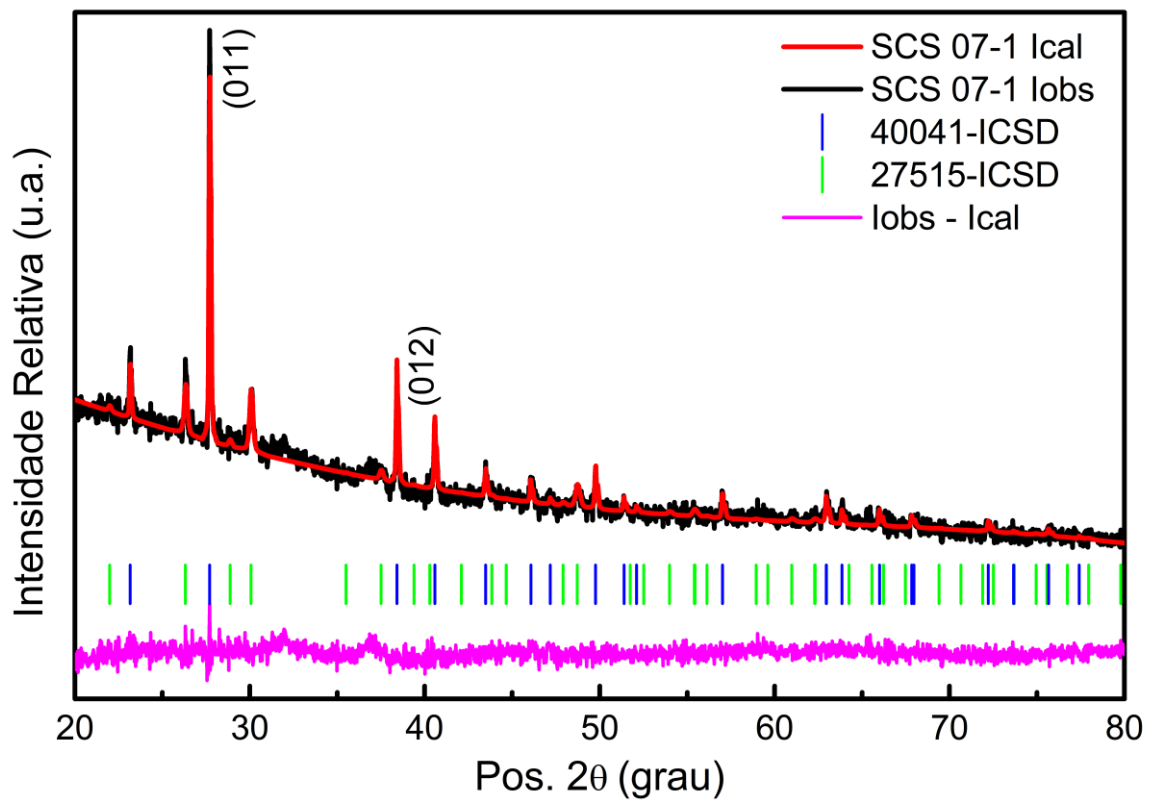


Figura 47 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 07-1 e SCS 07-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

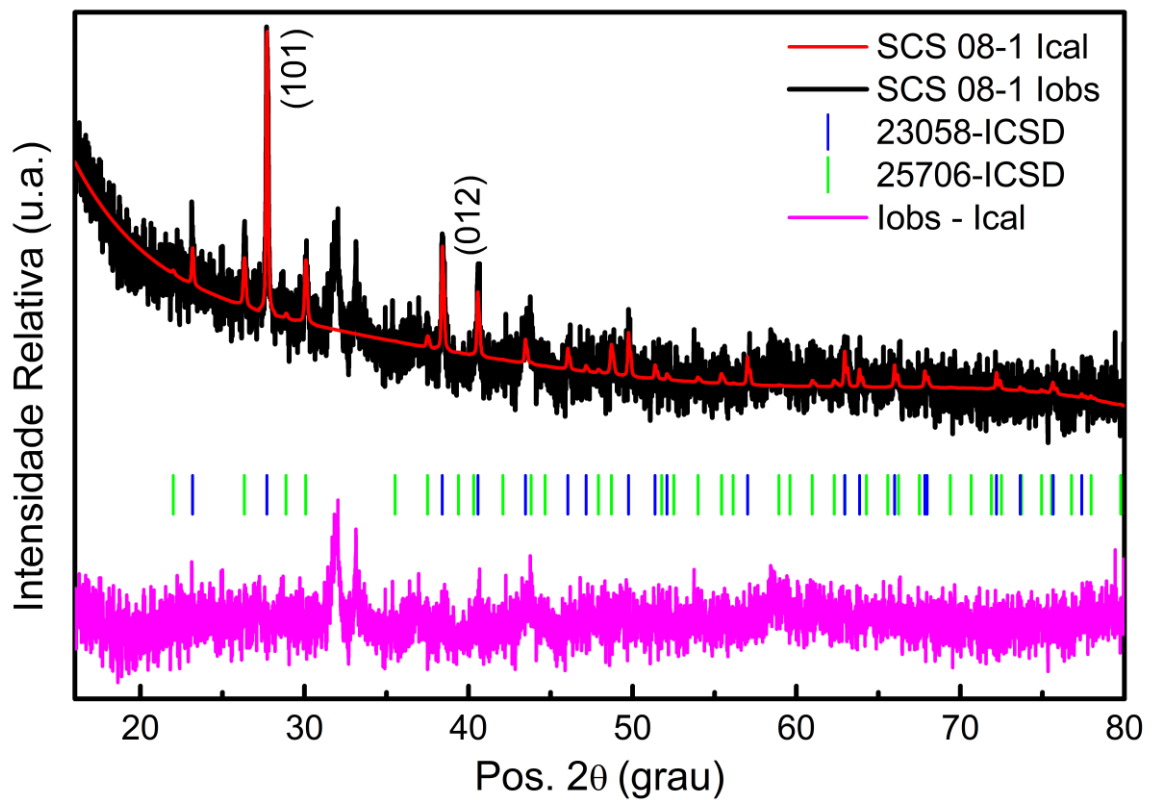
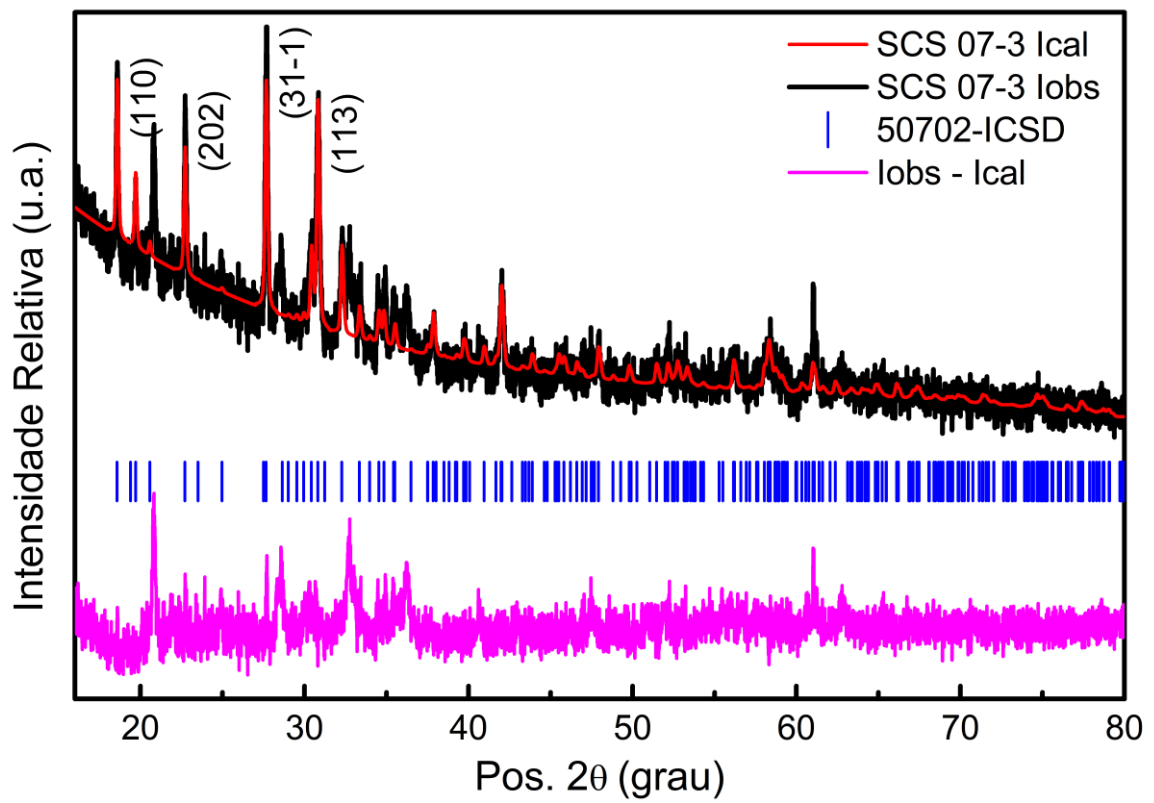


Figura 48 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 07-3 e SCS 08-1, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

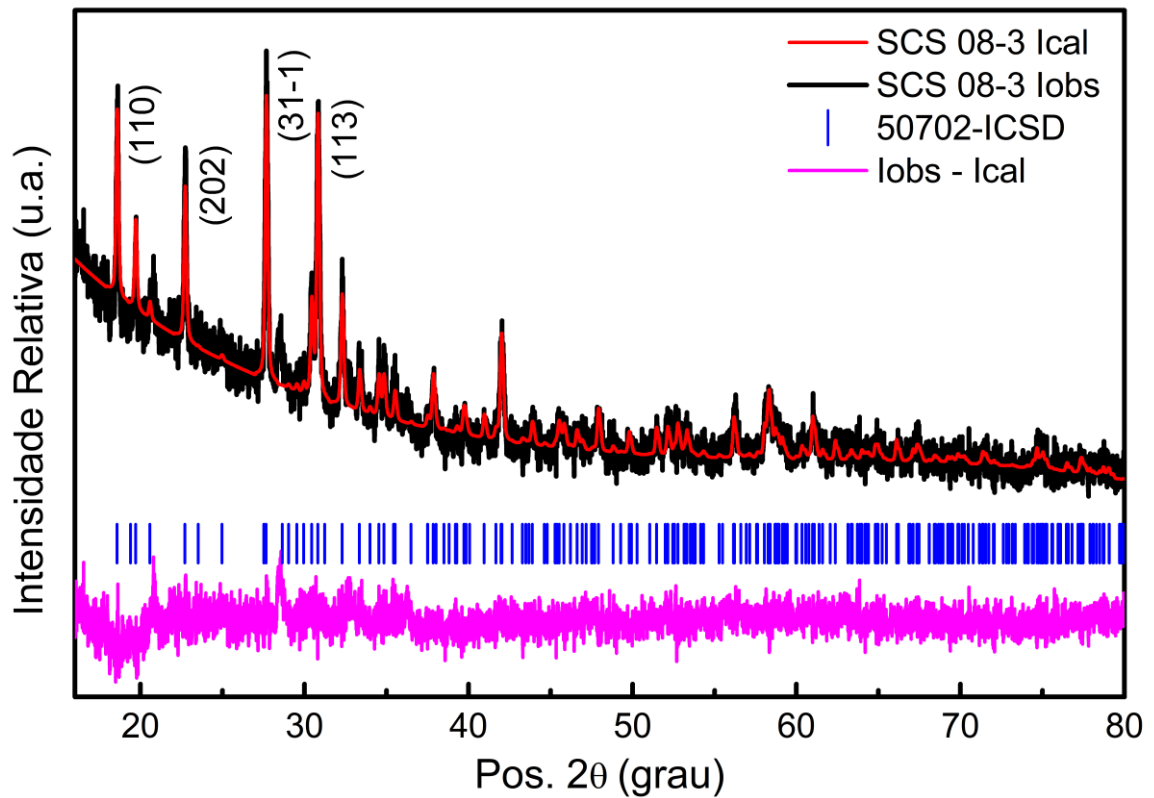
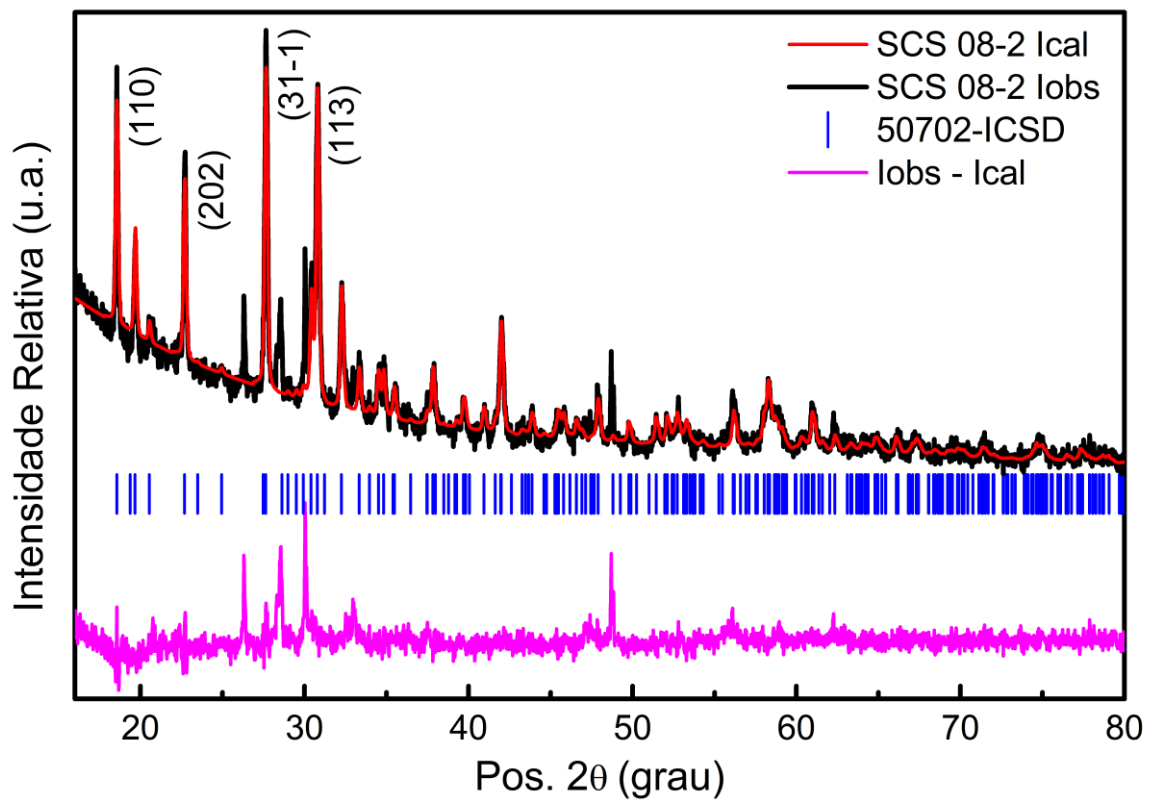


Figura 49 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 08-2 e SCS 08-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

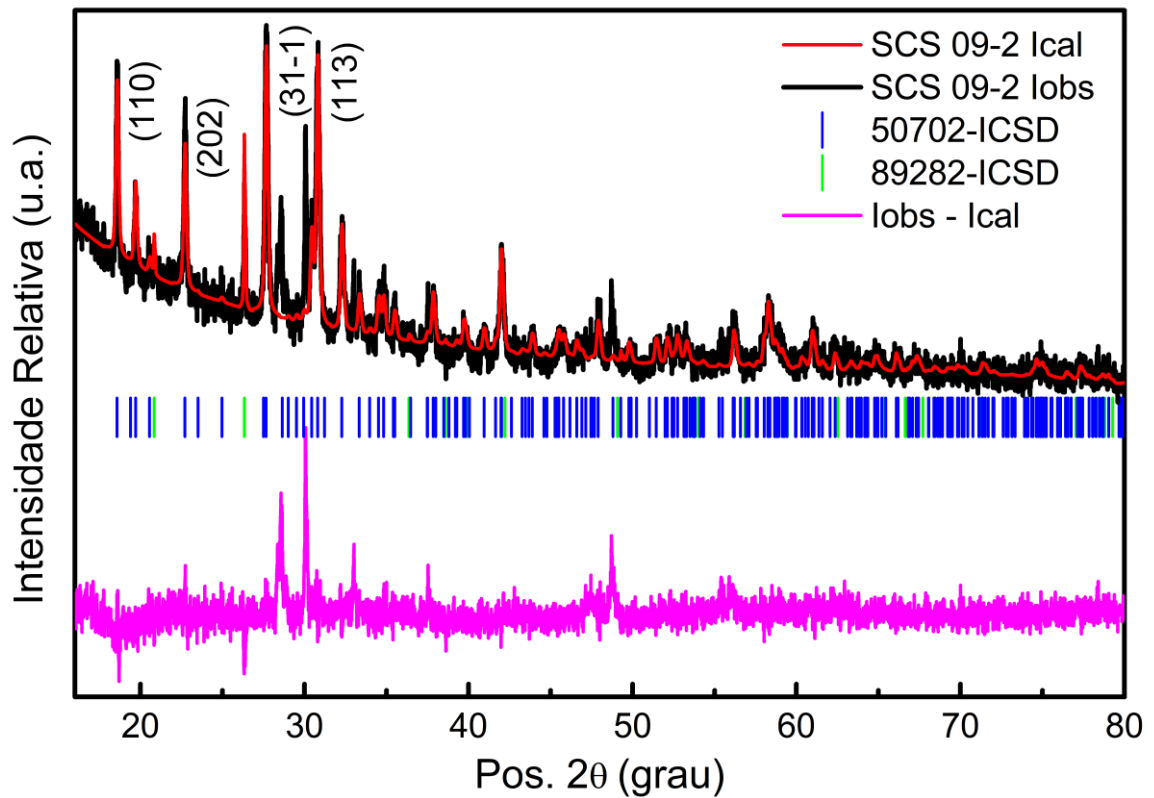
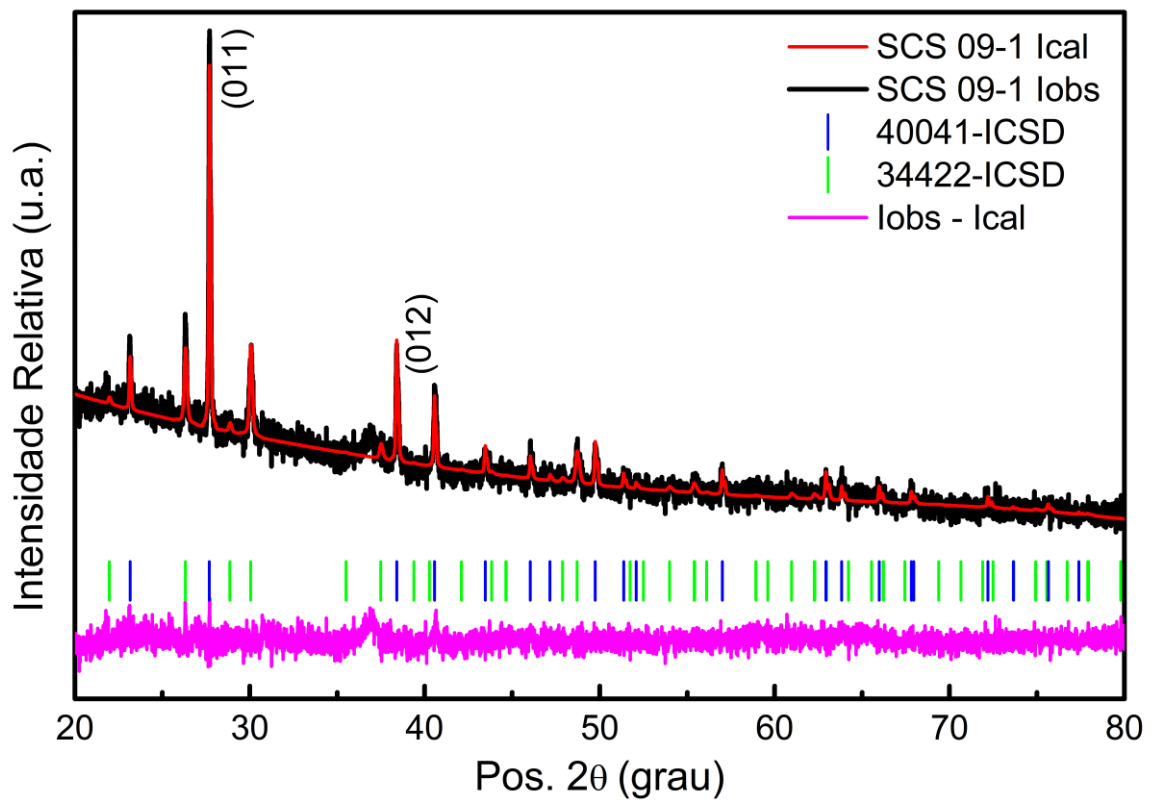


Figura 50 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld das amostras SCS 09-1 e SCS 09-2, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

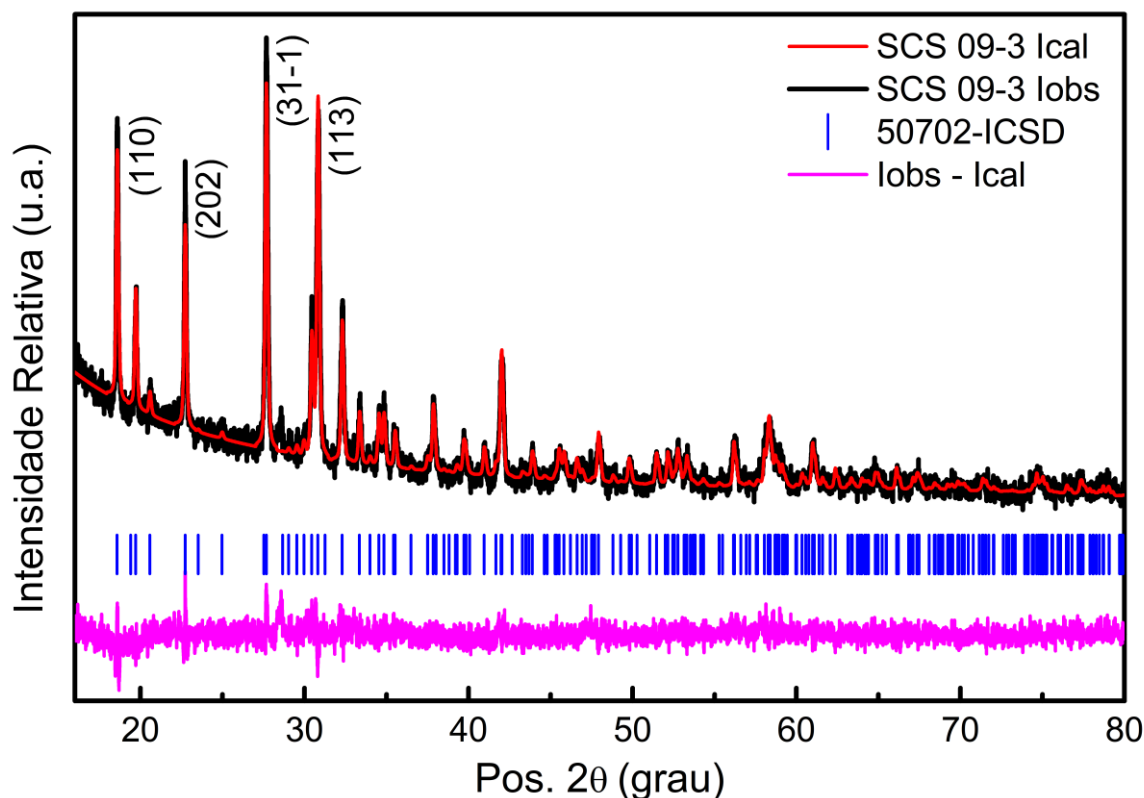


Figura 51 - Representação gráfica dos padrões de DRX refinado pelo método de Rietveld da amostra SCS 09-3, identificação das fases com os códigos ICSD, as intensidades observadas (lobs) e calculadas (lcal) e o parâmetro residual (lobs - lcal).

Na Tabela 3 apresentamos os parâmetros de redes e o volume das células unitárias, o conjunto de amostras selecionadas para coletar dos dados foram as amostras sintetizadas e calcinadas em temperatura de 650 °C.

Tabela 3 - Parâmetros de rede (a, b, c) e volume (Vol.) do conjunto de amostras sintetizadas e calcinadas em temperatura de 650 °C, obtidos do refinamento dos dados de DRX medidos a temperatura ambiente.

Nº	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Vol. (Å ³)
50702-ICSD	12,690(1)	5,211(2)	11,632(2)	759,770
SCS 01-3	12,673	5,210	11,639	759,080
SCS 02-3	12,675	5,211	11,639	759,280
SCS 03-3	12,669	5,213	11,645	759,467
SCS 04-3	12,669(3)	5,208(1)	11,635(3)	758,163
SCS 05-3	12,673	5,213	11,642	759,606
SCS 06-3	12,669	5,209	11,635	758,395
SCS 07-3	12,674	5,211	11,642	759,408
SCS 08-3	12,673(1)	5,212(6)	11,642(1)	759,514
SCS 09-3	12,675(8)	5,213(3)	11,642(7)	759,774

Tabela 4 - Informações de dados coletados a partir do refinamento de Rietveld dos padrões de difrações das amostras sintetizadas como: nomenclaturas, fórmula molecular, porcentagem e o códigos ICDD das fases encontradas, largura à meia altura do pico mais intenso (FWHM), Diâmetro médio (nm) das nanopartículas usando a equação de Scherrer e os índices do ajuste do refinamento Rwp e Rp.

Nº	Formula	%	Cod	FWMH	Diâmetro(nm)	Rwp	Rp
SCS 01-1	Te	59,2	40041	0,1333	61,4	3,90787	3,07973
	Co ₄ O ₄	27,8	9865				
	Co _{1,11} Te ₂	13	44737				
SCS 01-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	91,4	50702	0,1941	42,2	5,73368	4,44875
	Si _{2,64} O _{5,28}	8,6	9482				
SCS 01-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1692	48,7	6,15578	4,88208
SCS 02-1	Te	48,2	40008	0,0913	89,7	4,32181	3,32647
	Co ₄ O ₄	16,3	28505				
	Co _{1,11} Te ₂	35,6	44737				
SCS 02-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1788	45,8	4,65328	3,25738
SCS 02-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1445	57,8	5,89150	4,56384
SCS 03-1	Te	77,5	40008	0,0878	93,2	4,74124	3,55536
	Co ₄ O ₄	22,3	9865				
	Si ₃ O ₆	0,2	16331				
SCS 03-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1939	42,22	5,46133	4,31438
SCS 03-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1926	42,05	5,51034	4,30219
SCS 04-1	Te	51,2	40042	0,0828	98,8	3,30529	2,59952
	Co ₄ O ₄	48,8	9865				
SCS 04-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	85,5	50702	0,1743	46,7	4,00516	3,10374
	CoO ₂	14,5	88722				
SCS 04-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1349	60,6	5,73590	4,32604
SCS 05-1	Te	100	76150	0,0660	124	2,93194	2,33205
SCS 05-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1815	45,1	5,32572	4,14130
SCS 05-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1718	47,6	5,49928	4,29317
SCS 06-1	Te	100	40041	0,0869	94,2	3,36396	2,62172
SCS 06-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1522	53,7	5,45658	4,33940
SCS 06-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1501	54,5	4,85206	3,73560
SCS 07-1	Te	66,2	40041	0,0948	86,3	3,77293	3,01033
	Te ₄ O ₈	33,8	27515				
SCS 07-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	15,9	50702	0,0523	84,5	5,71465	4,52780
	Te ₄ O ₈	84,1	27515				
SCS 07-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1646	49,7	6,35111	4,88400
SCS 08-1	Te	69	23058	0,1183	69,2	5,30460	5,44016
	Te ₄ O ₈	31	25706				
SCS 08-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1912	42,8	5,90091	4,18101
SCS 08-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1678	49,1	6,01842	6,03799
SCS 09-1	Te	60,6	40041	0,0936	87,4	4,33487	3,43874
	Te ₄ O ₈	39,4	34422				
SCS 09-2	Co ₈ (Si ₄ O ₁₁) ₂ Te ₁₂	75,3	50702	0,1991	41,4	7,26282	5,71370
	Si ₃ O ₆	24,7	89282				
SCS 09-3	Co ₈ (Si ₄ O ₁₂) ₂ Te ₁₂	100	50702	0,1579	51,8	5,74075	5,74231

Por meio dos resultados obtidos e postos na Tabela 3 e 4 foi possível avaliar as principais características do conjunto de amostra em suas diferentes estratégias de sínteses. Através do refinamento dos dados de DRX observamos o comportamento das fases presentes, onde detectamos nas amostras que foram preparadas sem o processo de calcinação múltiplas fases e à medida que realizávamos o processo de calcinação diminuía os números de fases até a estabilização em fase únicas.

Com o levantamento das larguras a meia altura dos picos mais intensos, e utilizando o método de Scherrer estimamos o diâmetro médio dos cristalitos das amostras podendo ser observados na Tabela 4. Relacionando esses dados com as estratégias de sínteses podemos sugerir que as amostras de fase únicas com relação combustível-oxidante (+25% de Catalisador) na fração molar $Co_xSi_yTe_z$; $x=2$, $y=1$, $z=1$ apresentaram um menor diâmetro sendo de aproximadamente de 47,6 nm, essa amostra ainda apresenta os melhores índices do ajuste do refinamento.

Considerando o $Co_xSi_yTe_z$ uma nova estrutura, os estudos cristalográficos foram realizados através de estruturas similares ou isoestruturais, onde foram coletados os principais parâmetros cristalográficos das amostras sintetizadas e calcinadas em temperaturas de 650 °C, sendo observadas na Tabela 3. A estrutura $Co_8Te_{12}O_{32}$ (ICDD-50702), foi a que apresentou características cristalográficas similares ao do nanocompósito sintetizado. Como não há na literatura uma estrutura ternário $Co_xSi_yTe_z$ fica caracterizado pelos dados obtidos em ICC-50702 que o átomo de silício possivelmente assume as posições do átomo de oxigênio dentro da célula unitária, assumindo a seguinte formula molecular $Co_8(Si_4O_{12})_2Te_{12}$ baseado nos padrões cristalográficos do Co, Si e Te [99-101].

Através da análise do refinamento dos dados é plausível admitir que a partir dessa estrutura parte dos elementos de oxigênio se confundam com os elementos de silício. Essas informações podem ser observadas na variação dos parâmetros de rede e volume da célula unitária em relação a estrutura padrão, bem como os dados de EDS que identifica a presença dos elementos oxigênio e silícios nas amostras sintetizadas. Na Figura 48 segue a ilustração da estrutura da célula unitária utilizada com referência para o refinamento Rietveld.

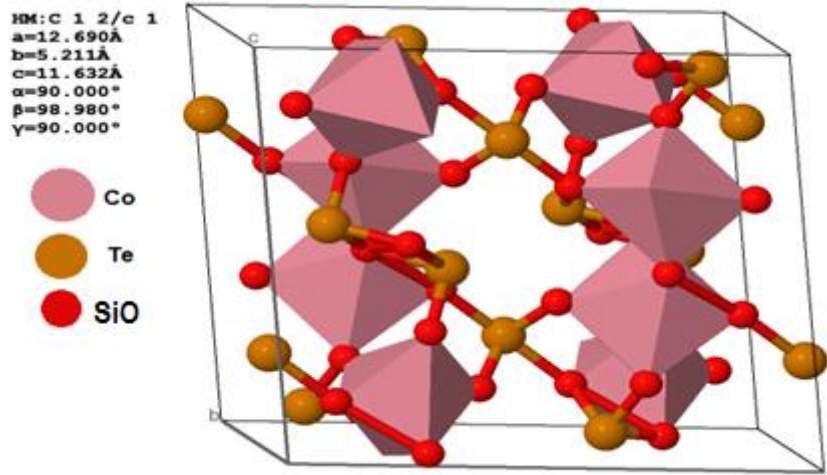


Figura 52 - Representação esquemática de uma célula unitária da estrutura $Co_8Te_{12}O_{32}$ [87] e que representa a fórmula molecular $Co_8(Si_4O_{12})_2Te_{12}$ [99-101].

7.2.5 Análise termogravimétrica (TGA-DTG)

O conjunto de amostra analisadas correspondem as que foram sintetizadas somente no micro-ondas sem o processo de calcinação. Nas Figuras 53 a 57 estão representados os gráficos de TGA (massa% vs temperatura °C) e a DTG que representa a primeira derivada da curva termogravimétrica em relação a temperatura, com objetivo de uma análise mais precisa das temperaturas onde ocorrem os processos térmicos de desidratação e oxidação das amostras.

Através da análise dos resultados podemos observar duas regiões características, uma de redução da massa inicial na faixa de 80 a 350°C a qual está associada a desidratação e perda de compostos gasosos pela amostra, enquanto nas faixas de temperaturas 400 °C a 600 °C é observado o aumento de massa característicos do processo de oxidação corroborando com os dados de EDS e DRX.

Outra informação relevante são as pequenas variações e estabilidade das massas das amostras em torno de 550 °C e 650 °C podendo ser evidenciadas na curva DTG, essas interações podemos relacionar com o processo de transição de fases múltiplas para fase única ou a cristalização das amostras. Com relação as diferentes configurações no processo de síntese bem como as variações nas frações molares, observou-se pouca diferenciação nas etapas de transições e uma leve

alteração nas intensidades de perda e ganho de massa que estão de acordo com os resultados de EDS e DRX [68].

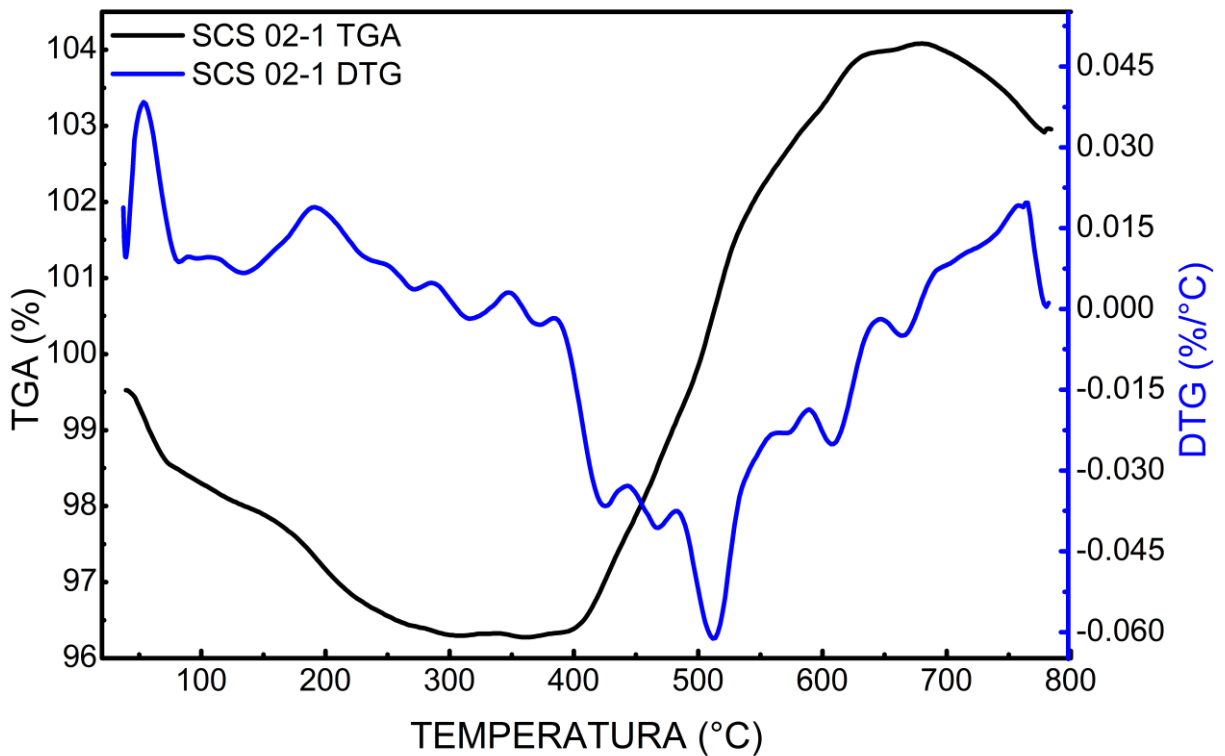
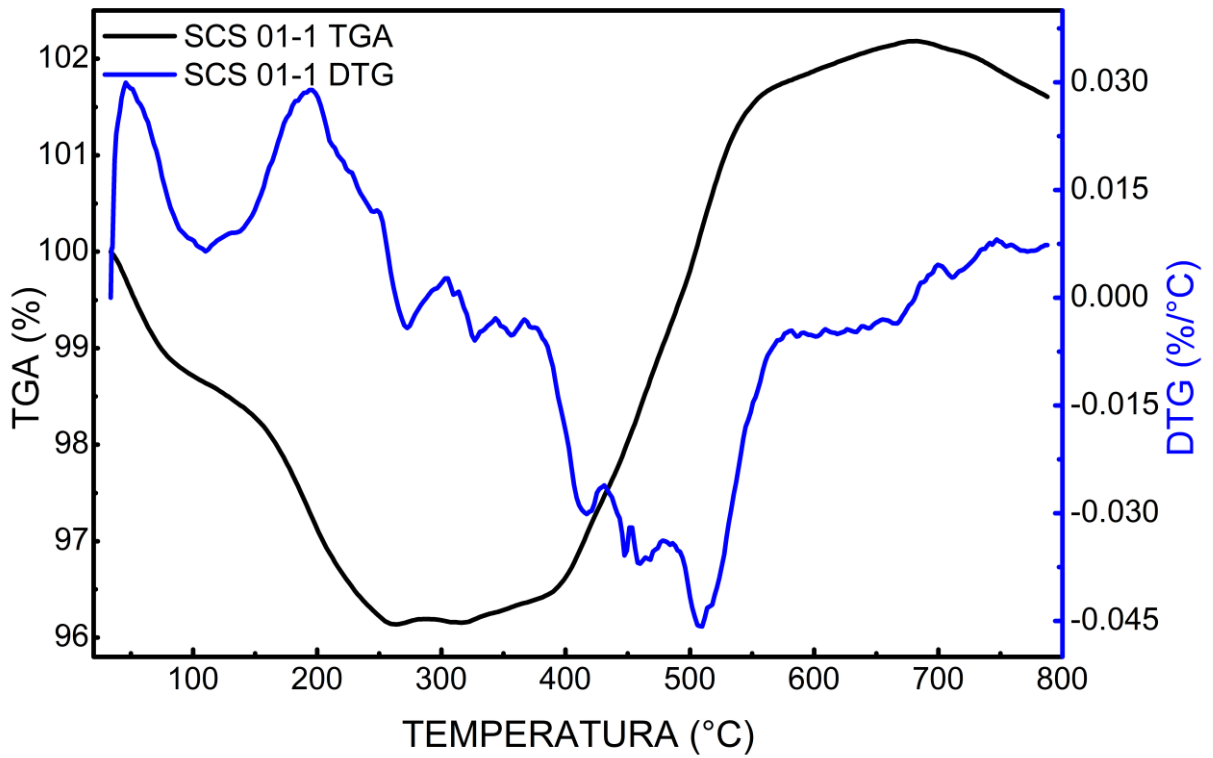


Figura 53 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 01-1 e SCS 02-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.

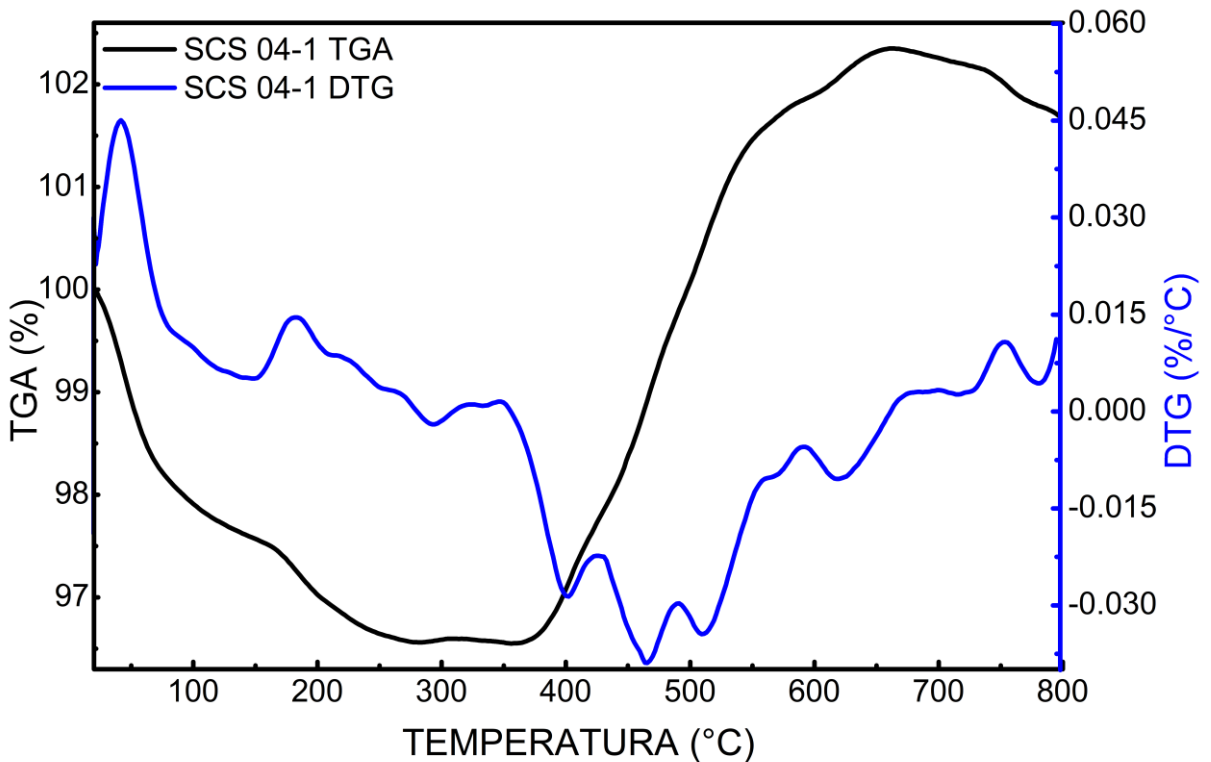
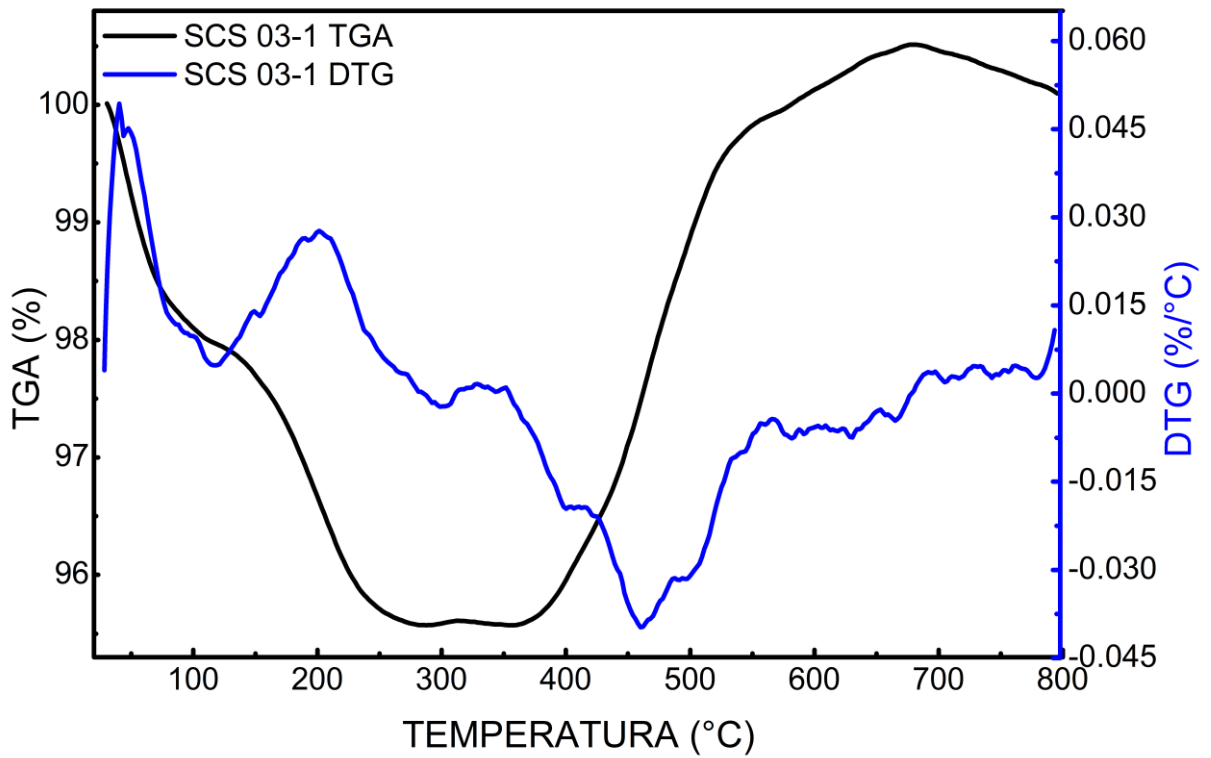


Figura 54 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 03-1 e SCS 04-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.

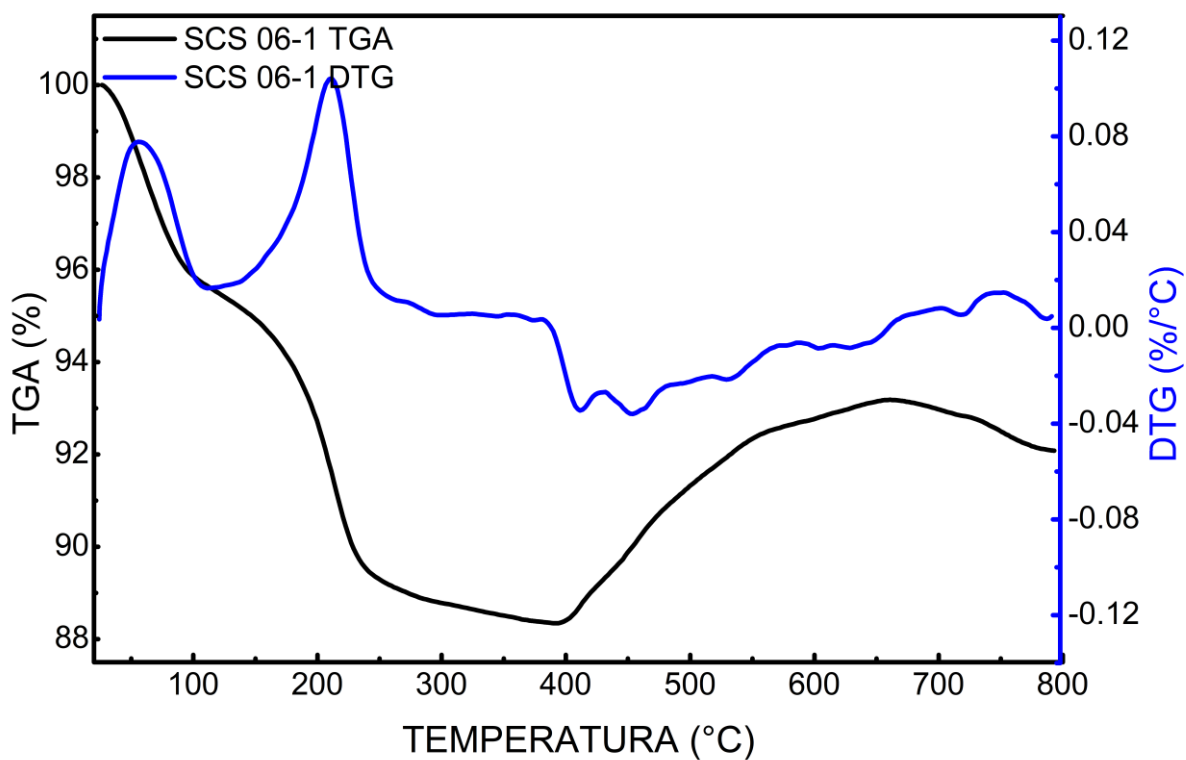
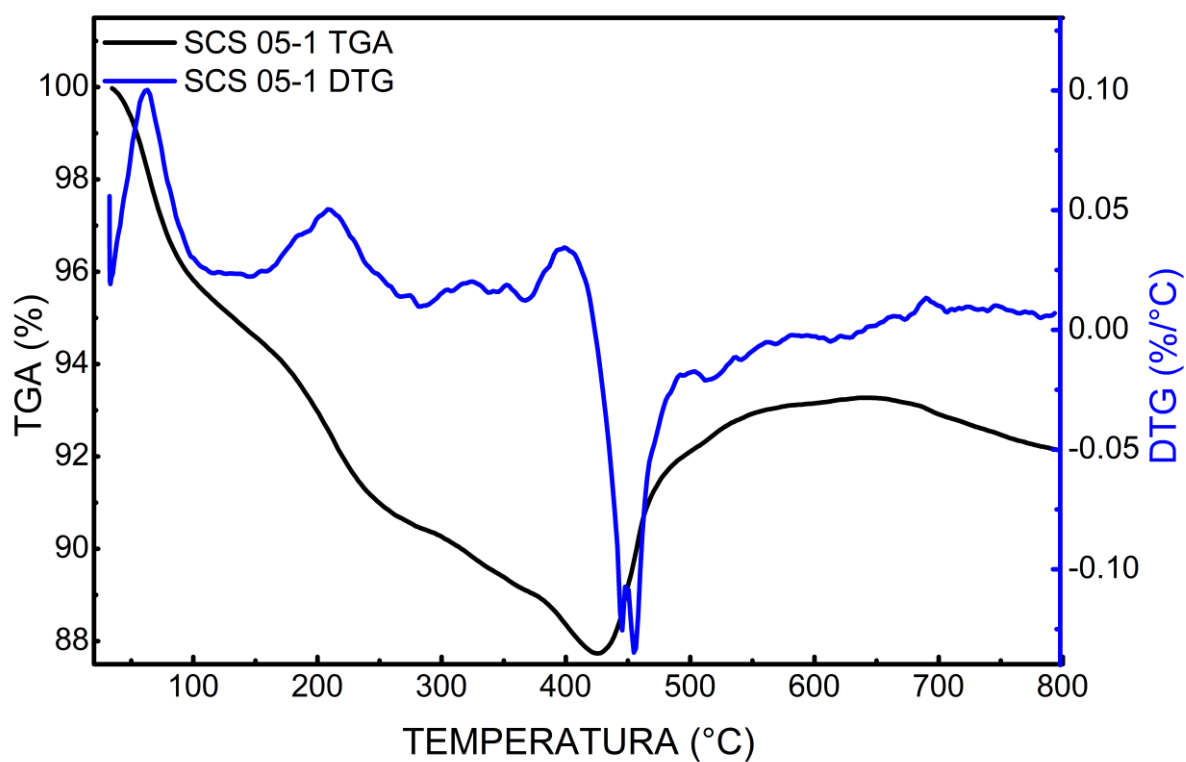


Figura 55 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 05-1 e SCS 06-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.

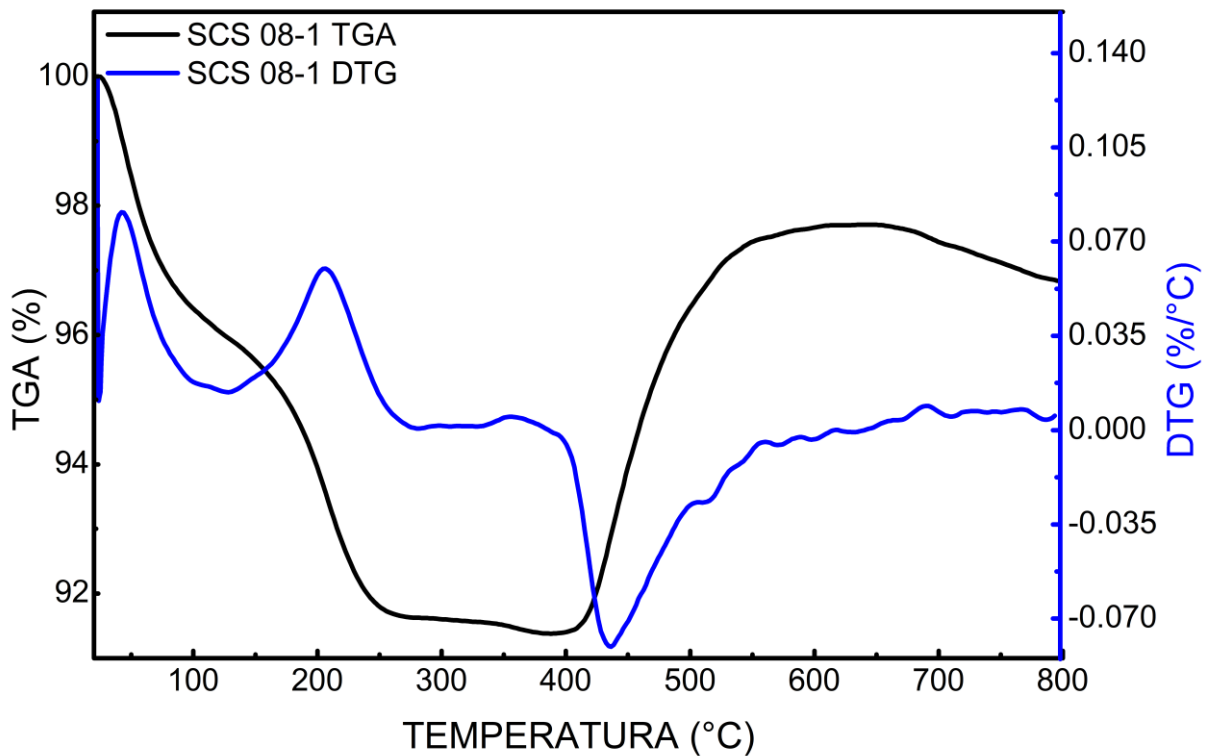
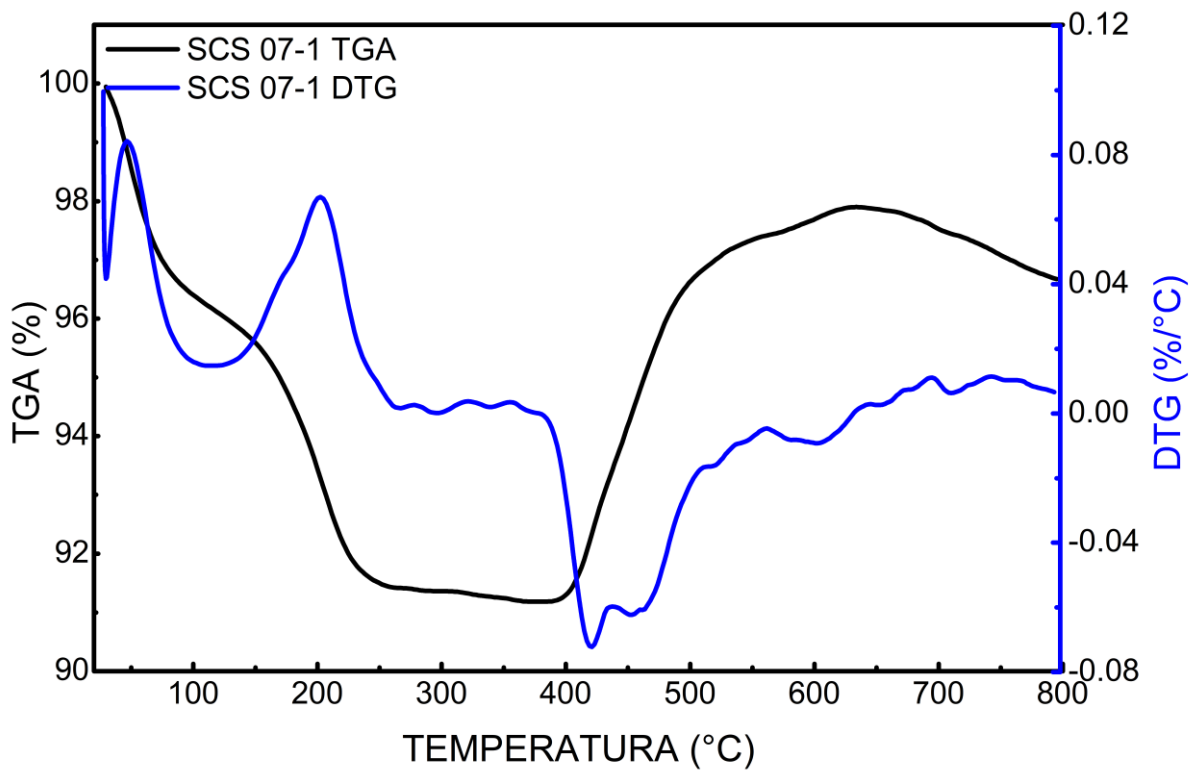


Figura 56 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica das amostras SCS 07-1 e SCS 08-1 sintetizados em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.

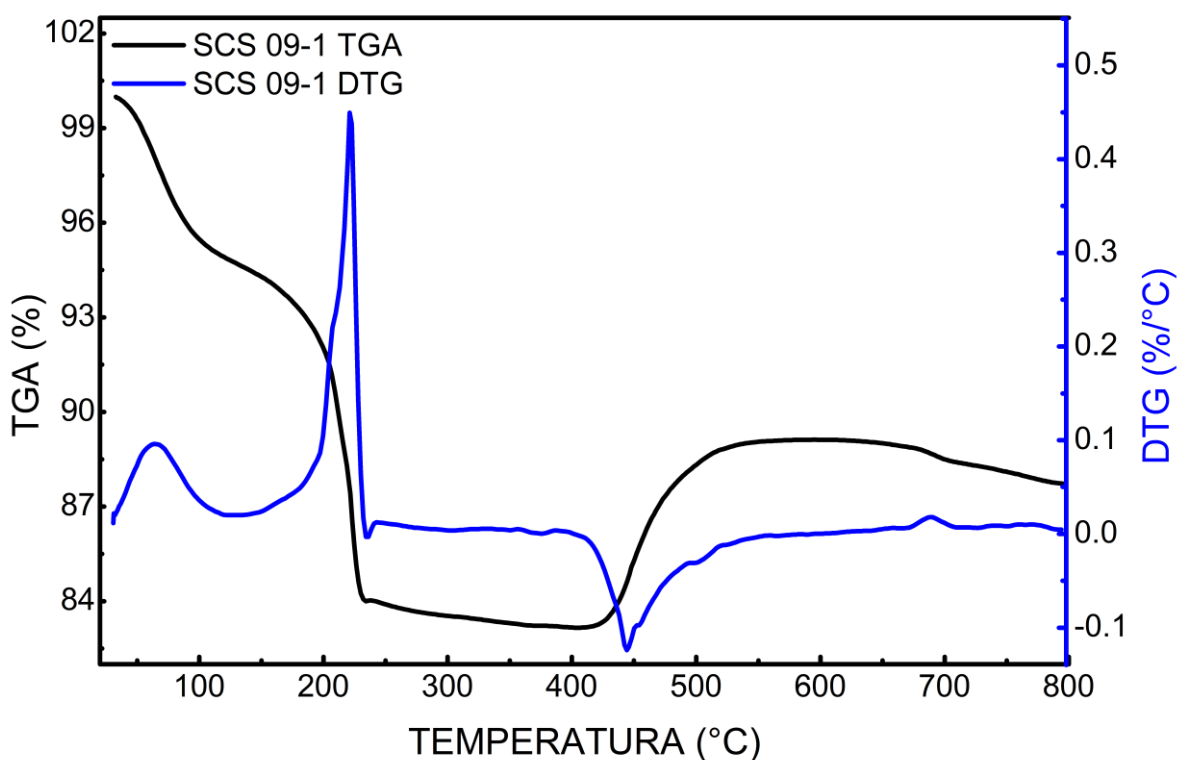


Figura 57 - Curvas termogravimétricas (linha preta) e termogravimétricas derivadas (linha azul) para avaliação da decomposição térmica da amostra SCS 09-1 sintetizada em diferentes proporções da relação combustível /oxidante e fração molar.

Na Tabela 5, apresentamos as faixas de temperatura das transições térmicas evidenciadas através dos dados de DTG, bem como as variações da massa (%) em cada etapa do processo de aquecimento coletado a partir dos gráficos de (TGA-DTG).

Tabela 5 - Informações das temperaturas de transição dos dados de DTG e as variações da massa (%) dos principais processo térmico coletado das curvas de TGA das amostras analisadas.

Nº	Desidratação		Perda de gases		Oxidação	
	T ₁ °C	Δm ₁ %	T ₂ °C	Δm ₂ %	T ₃ °C	Δm ₃ %
SCS 01-1	44	-2	194	-2	419	+6
SCS 02-1	55	-2	191	-2	431	+8
SCS 03-1	44	-2	203	-3	460	+5,5
SCS 04-1	43	-3	185	-1	405	+6
SCS 05-1	65	-5	210	-8	450	+6
SCS 06-1	53	-5	213	-8	415	+4
SCS 07-1	44	-4	204	-5	420	+6
SCS 08-1	42	-4	208	-5	435	+6

7.2.6 Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Através da técnica podemos identificar as bandas de infravermelho característicos em materiais inorgânicos, essas bandas se apresentam mais amplas e em menor número podendo ser observadas na região em que os números de onda são menores chamada de região de impressão digital da molécula. Os espectros foram obtidos do conjunto de amostras sintetizadas com diferentes frações molares dos elementos propostos, nas relações combustível-oxidantes: estequiométrico, +25% de catalisador e -25% de catalisador e tratamento térmico, os resultados podem ser observados nas Figuras 58 a 62.

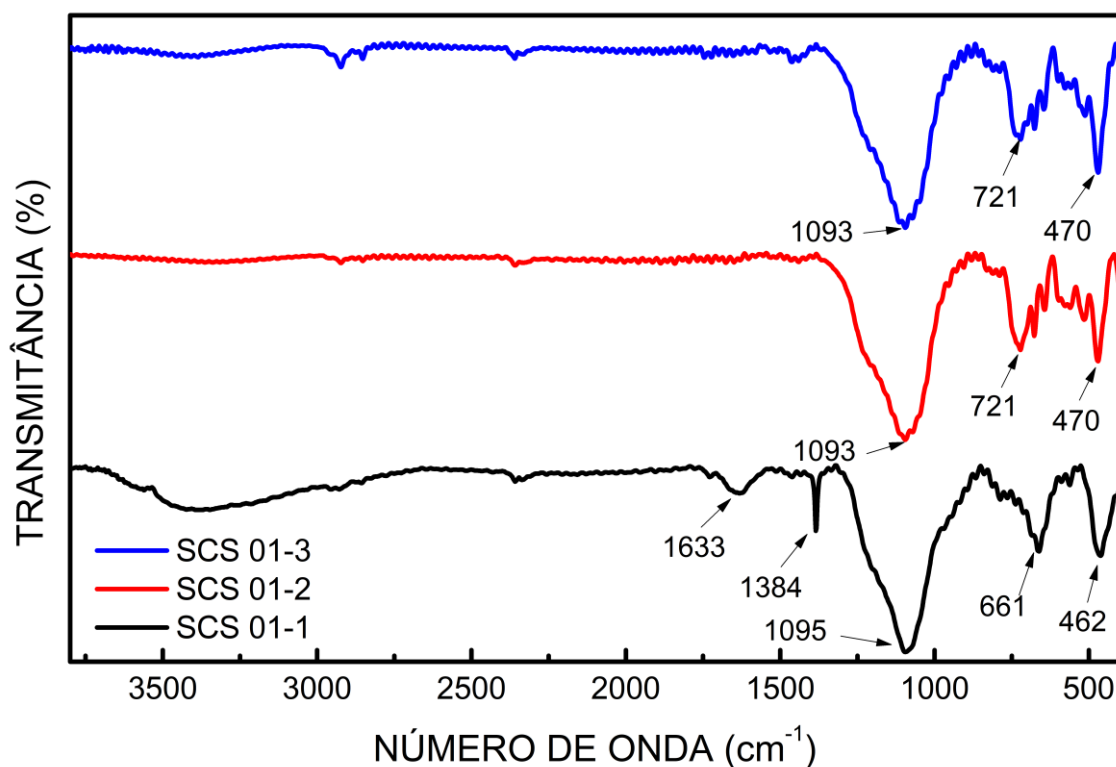


Figura 58 – Conjunto de espectros das amostras SCS 01 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

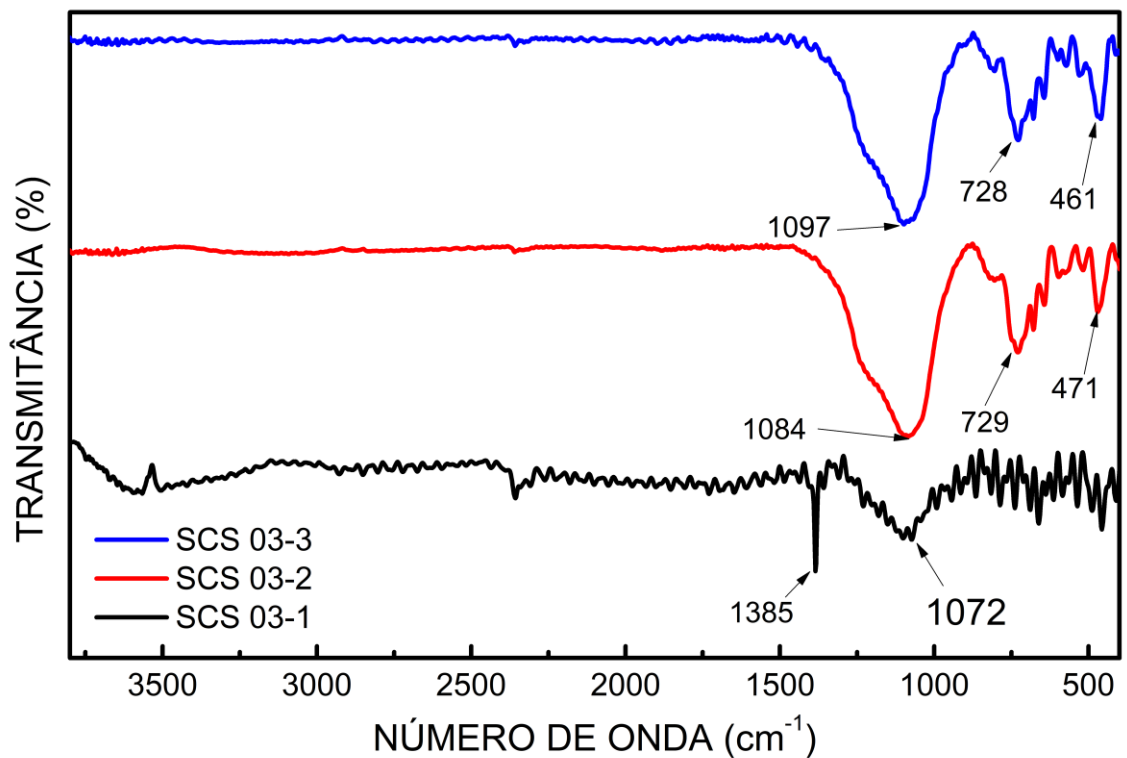
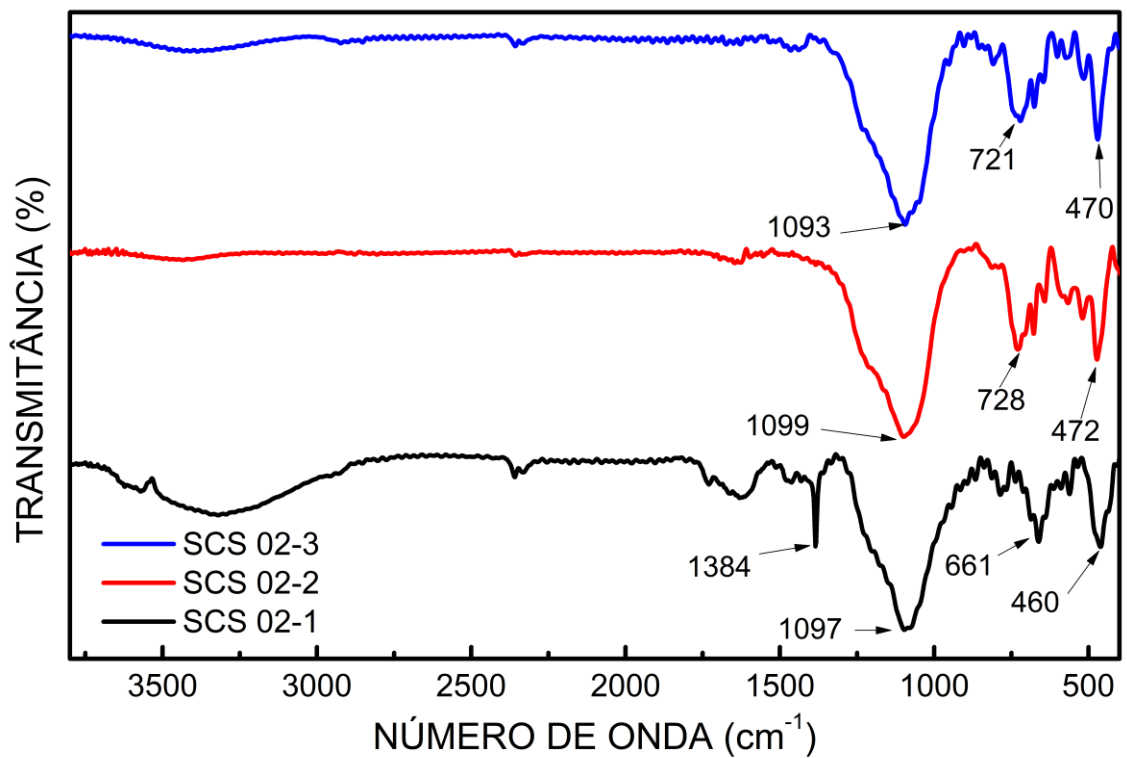


Figura 59 - Conjunto de espectros das amostras SCS 02, SCS 03 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

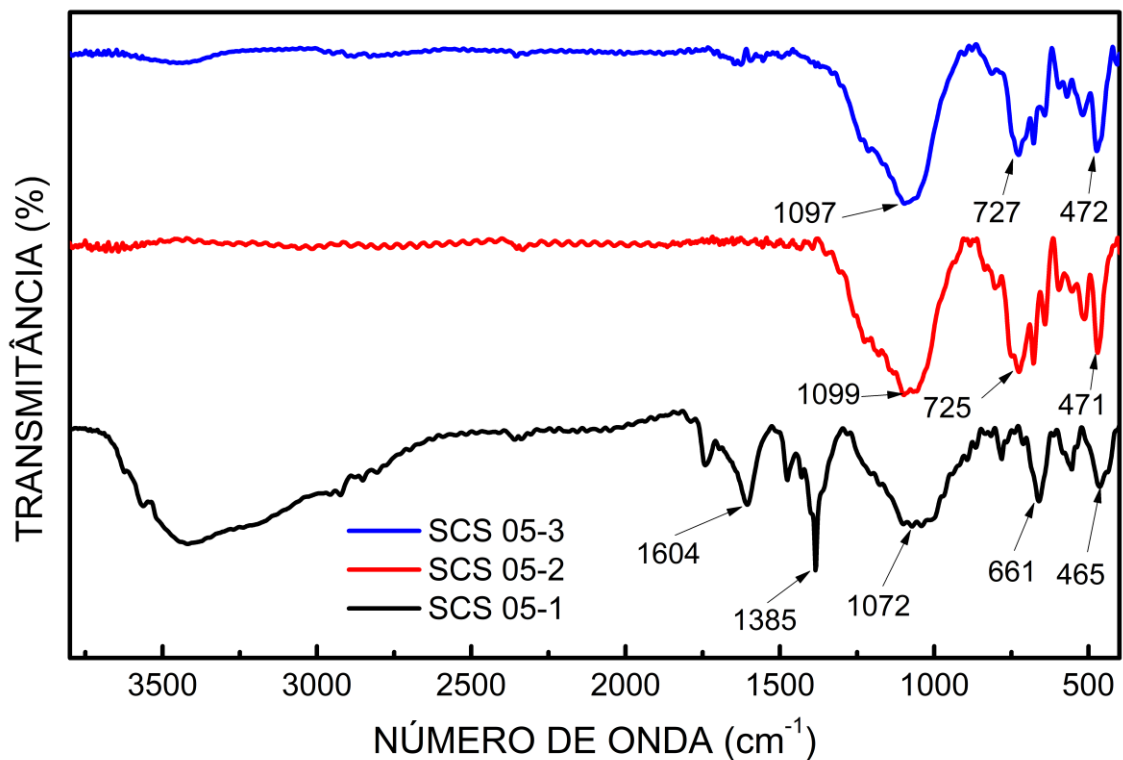
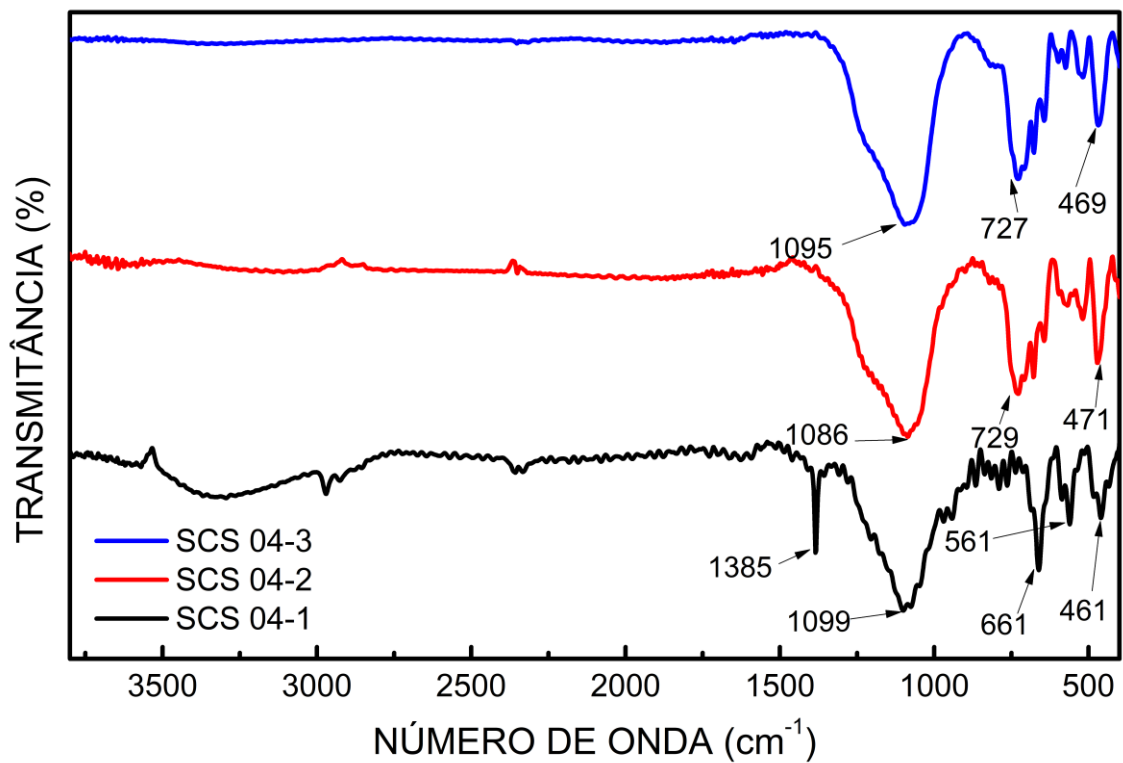


Figura 60 - Conjunto de espectros das amostras SCS 04, SCS 05 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

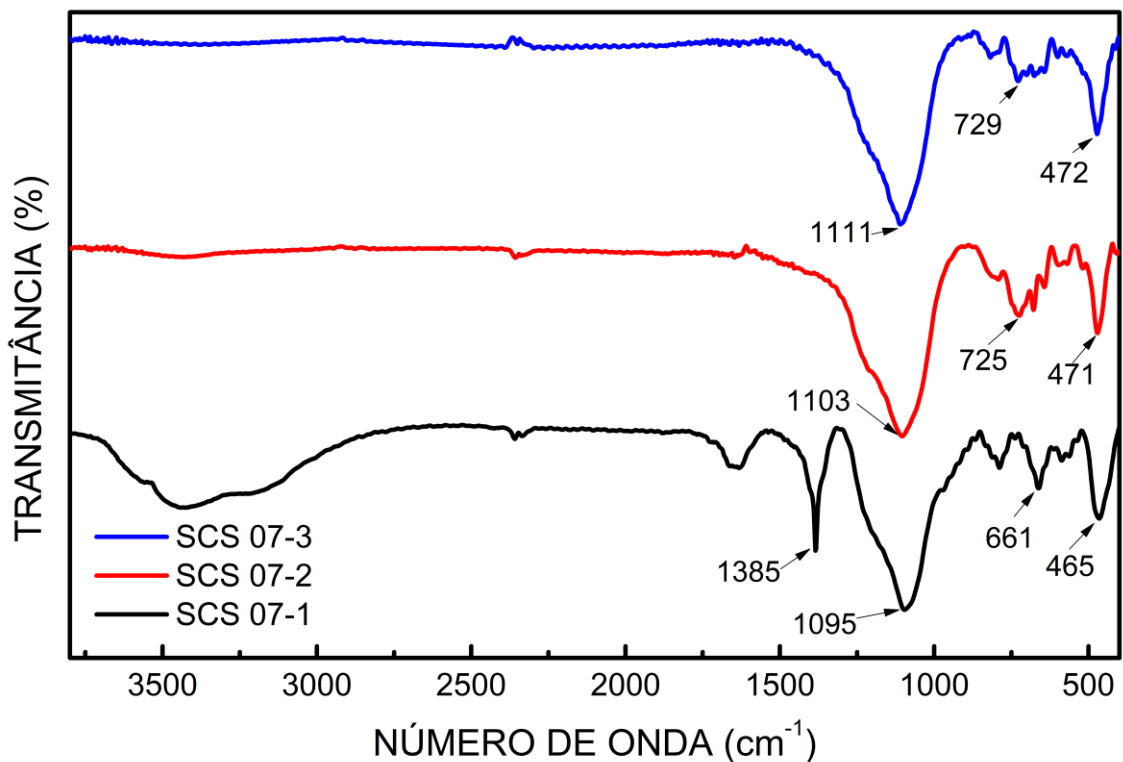
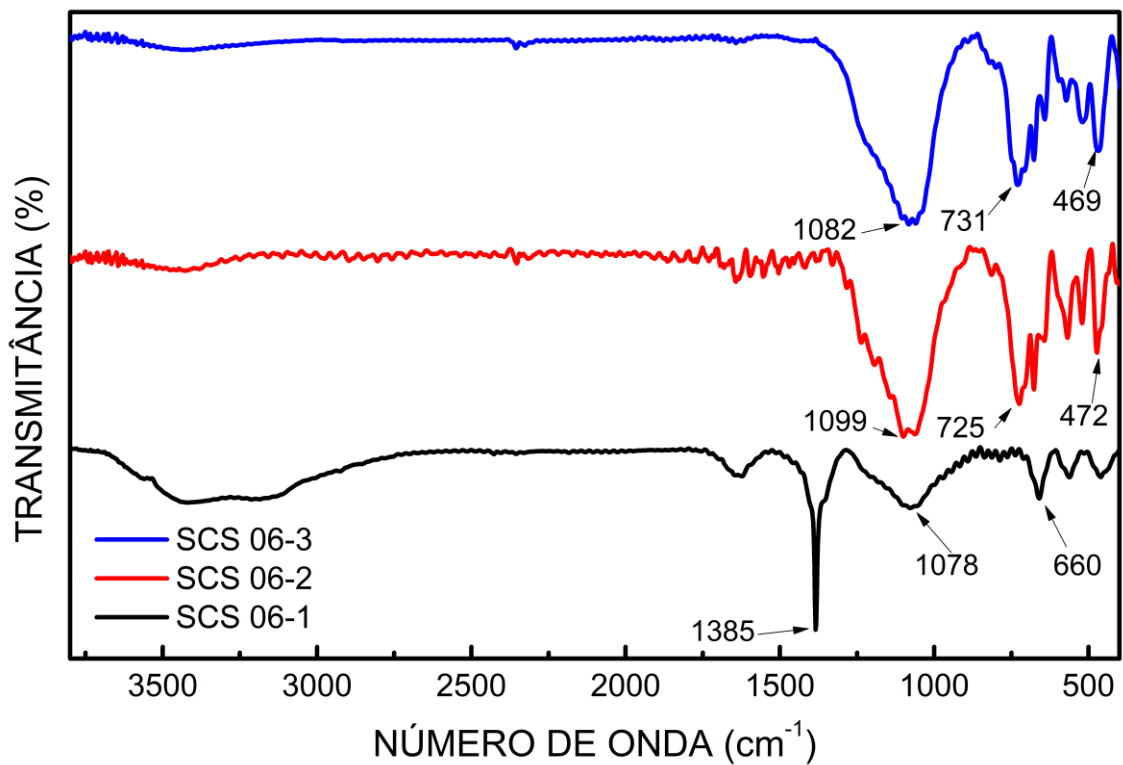


Figura 61 - Conjunto de espectros das amostras SCS 06, SCS 07 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

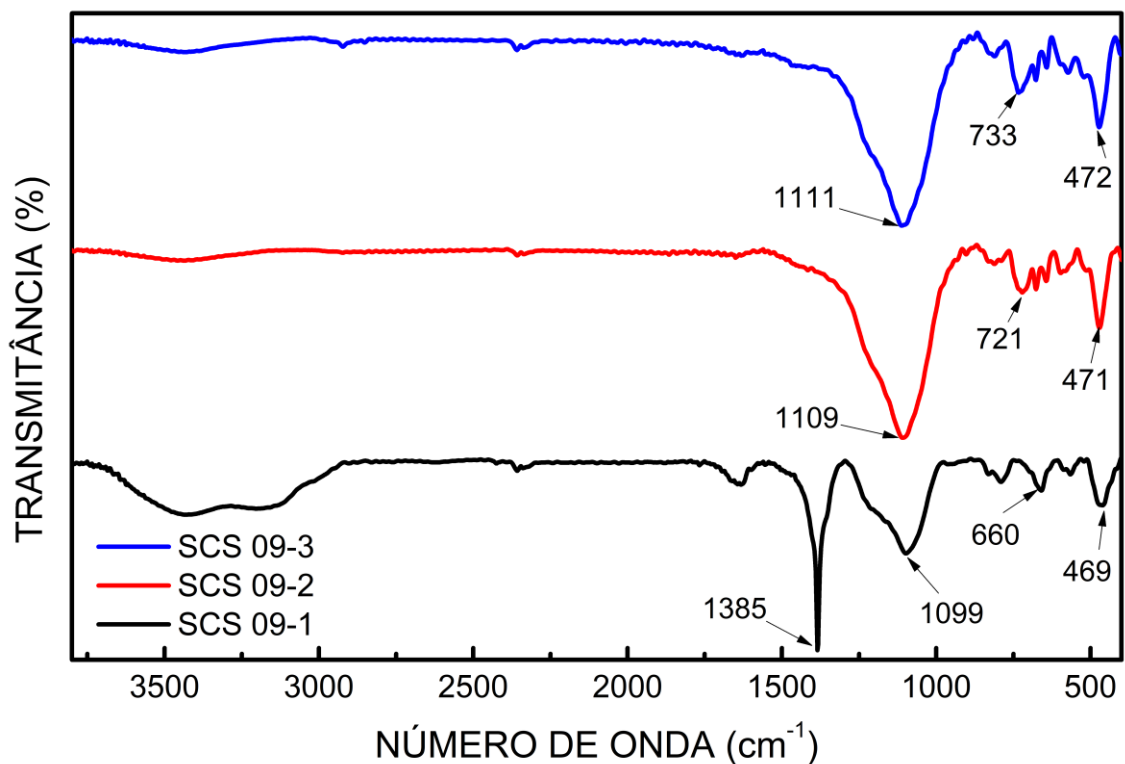
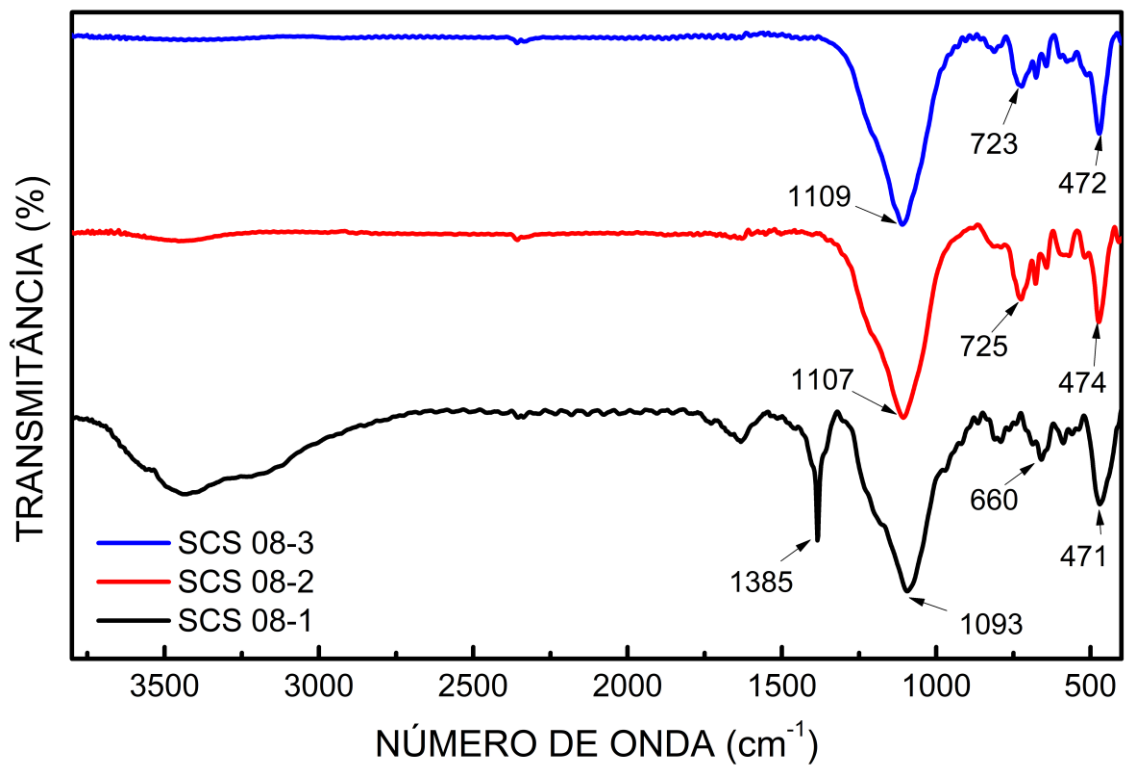


Figura 62 - Conjunto de espectros das amostras SCS 08, SCS 09 com as identificações dos principais picos, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

Com base na análise dos espectros, foi possível identificar as principais bandas de absorção com regiões bem definidas, ocorrendo pequenas variações nas intensidades e deslocamentos dos picos conforme as modificações nos parâmetros do processo de síntese.

De acordo com bancos de dados e algumas literaturas científicas os picos na região de 3300 e 1600 cm^{-1} são referentes as ligações O-H de estiramento e deformação angular característicos das moléculas de água, a presença dos picos na região de 1384 cm^{-1} são referentes a ligação C-O e C-H, isto pode estar relacionado ao processo de síntese devido a impureza.

O conjunto de dados apresentam três regiões características dos componentes elementares utilizados na síntese do nanocompósito, essas regiões podem ser visualizadas na faixa 1100-1000 cm^{-1} onde estão as ligações de estiramento assimétrico do Si-O-Si, na faixa 729-660 cm^{-1} referentes as ligações do Co e a região 470-460 cm^{-1} característicos das ligações do Te [88]–[92].

Estes resultados reforçam a presença dos íons metálicos utilizado no processo de síntese do nanocompósito, corroborando com os resultados obtidos por meio de outras técnicas. Na Tabela 6 são apresentados a identificação dos principais picos de transmitância de FTIR do conjunto de amostras sintetizadas.

Tabela 6 – Descrição das amostras com as identificações dos principais picos de transmitância absorção por meio dos valores do número de ondas (cm^{-1}) das amostras analisadas.

AMOSTRAS	NÚMERO DE ONDA (cm^{-1}) DOS PICOS DE ABSORÇÃO			
SCS 01-1	462	661	1095	1384-1693
SCS 01-2	470	721	1093	
SCS 01-3	470	721	1093	
SCS 02-1	460	661	1097	1384
SCS 02-2	472	728	1099	
SCS 02-3	470	721	1093	
SCS 03-1			1072	1385
SCS 03-2	471	729	1084	
SCS 03-3	461	728	1097	
SCS 04-1	461-561	661	1099	1385
SCS 04-2	471	729	1085	
SCS 04-3	469	727	1095	
SCS 05-1	465	661	1072	1385-1604
SCS 05-2	471	725	1099	
SCS 05-3	472	727	1097	
SCS 06-1	469	660	1078	1385
SCS 06-2	472	725	1099	
SCS 06-3	469	731	1082	
SCS 07-1	465	661	1095	1385
SCS 07-2	471	725	1103	
SCS 07-3	472	729	1111	
SCS 08-1	471	660	1093	1385
SCS 08-2	474	725	1107	
SCS 08-3	472	723	1109	
SCS 09-1	469	660	1099	1385
SCS 09-2	471	721	1109	
SCS 09-3	471	733	1111	

7.2.7 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)

Nas Figuras 63 a 67, estão apresentados os espectros de absorção em função do comprimento de onda das amostras agrupadas em conjuntos de acordo com o modo de preparação e relação combustível-oxidante descritas nas legendas.

Nos espectros das amostras SCS 01 a SCS 03 é possível observar três bandas de absorção distintas em torno de 375 nm, 320 nm e 220 nm característicos dos nanocompósitos, apresentando variações nas intensidades dos picos com relação as amostras preparadas somente forno e forno + calcinação 550 °C, enquanto nas amostras forno + calcinação 650 °C ocorre um deslocamento das bandas para maiores comprimentos de ondas possivelmente devido a formação do nanocompositos. As amostras SCS 04 a SCS 06 apresentam características similares ao grupo anterior, devido a alteração na fração molar dos elementos observamos um aumento das bandas na faixa de 300-350 nm característico da participação maior do elemento cobalto. Através das análises das amostra SCS 07 a SCS 09 observamos um comportamento diferente com relação as demais amostras, onde são apresentadas bandas largas com baixas intensidades e muitas vezes sobreposta, esse comportamento pode estar relacionado a participação maior do elemento silício, limitando a probabilidade das transições eletrônicas [75], [93].

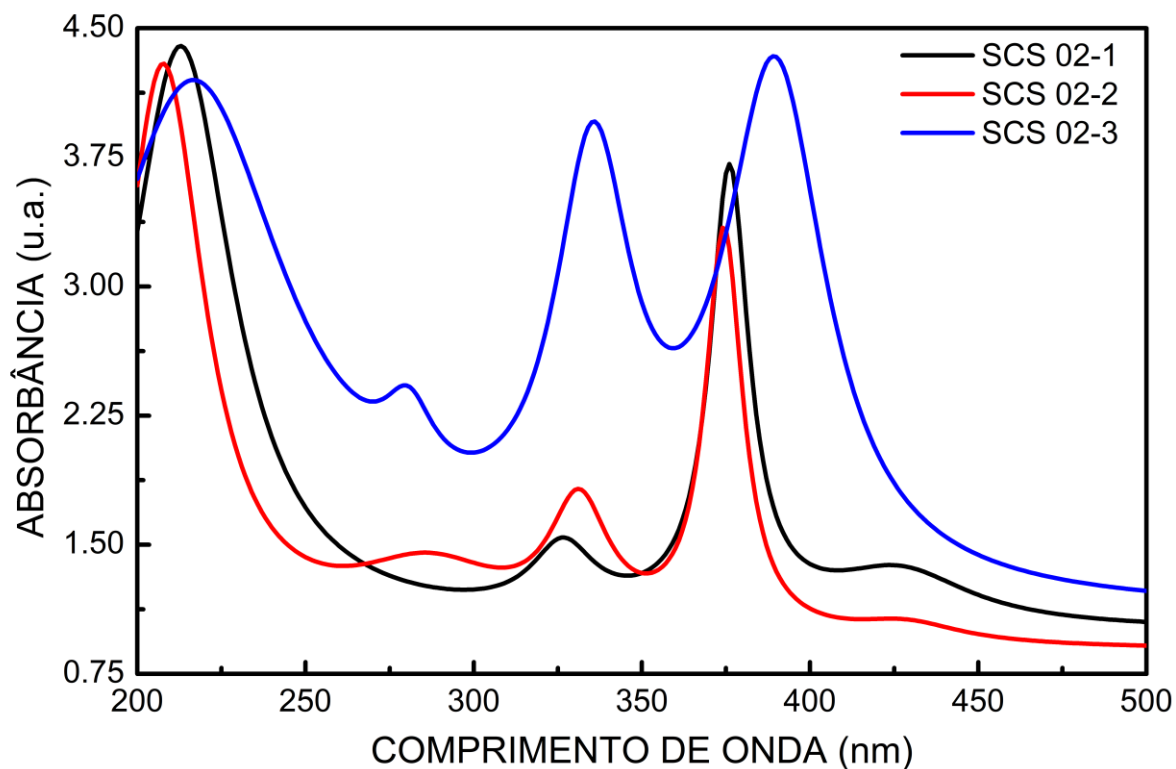
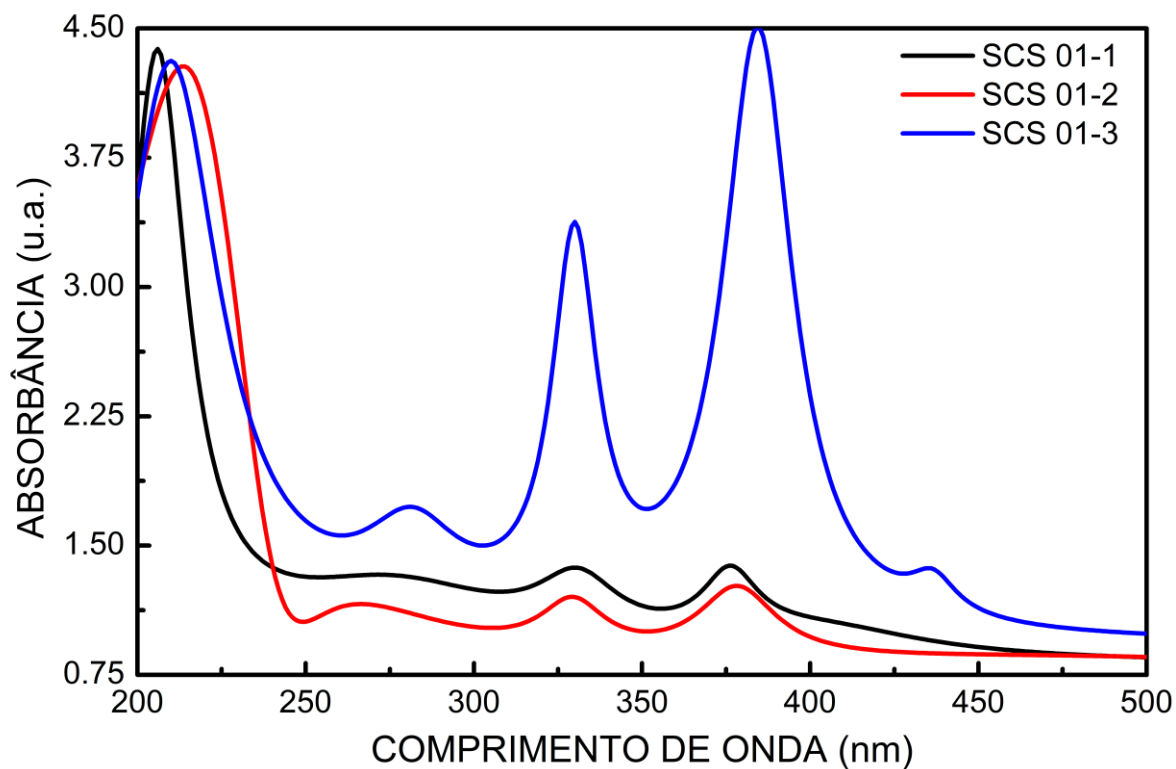


Figura 63 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 01 e SCS 02, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

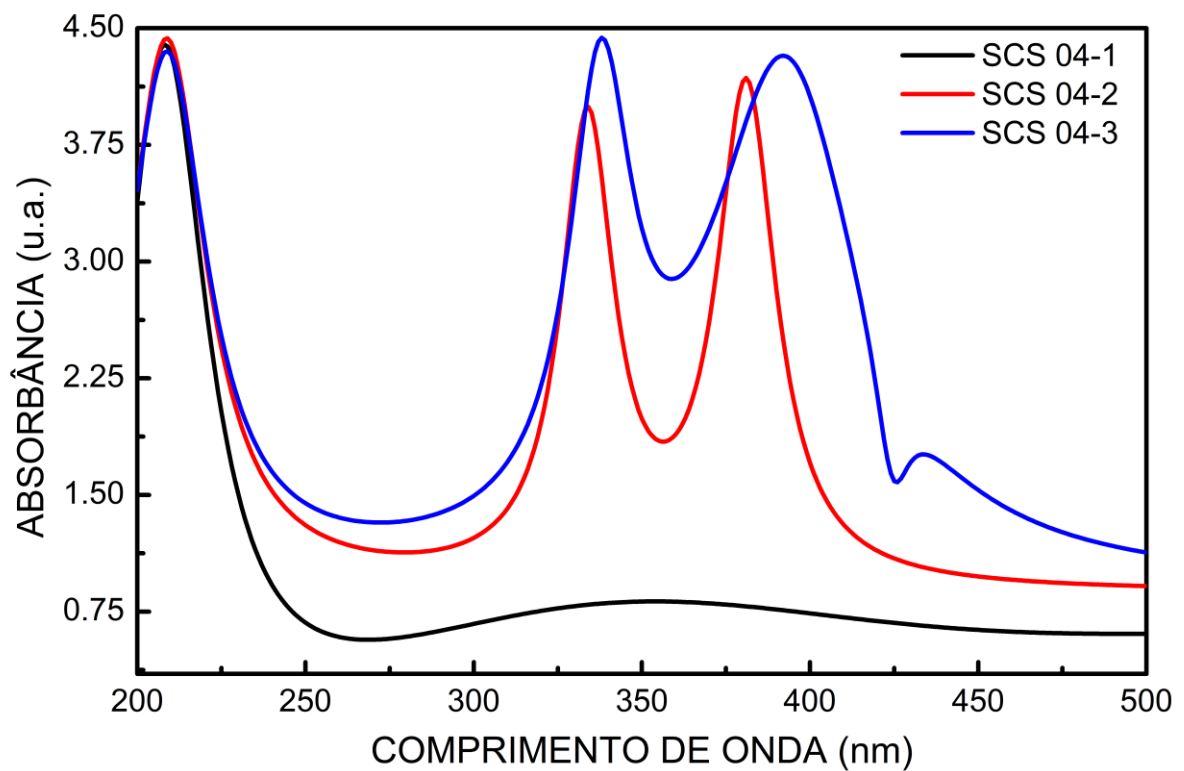
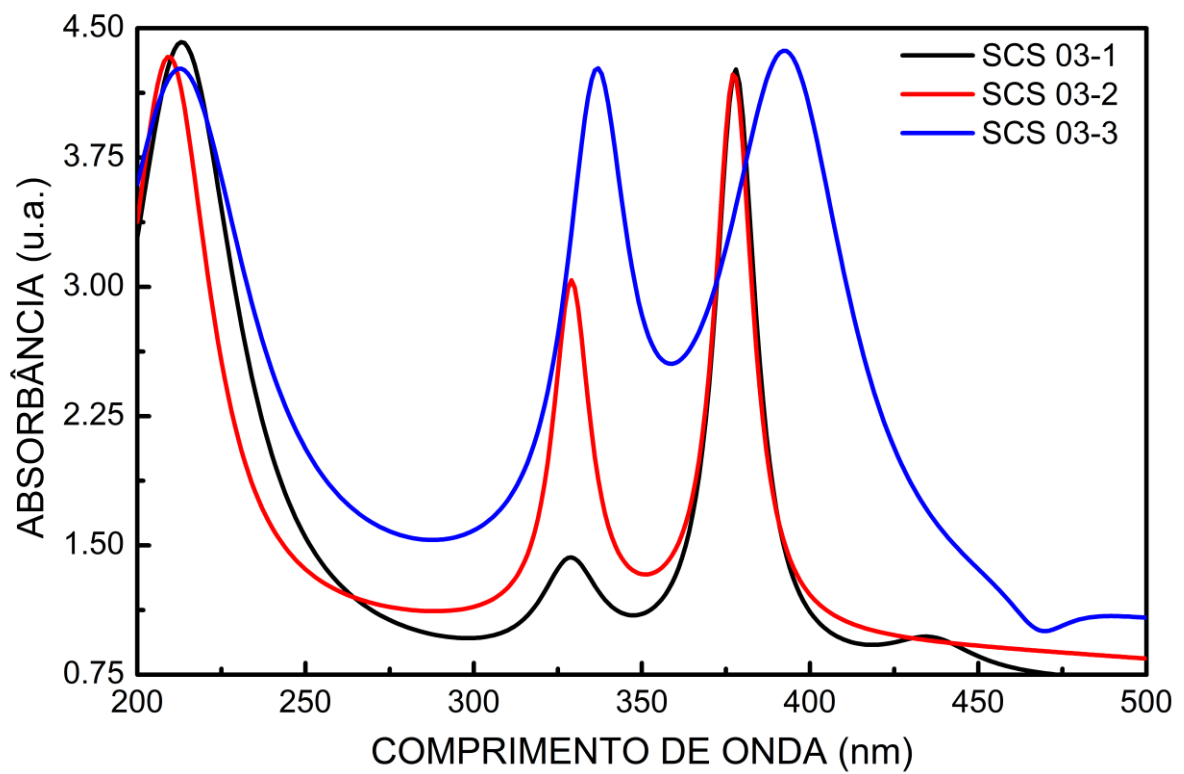


Figura 64 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 03 e SCS 04, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

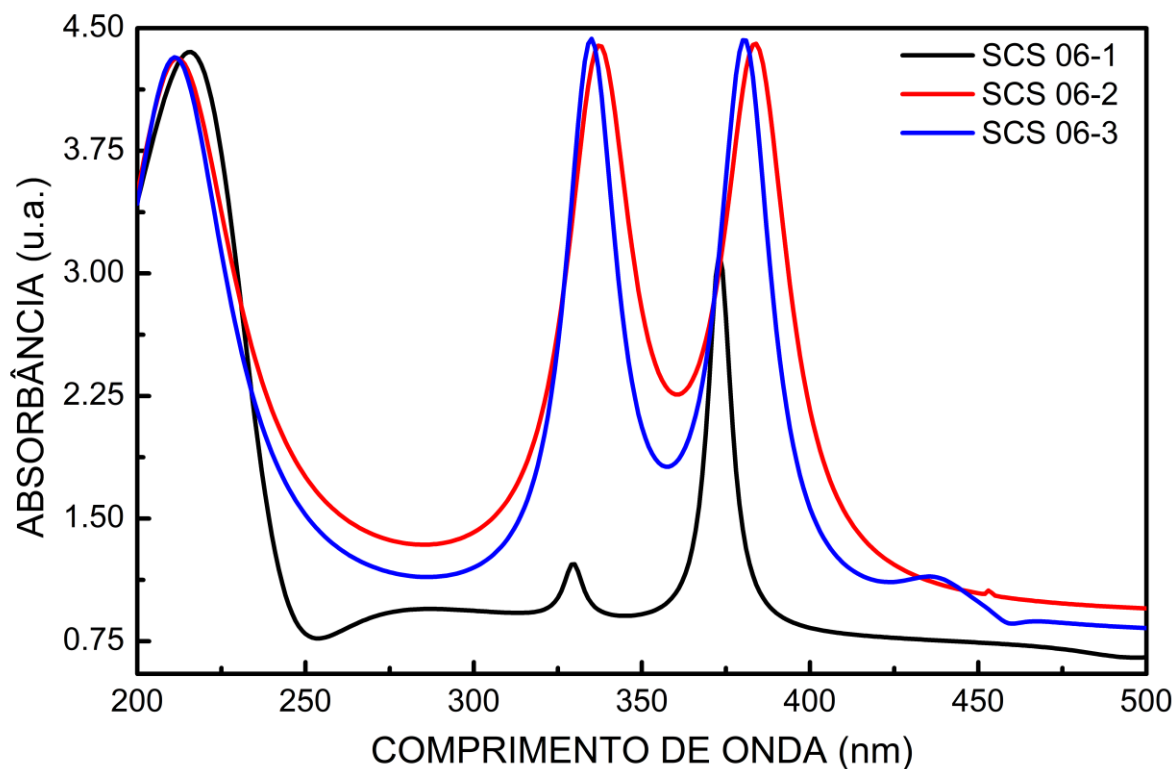
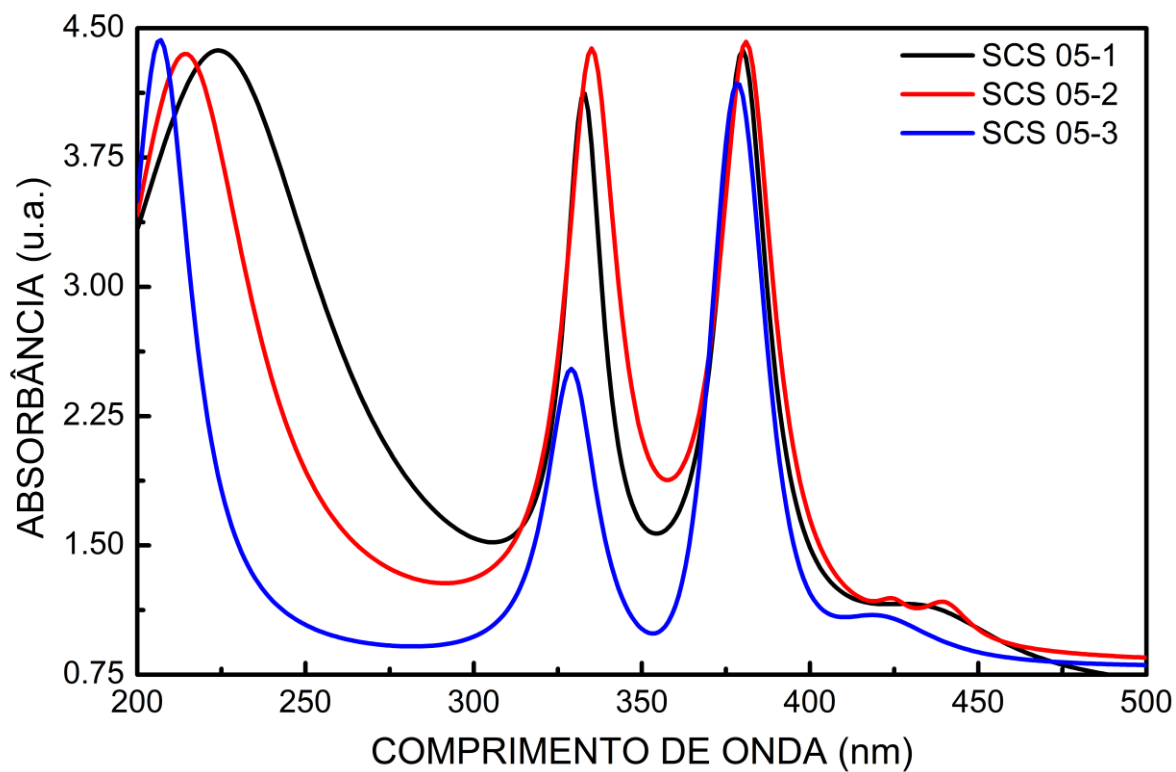


Figura 65 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 05 e SCS 06, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

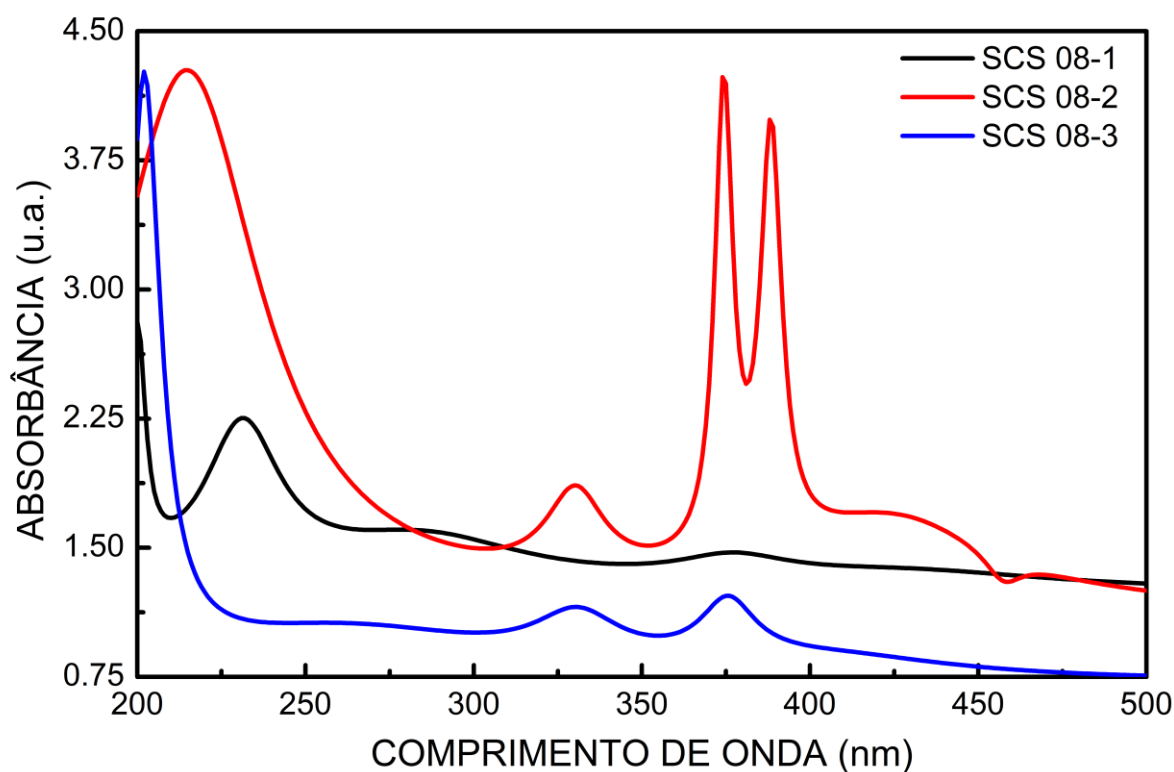
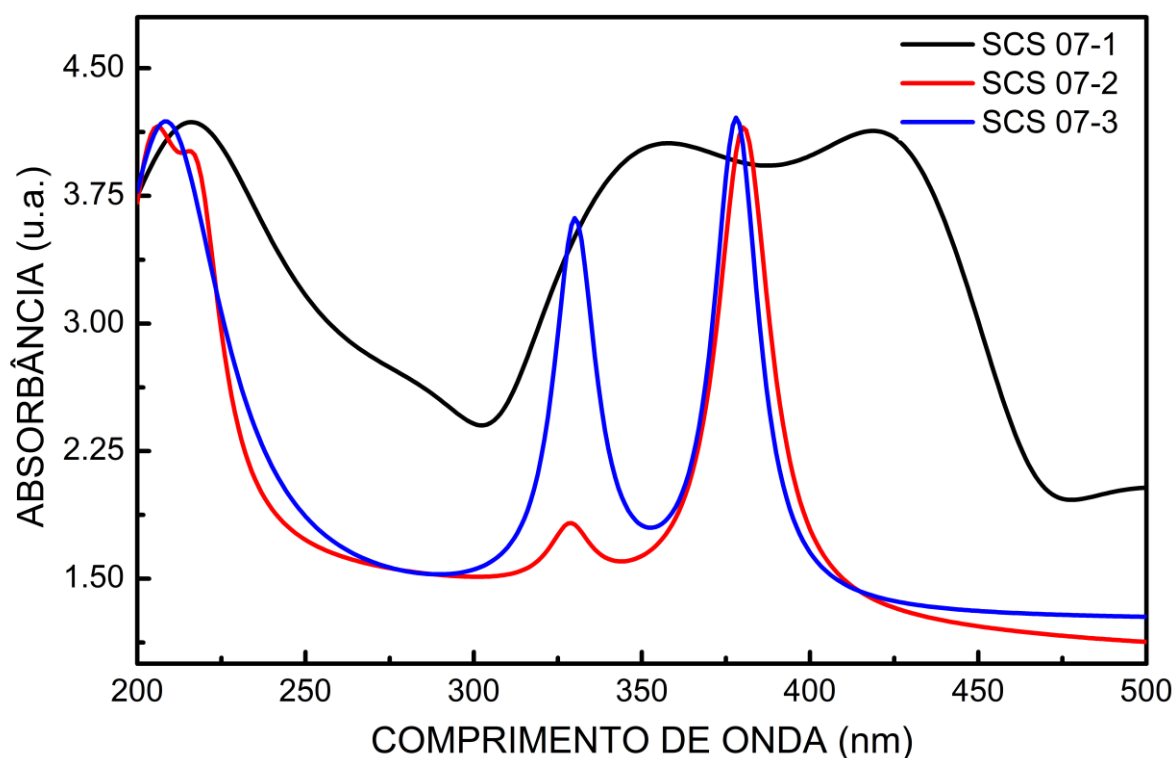


Figura 66 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 07 e SCS 08, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

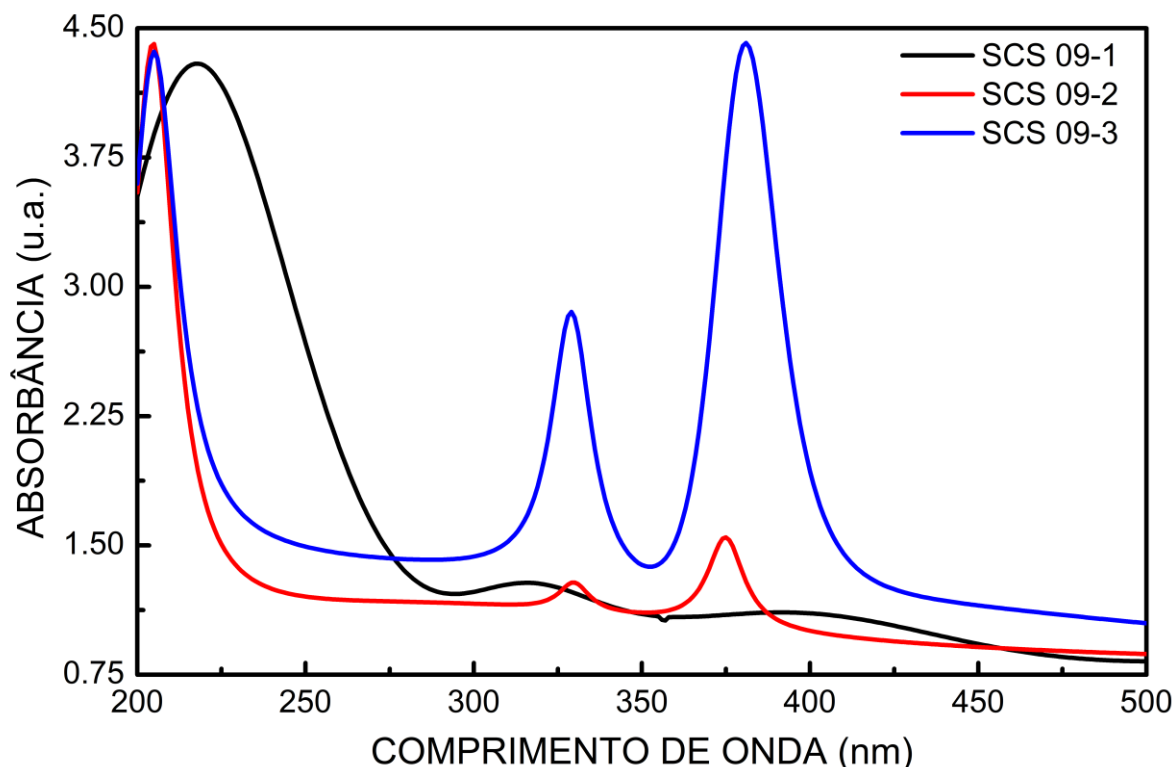


Figura 67 - Espectros de absorção do UV-VIS referente ao conjunto de amostras SCS 09, sendo a linha preta referente ao modo de preparo no forno micro-ondas, linha vermelha corresponde ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 550 °C, linha azul ao modo de preparo no forno micro-ondas mais processo de calcinação em 650 °C.

Uma característica de grande relevância em nanomateriais é a determinação do *band gap* que é crucial na previsão das propriedades fotofísicas e fotoquímicas, essa propriedade podem também ser obtida através dos dados de UV-VIS, para geração dos valores de *band gap* o método de Tauc tem sido amplamente utilizado devido a sua praticidade e excelente estimativa da energia do *band gap*. O método proposto por Tauc e colaboradores relaciona o coeficiente de absorção em função da energia do fóton incidente descrito na Equação 15 [94], [95].

$$(h\nu\alpha)^{1/n} = A (h\nu - E_g) \quad (15)$$

onde α é o coeficiente de absorção, $h\nu$ é a energia do fóton, E_g é a energia do *band gap*, A uma constante de proporcionalidade e o valor de n denota a natureza das transições eletrônicas do material e é igual a 1/2 ou 2 para os intervalos de banda de transição direta e indireta. Desta forma, ao ser traçado um gráfico de $(h\nu\alpha)^{1/n}$ em função de $h\nu$ será possível estimar o valor de E_g por intermédio de uma

extrapolação da porção linear da curva de absorção, ou seja, quando $(h\nu\alpha)^{1/n}$ é igual a 0 [96]–[98].

Os dados de absorbância e comprimento de onda foram convertidos, obtendo-se então um gráfico de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$) apresentado nas Figuras 68 a 72. A partir da estimativa pelo método Tauc foi possível levantar os valores de energia do *band gap* das amostras sintetizadas, que variam de E_g 4,4 eV a 5,86 eV.

Em análise aos diferentes tipos de composição molar, relação combustível-oxidante e processo de calcinação, estimamos os menores valores de E_g para a composição molar $Si_xCo_yTe_z$ onde $x=1$; $y=1$; $z=1$ preparada no forno + calcinação a 650 °C na relação combustível-oxidante (+25% de catalisador). Na composição $x=2$; $y=1$; $z=1$ observamos pouca variação do E_g nas composições combustível-oxidante estequiométrica e (-25% de catalisador), com (+25% de catalisador) observamos o menor valor de E_g na amostra preparada somente no forno.

A fração molar $x=1$; $y=2$; $z=1$, o conjunto de amostras apresenta os menores valores da energia de *band gap* em relação as outras composições, possivelmente relacionado a maior proporção do elemento silício, devido sua característica semicondutora.

Através da análise dos valores estimados do *band gap* das amostras sintetizadas, observamos características similares a nanomateriais isolantes. Na Tabela 7 é apresentado os valores de *band gap* de cada amostra, bem como as diferentes variáveis utilizada no processo de síntese.

Tabela 7 - Apresentam as identificações das amostras, relação combustível/oxidante, metodologia de síntese e frações molares do conjunto das amostras, relacionando-se com os valores das *band gap* extraído dos gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$).

Identificação	Relação combustível oxidante	Preparação	Band Gap (eV)
$Co_xSi_yTe_z ; x=y=z=1$			
SCS 01-1	Estequiométrico	Forno Micro-ondas	5,55
SCS 01-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,18
SCS 01-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,25
SCS 02-1	+25%	Forno Micro-ondas	5,15
SCS 02-2	Catalisador	Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,40
SCS 02-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	4,64
SCS 03-1	-25% Catalisador	Forno Micro-ondas	5,17
SCS 03-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,34
SCS 03-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,00
$Co_xSi_yTe_z ; x=2, y=1, z=1$			
SCS 04-1	Estequiométrico.	Forno Micro-ondas	5,45
SCS 04-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,42
SCS 04-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,40
SCS 05-1	+25%	Forno Micro-ondas	4,50
SCS 05-2	Catalisador	Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,00
SCS 05-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,50
SCS 06-1	-25% Catalisador	Forno Micro-ondas	5,18
SCS 06-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,10
SCS 06-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,21
$Co_xSi_yTe_z ; x=1, y=2, z=1$			
SCS 07-1	Estequiométrico	Forno Micro-ondas	4,40
SCS 07-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,30
SCS 07-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,17
SCS 08-1	+25%	Forno Micro-ondas	4,44
SCS 08-2	Catalisador	Micro-ondas + Calcinação 550 °C	4,90
SCS 08-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,86
SCS 09-1	-25% Catalisador	Forno Micro-ondas	4,65
SCS 09-2		Micro-ondas + Calcinação 550 °C	5,69
SCS 09-3		Micro-ondas + Calcinação 650 °C	5,62

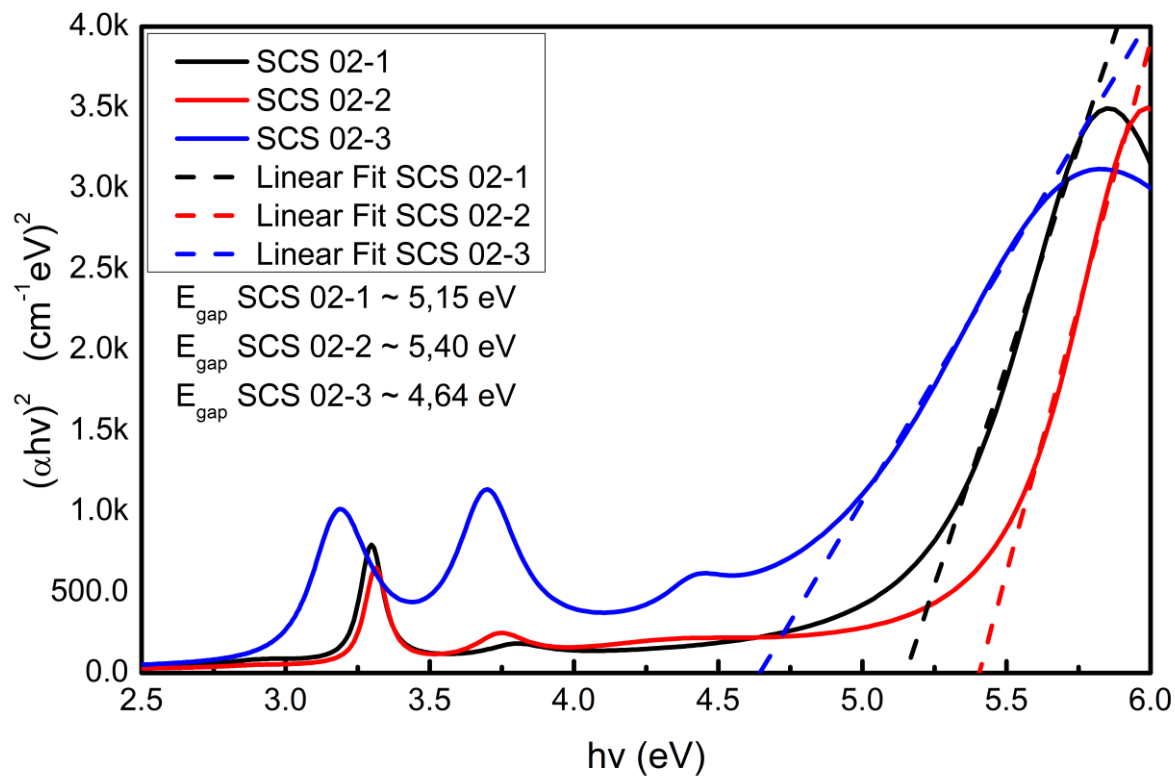
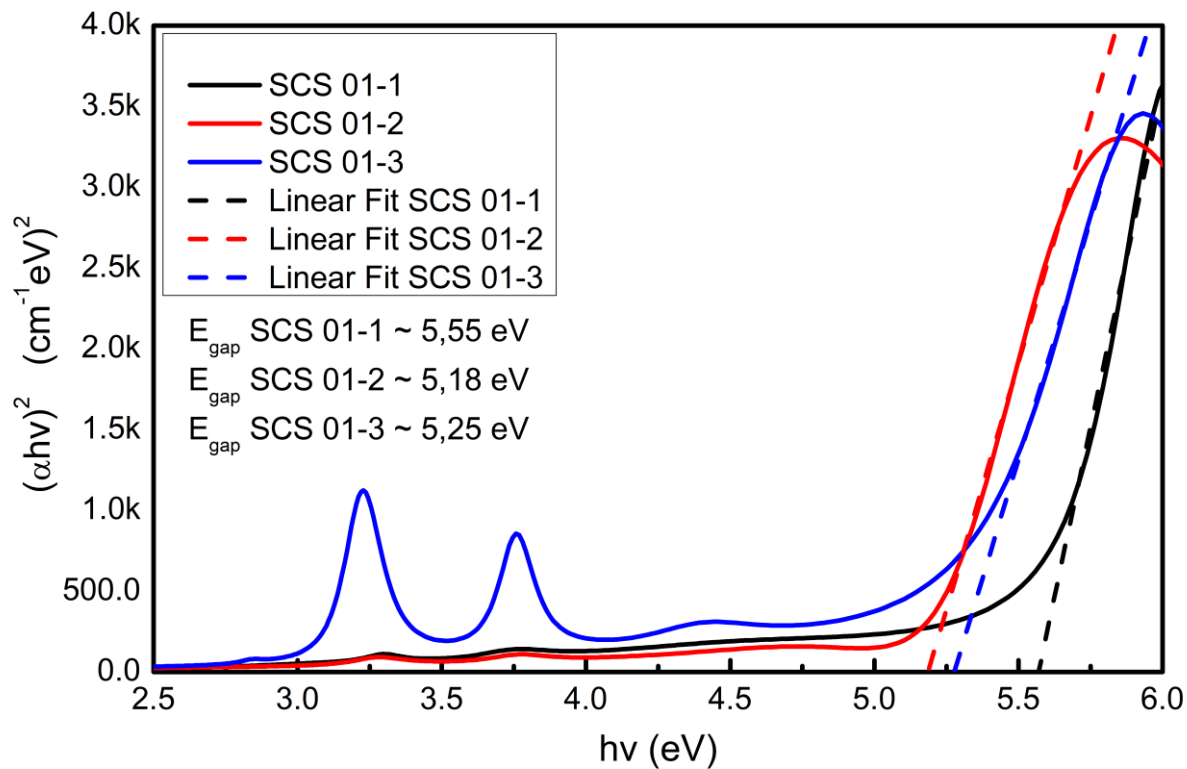


Figura 68 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$) do conjunto de amostras SCS 01 e SCS 02, com o objetivo de levantar os valores da energia de *band gap* através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.

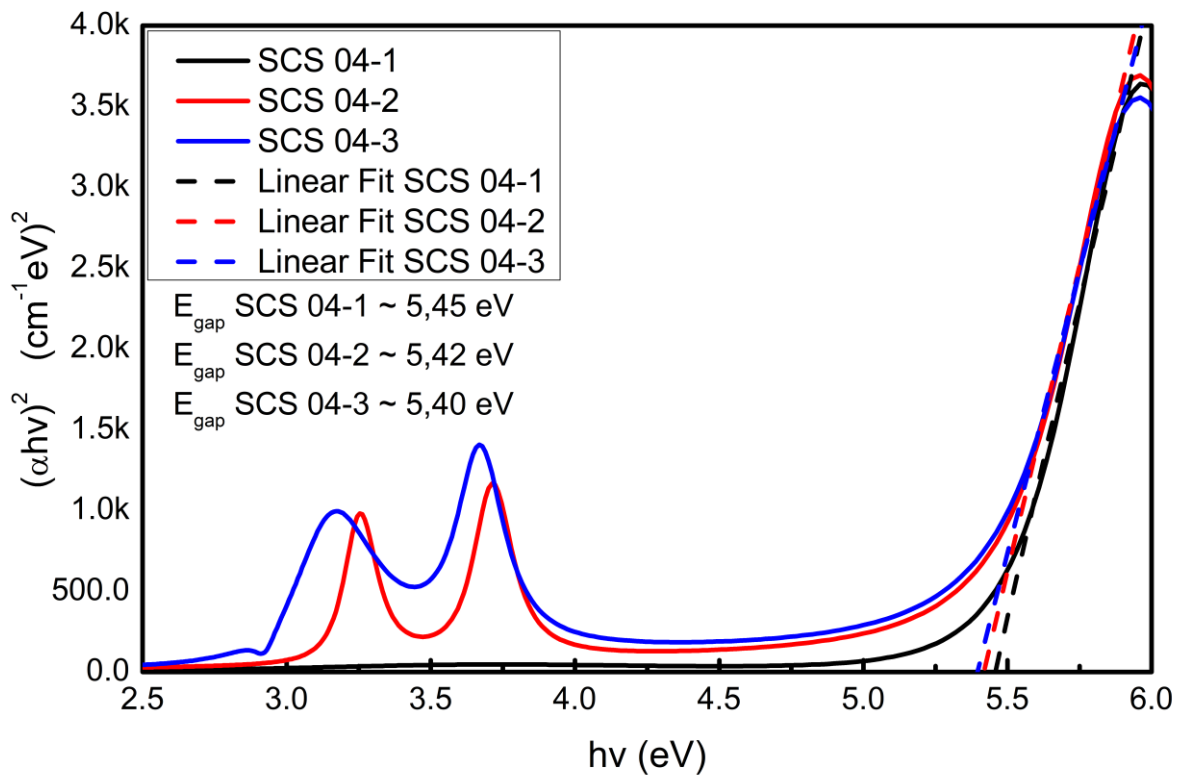
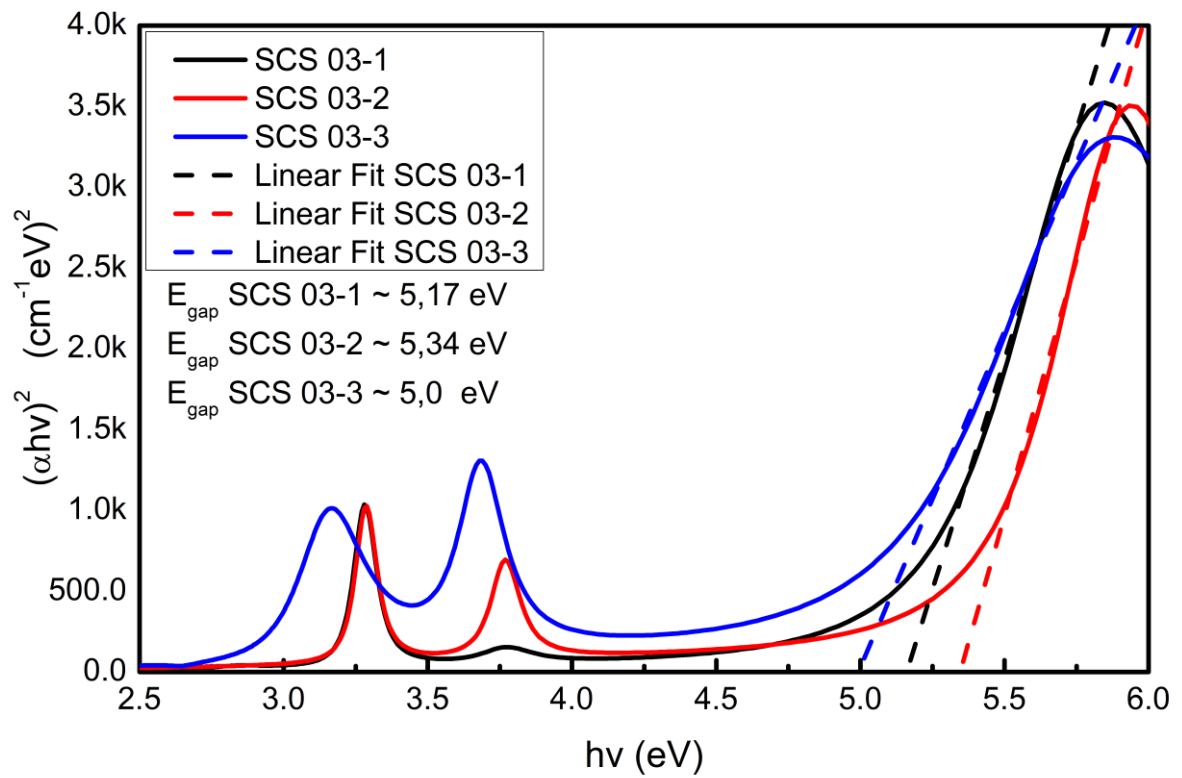


Figura 69 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$) do conjunto de amostras SCS 03 e SCS 04, com o objetivo de levantar os valores da energia de *band gap* através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.

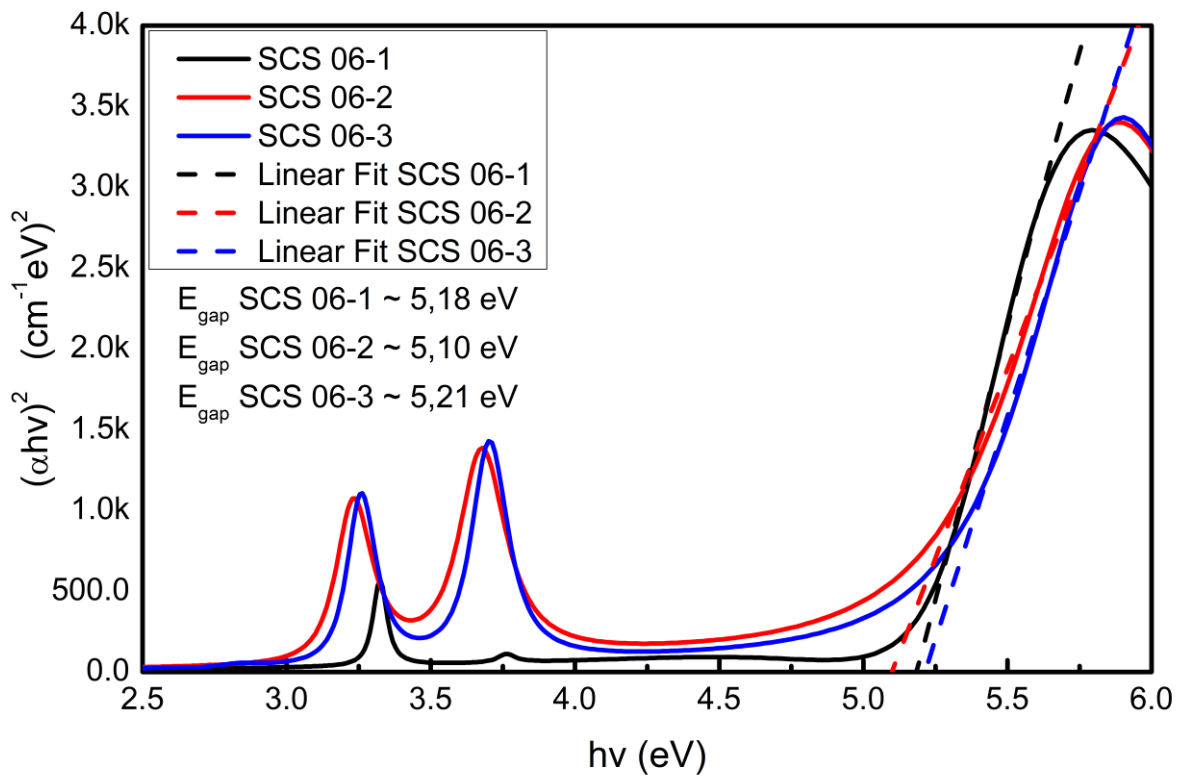
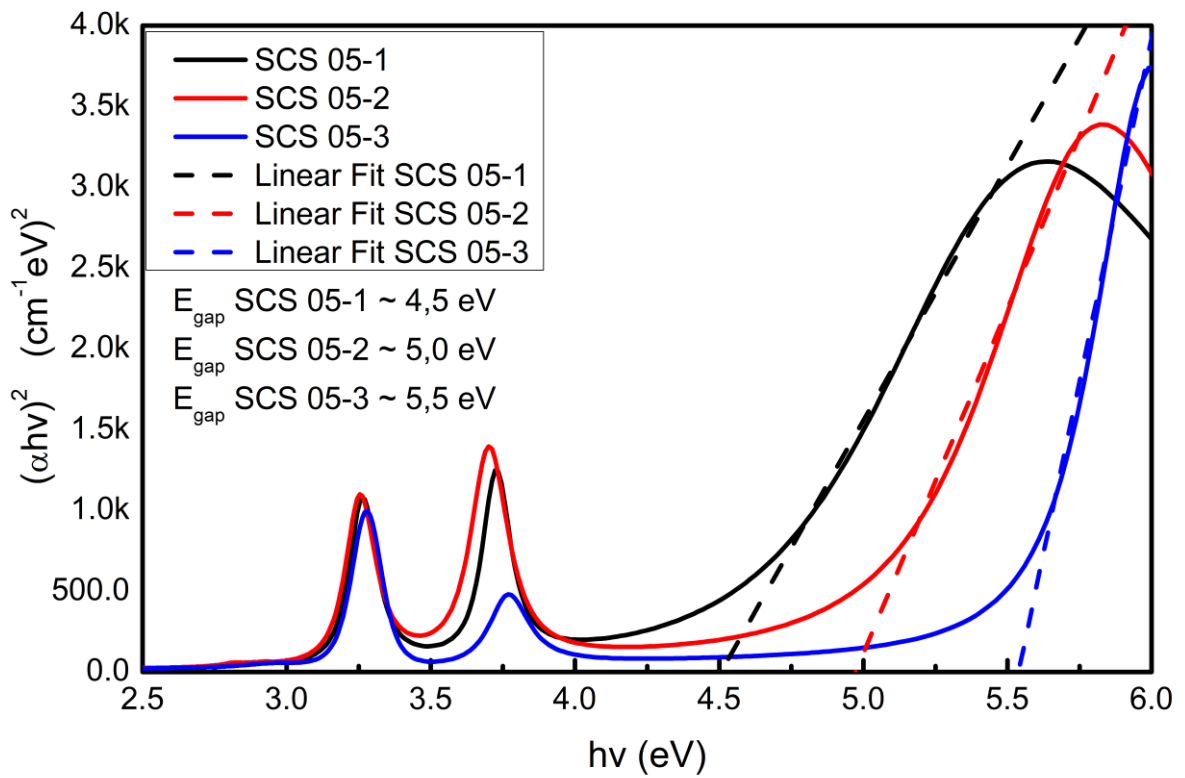


Figura 70 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$) do conjunto de amostras SCS 05 e SCS 06, com o objetivo de levantar os valores da energia de *band gap* através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.

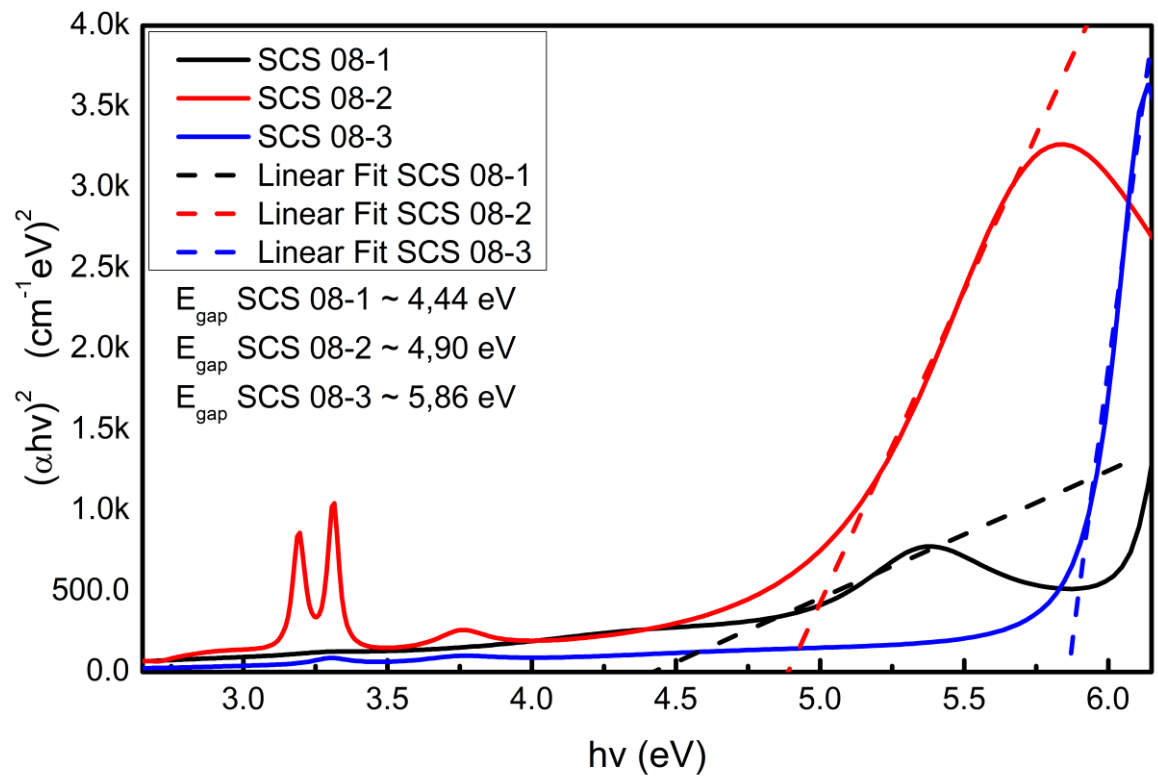
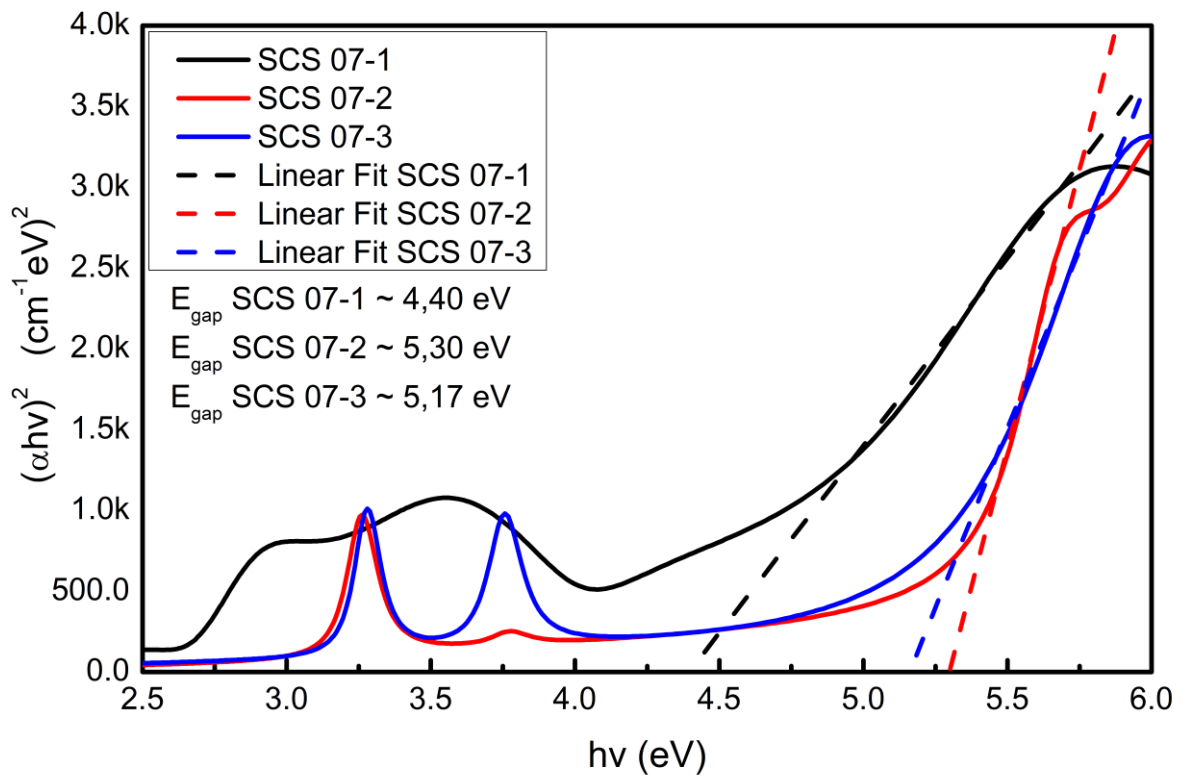


Figura 71 - Gráficos de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ versus energia ($h\nu$) do conjunto de amostras SCS 07 e SCS 08, com o objetivo de levantar os valores da energia de *band gap* através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.

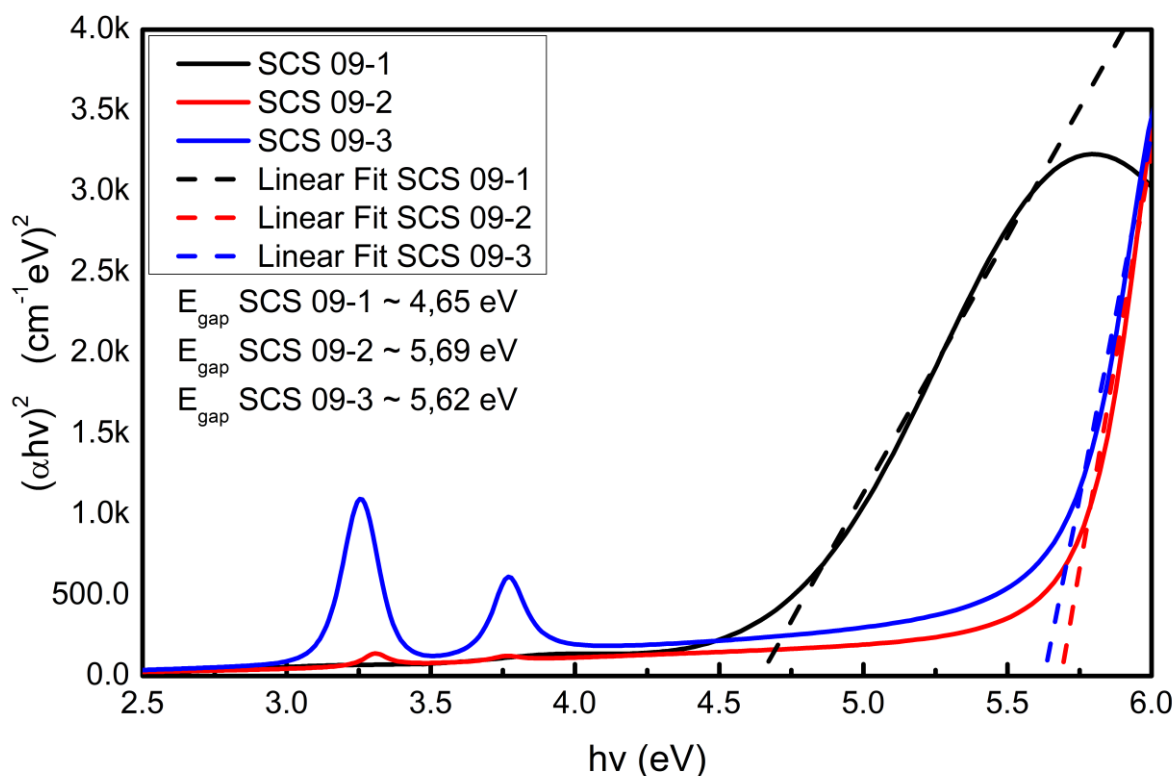


Figura 72 - Gráfico de $(\alpha hv)^2$ versus energia (hv) do conjunto das amostras SCS 09, com o objetivo de levantar os valores da energia de *band gap* através da extrapolação da porção linear das curvas de absorções representadas pelas retas seccionadas.

7.2.8 Medidas Magnéticas (Magnetometria e Susceptibilidade)

As medidas magnéticas foram levantadas e dispostos em curvas da variação da magnetização (M) em função do campo magnético aplicado (H), com a finalidade de estudar os seguintes parâmetros magnéticos: possível campo coercitivo, magnetização de saturação, momento efetivo magnético, entre outros.

Nas Figuras 74 e 75 apresentamos as curvas de magnetização em função do campo aplicado ($MvsH$) realizadas em temperaturas de 300 K e 5 K. Os resultados das medidas realizadas em temperatura 300 K mostra-se uma dependência linear de ($MvsH$) característicos de estruturas com comportamento paramagnético, devido à ausência de magnetizações remanente e campo coercitivo. Com relação as medidas realizadas em temperatura de 5 K, observa uma magnetização remanente a baixo campo nas amostras SCS 04-1, SCS05-1 e SCS 06-1 que demonstram uma contribuição ferromagnética, estas características podem estar relacionadas ao

aumento da concentração do cobalto, na ampliação do gráfico observamos a variação da magnetização, a qual está relacionada as diferentes composições do combustível-oxidante no processo de síntese.

Na Figura 73 apresentamos as curvas de susceptibilidade magnética em função da temperatura, observamos que todas as medidas apresentam um típico comportamento paramagnético, com exceção das amostras que apresentam maiores concentração molar para o cobalto, onde verificamos um aumento da susceptibilidade magnética a baixa temperatura para as amostras SCS 04, SCS 05 e como maior evidencia para amostra SCS 06.

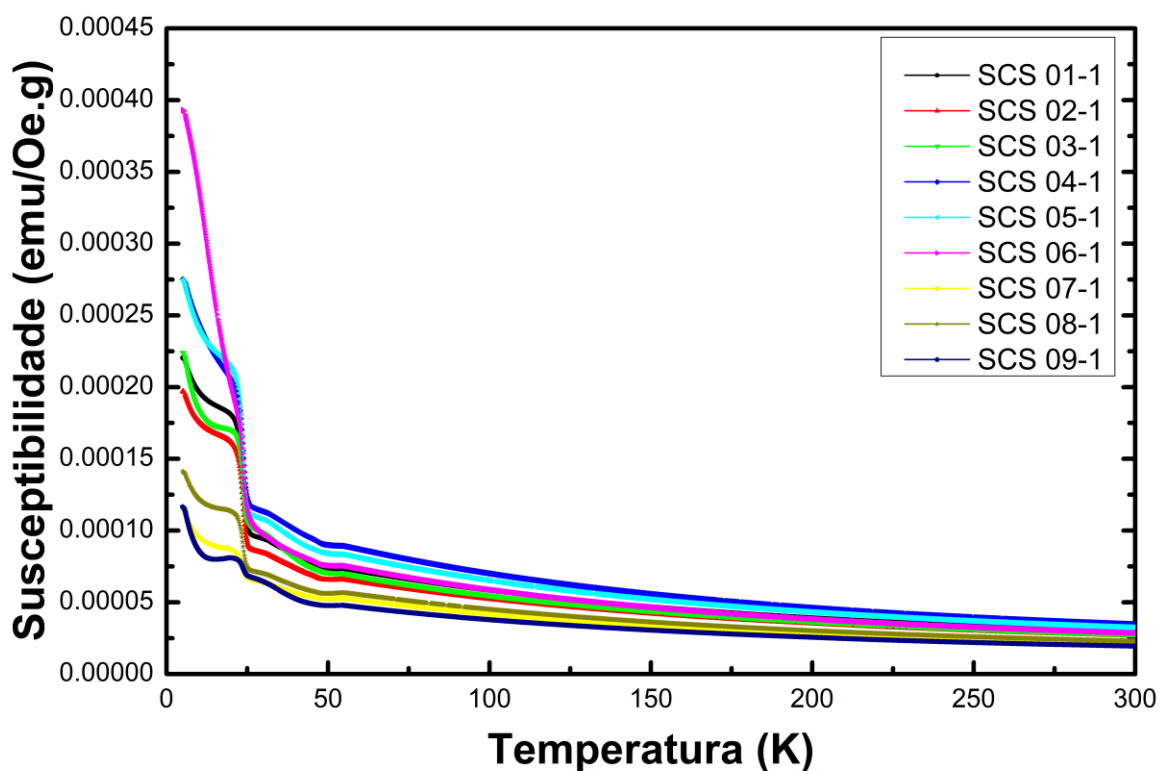


Figura 73 - Curvas de susceptibilidade magnéticas em função da temperatura da série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1.

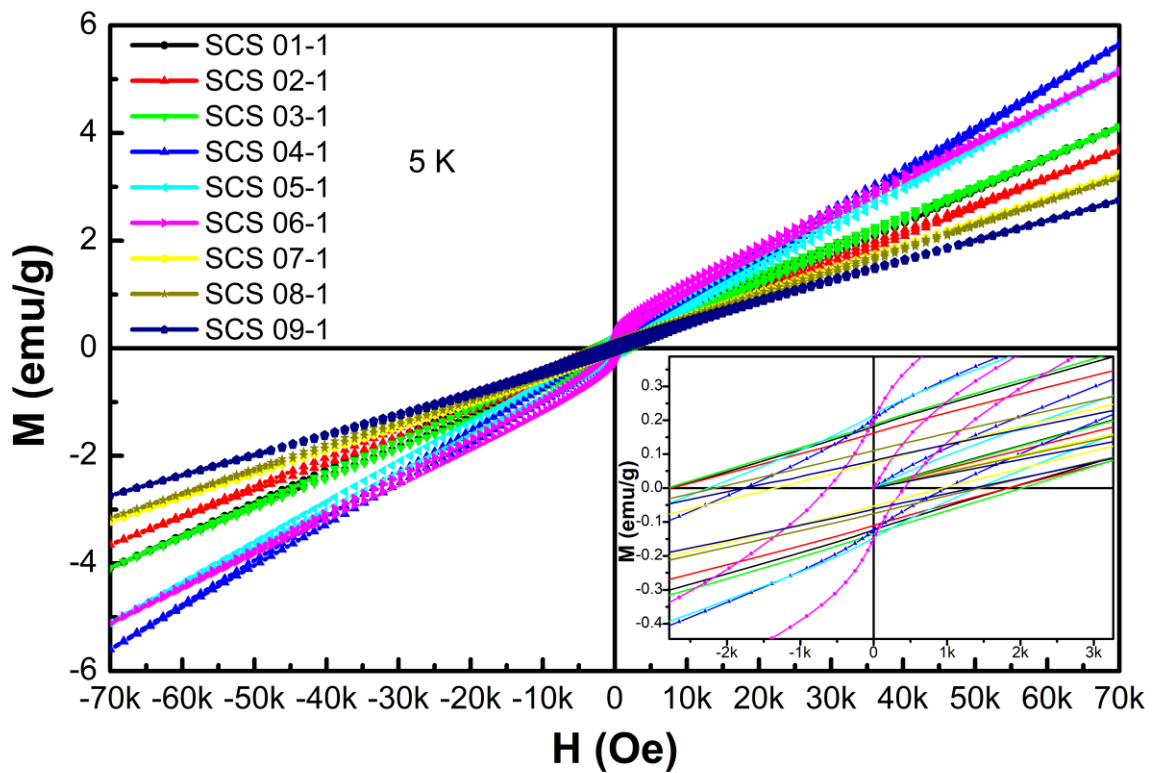
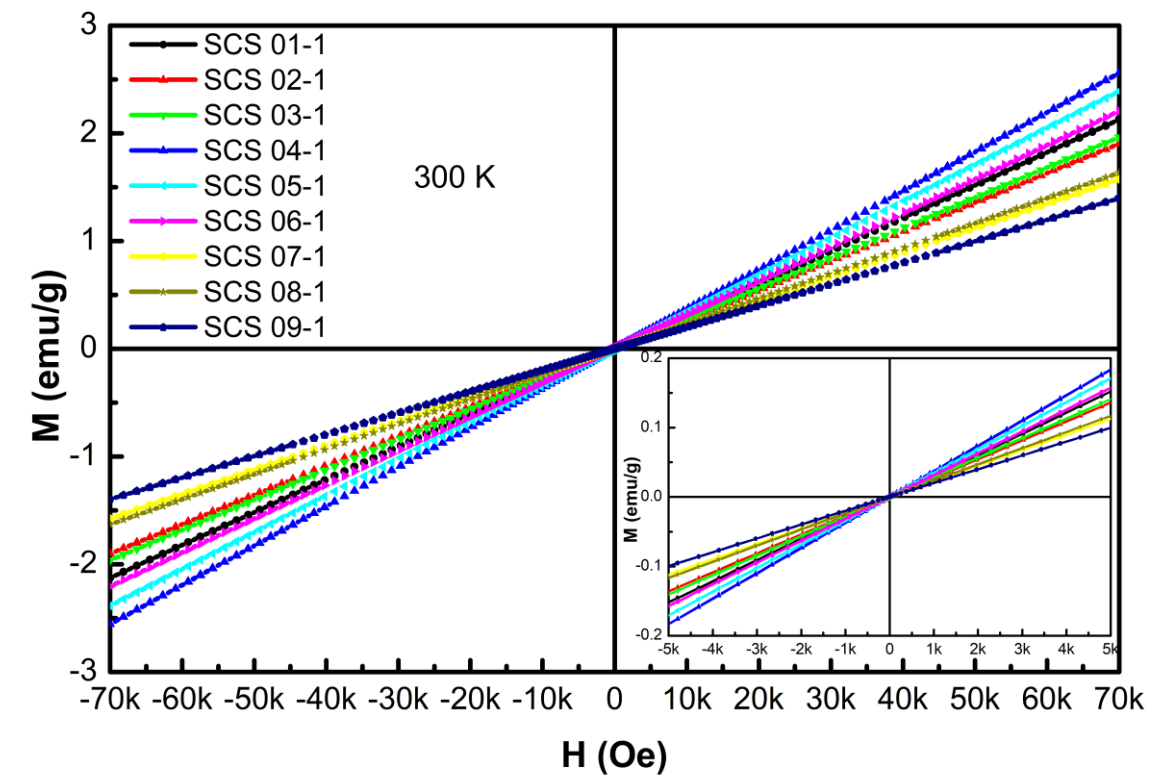


Figura 74 - Curvas de magnetização em função do campo aplicado (MvsH) realizadas em 300 K e 5 K na série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1. Em detalhe a ampliação do gráfico da região em baixo campo.

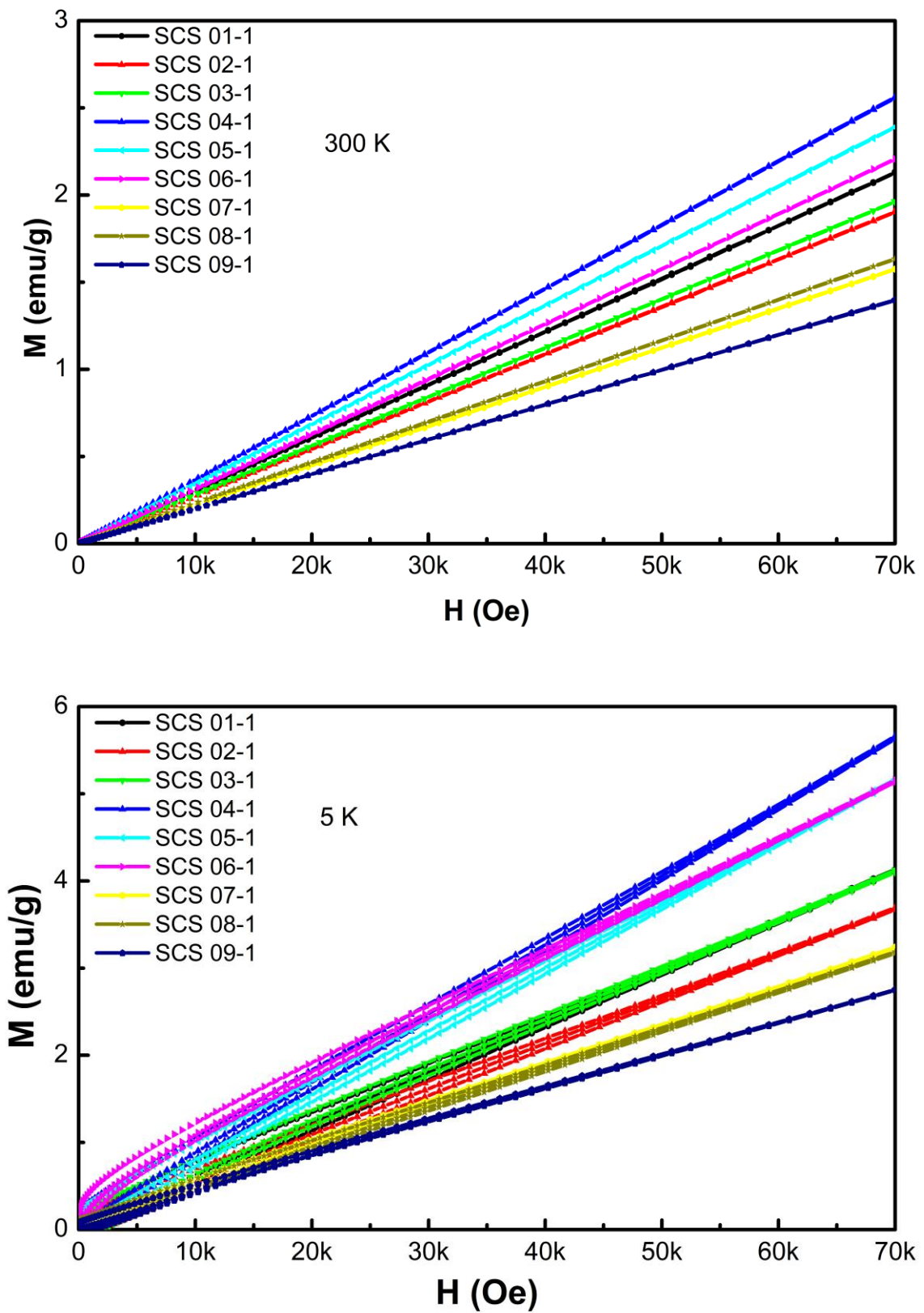


Figura 75 - Curvas de magnetização em função do campo aplicado (MvsH) realizadas em 300 K e 5 K na série de amostras SCS 01-1 a SCS 09-1.

8. CONCLUSÕES E SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

8.1 Conclusões Finais

As amostras a base de cobalto, silício e telúrio ($Co_xSi_yTe_z$) foram desenvolvidas em diferentes configurações molares pelo método de síntese combustão em solução assistida via micro-ondas com posterior processo de calcinação, obtendo-se estruturas moleculares estáveis característicos de um novo nanocompósito, conforme demonstrado pelos resultados das técnicas de caracterizações.

Através das micrografias MET e MEV observamos as características morfológicas e dimensionais das amostras, sugerindo diferentes formas como: nanobastões, nanoporos, nanocilindros e agregados de nanopartículas com predominância esféricas polidispersas com dimensões inferiores a 30 nm.

As análises dos dados de espectroscopia de energia dispersiva de raios x, demonstraram a presença dos elementos (Co, Si, Te) na maioria das amostras, bem como a presença do elemento oxigênio relacionado com processo de oxidação, devido a síntese ter sido realizada em um ambiente atmosférico não controlado.

Nas medidas de difração de raios X, os estudos das amostras demonstraram a presença de sistemas multifases e monofase conforme o processo de síntese, através do refinamento dos dados realizou-se o levantamento dos parâmetros cristalográficos e o diâmetro médio das nanoestruturas, onde obtivemos informações isoestruturais característico da estrutura $Co_8(Si_4O_{12})_2Te_{12}$ (ICDD-50702), as dimensões dos cristalitos do conjunto de amostras variaram entre 40 a 100 nm, nos sistemas monofásicos a média do diâmetro ficou entre $(14,9 \pm 0,4)$ nm a $(29,3 \pm 0,9)$ nm.

As características termogravimétricas foram realizadas somente nas amostras sem o processo de calcinação para observação do comportamento térmico, onde indicaram um aumento da massa das amostras nas temperaturas entre 500 e 600 °C característicos dos processos de oxidação.

As medidas de FTIR apresentam valores das ligações moleculares característicos dos compostos utilizados neste estudo, corroborando com a

identificação da estrutura reforçando o desenvolvimento do nanocompósito proposto. No estudo dos dados de UV-VÍS observamos os comportamento das transições eletrônicas das diferentes amostras desenvolvidas, bem como aliado com o método de Tauc foi possível coletar as energias do band gap.

Nas medidas magnéticas o comportamento observado é característico de materiais paramagnéticos, com exceção das amostras SCS 04, SCS 05 e SCS 06 que apresentaram comportamento ferromagnéticos em baixas temperaturas, sendo evidencias nas curvas de susceptibilidade magnéticas em função da temperatura.

Os resultados obtidos no presente estudo mostram-se promissores, devido ser o pioneiro no desenvolvimento de um novo nanocompósito com os elementos cobalto, silício e telúrio, contribuindo para futuras pesquisas relacionadas ao nanocompósito e suas potenciais aplicações.

8.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

Com base nos resultados evidenciado neste trabalho são propostas algumas sugestões para estudos complementares do nanocompósito $Co_xSi_yTe_z$:

Melhorias no processo de síntese, realização da síntese em ambientes com atmosfera controlada, utilização de novos combustíveis orgânicos entre outros;

Realizar novas análises estruturais para identificação da composição molar ideal para formação de uma nanoestrutura monofásica estável e suas ligações moleculares.

Fazer estudos ópticos das radiações infravermelha, visível e ultravioleta por meio das técnicas absorção, espalhamento, refletância, transmitância e medidas de fotoluminescência e microluminescência.

Realizar análises magnéticas dos nanocompositos com estruturas monofásicas, levantar as medidas elétricas através dos dados de correntes e tensão e desenvolver testes magnético-óptico-elétrico sugerindo potenciais aplicações.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ZARBIN, Aldo JG. Química de (nano) materiais. **Química Nova**, v. 30, n. 6, p. 1469-1479, 2007.
- [2] MARTINS, Manuel A.; TRINDADE, Tito. Os nanomateriais e a descoberta de novos mundos na bancada do químico. **Química nova**, v. 35, n. 7, p. 1434-1446, 2012.
- [3] KOCH, Carl C. **Nanostructured materials: processing, properties and applications**. 2^o ed. Norwich, NY, U.S.A: William Andrew, 2006.
- [4] GOGOTSI, Yury (Ed.). **Nanomaterials handbook**. CRC press, 2006.
- [5] JEEVANANDAM, Jaison et al. Review on nanoparticles and nanostructured materials: history, sources, toxicity and regulations. **Beilstein journal of nanotechnology**, v. 9, n. 1, p. 1050-1074, 2018.
- [6] AZNANO. **Nanocomposites - Classification Types, Potential Applications, Interactions and Novel Nanocomposites**. Disponível em: <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=1283>. Acesso em: 02 maio 2020.
- [7] CAMARGO, Pedro Henrique Cury; SATYANARAYANA, Kestur Gundappa; WYPYCH, Fernando. Nanocomposites: synthesis, structure, properties and new application opportunities. **Materials Research**, v. 12, n. 1, p. 1-39, 2009. doi: 10.1590/S1516-14392009000100002.
- [8] KUMAR, S. K.; KRISHNAMOORTI, R. Nanocomposites: Structure, Phase Behavior, and Properties. Annual Rev. Chem. **Biomol. Eng**, v. 1, p. 37, 2010. doi: 10.1146/annurev-chembioeng-073009-100856.
- [9] VOLLATH, Dieter. **Nanomaterials: An Introduction to Synthesis, Properties and Applications**. 2. ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2013.
- [10] ZAVALA, M. Garduño. **Fabricación de nanopartículas metálicas para aplicaciones fotovoltaicas**. 2011. Tese de Doutorado. Tesis Magistral, Instituto Politécnico Nacional de México.

- [11] BHATT, Aarti Sripathi et al. Microwave-assisted synthesis and magnetic studies of cobalt oxide nanoparticles. **Materials Chemistry and Physics**, v. 125, n. 3, p. 347-350, 2011. doi: 10.1016/j.matchemphys.2010.11.003.
- [12] MANGOLINI, Lorenzo. Síntese, propriedades e aplicações de nanocristais de silício. **Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotecnologia e Microeletrônica: Materiais, Processamento, Medição e Fenômenos**, v. 31, n. 2, pág. 020801, 2013. doi: 10.1116/1.4794789.
- [13] JHA, A. et al. Review on structural, thermal, optical and spectroscopic properties of tellurium oxide based glasses for fibre optic and waveguide applications. **International Materials Reviews**, v. 57, n. 6, p. 357-382, 2012. doi: 10.1179/1743280412Y.0000000005.
- [14] NATIONAL RESEARCH COUNCIL et al. **Small wonders, endless frontiers: A review of the National Nanotechnology Initiative**. National Academies Press, 2002.
- [15] AMERICANELEMENTS. **Nanomaterials & Nanoparticles**. Disponível em: <https://www.americanelements.com/nanomaterials-nanoparticles-nanotechnology.html>. Acesso em: 06 abr. 2020.
- [16] ALAGARASI, A. Capítulo-Introdução aos Nanomateriais. **Instituto Indiano de Tecnologia Madras**, p. 1-24 de 2013.
- [17] DE SOUZA MARCONE, Glauciene Paula. Nanotecnologia e Nanociência: Aspectos Gerais, aplicações e perspectivas no contexto do Brasil. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia-ISSN: 1984-5693**, v. 7, n. 2, p. 1, 2016.
- [18] GUPTA, A. K.; TIWARI, K. K. Synthesis of Nanomaterials and their selected Applications: A Review. **Res. Rev. Int. J. Multidiscip**, vol. 3085, n° 01, p. 741–743, 2019.
- [19] JEON, In-Yup. Baek, Jong-Beom. **Nanocomposites derived from polymers and inorganic. Nanoparticles Materials**, p. 3654-3674, 2010.doi: 10.3390/ma3063654.
- [20] LIU, Jian et al. Magnetic nanocomposites with mesoporous structures:

- synthesis and applications. **Small**, v. 7, n. 4, p. 425-443, 2011. doi: 10.1002/smll.201001402.
- [21] ROMEIRO, F. C. **Controle das propriedades estruturais, ópticas e eletrocatalíticas de nanocompósitos de óxidos semicondutores obtidos por aquecimento com microondas**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2018.
- [22] FERMINO, D. M. **Estudo das propriedades mecânicas, reológicas e térmicas de nanocompósito de HMSPP (polipropileno com alta resistência do fundido) com uma bentonita Brasileira**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2015.
- [23] MORAES, Samara Boaventura de; BOTAN, Rodrigo; LONA, Liliane Maria Ferrareso. Synthesis and characterization of polystyrene/layered hydroxide salt nanocomposites. **Quím. Nova**, São Paulo , v. 37, n. 1, p. 18-21, 2014 . doi: 10.1590/S0100-40422014000100004.
- [24] MANSUR, Herman Sander. Quantum dots and nanocomposites. **Wiley Interdisciplinary Reviews: Nanomedicine and Nanobiotechnology**, v. 2, n. 2, p. 113-129, 2010. doi: 10.1002/wnan.78.
- [25] AMERICANELEMENTS. **Cobalt (Co)** . Disponível em: <https://www.americanelements.com/co.html>. Acesso em: 10 jun. 2020.
- [26] ISMAIL, Ahmed SM et al. Atomic-Scale Investigation of the Structural and Electronic Properties of Cobalt–Iron Bimetallic Fischer–Tropsch Catalysts. **ACS Catalysis**, v. 9, n. 9, p. 7998-8011, 2019. doi: 10.1021/acscatal.8b04334.
- [27] WU, Nianqiang et al. Interaction of fatty acid monolayers with cobalt nanoparticles. **Nano letters**, v. 4, n. 2, p. 383-386, 2004. doi: 10.1021/nl035139x.
- [28] SARGENTELLI, Vagner; FERREIRA, Antonio P. Nanopartículas magnéticas: o cobalto. **Eclética Química**, v. 35, n. 4, p. 153-163, 2010. doi: 10.1590/S0100-46702010000400020.
- [29] HODGE, F. Galen; DOMINEY, Larry. Cobalt and cobalt alloys. **Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology**, 2000. doi:

10.31399/asm.hb.mhde2.a0003148.

- [30] DINEGA, Dmitry P.; BAWENDI, M. G. A solution-phase chemical approach to a new crystal structure of cobalt. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 38, n. 12, p. 1788-1791, 1999. doi: 10.1002/(SICI)1521-3773(19990614)38:12<1788::AID-ANIE1788>3.0.CO;2-2.
- [31] KOBAYASHI, Yoshio et al. Preparation and properties of silica-coated cobalt nanoparticles. **The Journal of Physical Chemistry B**, v. 107, n. 30, p. 7420-7425, 2003. doi: 10.1021/jp027759c.
- [32] NANOSHEL. **Silicon-nanoparticle**. Disponível em: <https://www.nanoshel.com/silicon-nanoparticle>. Acesso em: 20 jun. 2020.
- [33] AMERICAN ELEMENTS. **Silicon (Si)**. Disponível em: <https://www.americanelements.com/si.html>. Acesso em: 20 jun. 2020.
- [34] TILLI, Markku et al. (Ed.). **Handbook of silicon based MEMS materials and technologies**. Elsevier, 2020.
- [35] BERGERO, Luca; SGLAVO, Vincenzo M.; SORARU, Gian Domenico. Processing and Thermal Shock Resistance of a Polymer-Derived MoSi₂/SiCO Ceramic Composite. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 88, n. 11, p. 3222-3225, 2005. doi: 10.1111/j.1551-2916.2005.00550.x.
- [36] DASOG, Mita et al. Silicon Nanocrystals and Silicon-Polymer Hybrids: Synthesis, Surface Engineering, and Applications. **Angewandte Chemie International Edition**, v. 55, n. 7, p. 2322-2339, 2016. doi: 10.1002/anie.201506065.
- [37] AMERICAN ELEMENTS. **Tellurium (Te)**. Disponível em: <https://www.americanelements.com/tellurium.html>. Acesso em: 22 jun. 2020.
- [38] CHIVERS, Tristram; LAITINEN, Risto S. Tellurium: a maverick among the chalcogens. **Chemical Society Reviews**, v. 44, n. 7, p. 1725-1739, 2015. doi: 10.1039/c4cs00434e.
- [39] BA, Lalla Aicha et al. Tellurium: an element with great biological potency and potential. **Organic & biomolecular chemistry**, v. 8, n. 19, p. 4203-4216, 2010. doi: 10.1039/c0ob00086h.

- [40] WANG, Yan et al. Synthesis and optical properties of composition-tunable and water-soluble $Zn_xCd_{1-x}Te$ alloyed nanocrystals. **Journal of crystal growth**, v. 308, n. 1, p. 19-25, 2007. doi: 10.1016/j.jcrysgro.2007.07.045.
- [41] DAHAL, Bishnu R. et al. Electrical transport and magnetic properties of cobalt telluride nanostructures. **Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena**, v. 34, n. 5, p. 051801, 2016. doi: 10.1116/1.4959576.
- [42] PATIL, Supriya A. et al. Formation of semimetallic cobalt telluride nanotube film via anion exchange tellurization strategy in aqueous solution for electrocatalytic applications. **ACS applied materials & interfaces**, v. 7, n. 46, p. 25914-25922, 2015. doi: 10.1021/acsami.5b08501.
- [43] TONIOLO, J. C. **Influência da razão combustível-oxidante nas características de óxidos nanoestruturados sintetizados por combustão em solução**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2009.
- [44] DEGANELLO, Francesca; TYAGI, Avesh Kumar. Solution combustion synthesis, energy and environment: Best parameters for better materials. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v. 64, n. 2, p. 23-61, 2018. doi: 10.1016/j.pcrysgrow.2018.03.001.
- [45] VITOR, P. A. M. et al. Preparação e caracterização de espinélio $MgAl_2O_4$ nanoestruturado através de síntese por combustão em solução. **Cerâmica**. vol.62, n.363, pp.230-236, 2016.
- [46] MEDEIROS, R. L. B. A. et al. Síntese de $MgAl_2O_4$ por combustão assistida por micro-ondas: influência dos parâmetros de síntese na formação e na estrutura cristalina. **Cerâmica**, v. 62, n. 362, p. 191-197, 2016.
- [47] FARINA, M. **Uma introdução à microscopia eletrônica de transmissão**. 1^o ed. Rio de Janeiro: Livraria da Física, 2010.
- [48] KIM, Bojeong; HOCELLA JR, Michael F. Analytical transmission electron microscopy and scanning transmission electron microscopy techniques for the characterization of nanomaterial composition, phase and crystallinity. In:

- Frontiers of Nanoscience**. Elsevier, 2015. p. 123-152.
- [49] REIMER, Ludwig. Energy-filtering transmission electron microscopy. In: **Advances in electronics and electron physics**. Academic Press, 1991. p. 43-126.
- [50] ZUO, Jian Min; SPENCE, John CH. **Advanced transmission electron microscopy**. vol. 105, n° 1. New York, NY: Springer New York, 2017.
- [51] INKSON, B. J. Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization. In: **Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods**. Woodhead Publishing, 2016. p. 17-43.
- [52] DEDAVID, Berenice Anina; GOMES, Carmem Isse; MACHADO, Giovanna. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.
- [53] DE ASSUMPTÃO PEREIRA-DA-SILVA, Marcelo; FERRI, Fabio A. Scanning Electron Microscopy. In: **Nanocharacterization Techniques**. William Andrew Publishing, 2017. p. 1-35.
- [54] GOLDSTEIN, Joseph I. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. 4^o ed. New York, NY: Springer, New York, NY, 2018.
- [55] GOODHEW, Peter J.; HUMPHREYS, John. **Electron microscopy and analysis**. CRC Press, 2001.
- [56] SANTOS, Elenir Souza et al. Espectrometria de Fluorescência de Raios-X na determinação de espécies químicas. **Enciclopédia biosfera**, v. 9, n. 17, p. 3413-3432, 2013..
- [57] YESILKIR-BAYDAR, Serap et al. Evaluation techniques. In: **Nanobiomaterials Science, Development and Evaluation**. Woodhead Publishing, 2017. p. 211-232.
- [58] NGO, Phuc D. Energy dispersive spectroscopy. In: **Failure Analysis of Integrated Circuits**. Springer, Boston, MA, 1999. p. 205-215. doi: 10.1007/978-1-4615-4919-2_12.

- [59] BICHINHO, K. M. **Utilização da técnica de espectrometria de fluorescência de raios X para determinação de resíduos catalíticos em polímeros comerciais**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2008.
- [60] HODOROABA, Vasile-Dan. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). In: **Characterization of Nanoparticles**. Elsevier, 2020. p. 397-417.
- [61] MISHRA, Raghvendra Kumar; ZACHARIAH, Ajesh K.; THOMAS, Sabu. Energy-dispersive X-ray spectroscopy techniques for nanomaterial. In: **Microscopy Methods in Nanomaterials Characterization**. Elsevier, 2017. p. 383-405.
- [62] CULLITY, B. D. Elements of x-ray diffraction second edition. **by Addison-Wesley Publishing Co., Inc., Mas-sachusetts**, p. 99-106, 1978.
- [63] BLEICHER, Lucas; SASAKI, José Marcos. Introdução à difração de raios-X em cristais. **Universidade Federal do Ceará**, p. 1-20, 2000.
- [64] FABIAN, F. A. **Estudo das Propriedades Estruturais e Magnéticas dos Compostos $YFe_{1-x}Cr_xO_3$ e $(Y,TR)CrO_{3+y}$ (TR = Dy, Gd, Nd e Pr)**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Sergipe. São Cristóvão, SE. 2016.
- [65] MONSHI, A.; et al. Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. **World J. Nano Sci. Eng.**, vol. 02, n° 03, p. 154–160, 2012, doi: 10.4236/wjnse.2012.23020.
- [66] BLEICHER, L.; SASAKI, J. M.; PAIVA SANTOS, C. O. Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS. **J. Appl. Crystallogr.**, vol. 33, n° 4, p. 1189–1189, ago. 2000, doi: 10.1107/S0021889800005410.
- [67] GUARNIERI, A. A. **Utilização do Método de Rietveld no Estudo Estrutural dos Compostos $K_2Mo_xW_{(1-x)}O_4$** . Tese de Doutorado. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, MG. 2005.
- [68] MENCZEL, J. D.; PRIME, R. B. **Thermal Analysis of Polymers**. Hoboken. NJ. USA: John Wiley & Sons, Inc.. 2009.
- [69] LORACHIRO, M. G. **Fundamentos da Termogravimetria: Análise Térmica**

- Diferencial, Calorimetria Exploratória Diferencial.** vol. 39, nº 5. 2004.
- [70] DENARI, G. B.; CAVALHEIRO, É. T. G. **Princípios e Aplicações de Análise Térmica**, Unirversidade de São Paulo, São Carlos - SP, 2012.
- [71] STUART, B. H. **Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications.** Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2004.
- [72] CUNHA, D. A. S.; et al. Aplicações de espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier (FTIR) para caracterização de complexos. **Eneplex**, p. 12, 2014.
- [73] BERNA, F. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). in **Encyclopedia of Earth Sciences Series**. 2017. p. 285–286.
- [74] PASQUINI, Celio. Near infrared spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. **Journal of the Brazilian chemical society**, v. 14, n. 2, p. 198-219, 2003.
- [75] PERKAMPUS, Heinz-Helmut. Recent developments in UV-VIS spectroscopy. In: **UV-VIS Spectroscopy and Its Applications**. Springer, Berlin, Heidelberg, 1992. p. 81-130.
- [76] MOREIRA, Alex Ferreira; SANTOS, S. R. B.; JUNIOR, AG Costa. Construção e caracterização de um fotômetro destinado ao uso de aulas experimentais de química sobre a lei de Beer-Lambert. **Holos**, v. 2, p. 142-151, 2016. doi: 10.15628/holos.2016.4016.
- [77] KAROUI, Romdhane. Spectroscopic Technique: Fluorescence and Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectroscopies. In: **Modern techniques for food authentication**. Academic Press, 2018. p. 219-252..
- [78] NOELLE, Andreas et al. UV/Vis+ Photochemistry Database: Structure, Content and Applications. **Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer**, p. 107056, 2020. doi: 10.1016/j.jqsrt.2020.107056.
- [79] ALESSIO, P.; et al. Spectroscopic Techniques for Characterization of Nanomaterials. in **Nanocharacterization Techniques**. nº 2007, SÃO PAULO, BRAZIL: Elsevier, 2017, p. 65–98.

- [80] COEY, John MD. **Magnetism and magnetic materials**. Cambridge university press, 2010.
- [81] CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2^o ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, 2008.
- [82] SAMPAIO, Luiz C. et al. Técnicas de magnetometria. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, 2000.
- [83] GOMES, N. C. S. **Síntese e caracterização das propriedades estruturais e magnéticas de filmes finos de SnO₂ dopados com o elemento ferro para aplicação como sensores do gás metano**. Tese de Doutorado. Universidade de Brasília, UnB. Brasília, DF. 2017.
- [84] FRANCISQUINI, E.; et al. Nanopartículas Magnéticas e suas Aplicações, in **Química Supramolecular e Nanotecnologia**. 2014, p. 269.
- [85] AQUINO, J. C. R. **Síntese e caracterização das propriedades magnéticas de nanoestruturas de SnO₂ dopadas com íons magnéticos**. Tese de Doutorado. Universidade de Brasília, UnB. Brasília, DF. 2019.
- [86] FIZ KARLSRUHE, Leibniz Institute for Information Infrastructure. **ICSD - Basic Search & Retrieve**. Disponível em: http://icsd-fiz-karlsruhe-de_proxy.dotlib.com.br/search/basic.xhtml. Acesso em: 20 jul. 2020.
- [87] ICSD **Details on Search Result, p. 7–9, 2019**. Disponível em: http://icsd-fiz-karlsruhe-de_proxy.dotlib.com.br/search/basic.xhtml. Acesso em: 26 jul. 2020.
- [88] BRIGGS, D.; RIVIERE, J. C. Spectral interpretation. **Practical surface analysis**, v. 1, p. 85-141, 1983.
- [89] NAKAMOTO, K. **Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part A: Theory and Applications in Inorganic Chemistry**. Sixth Edition. 2008.
- [90] IDALGO, E.; ARAÚJO, E. B. Structural and thermal properties of tellurite 20Li₂O-80TeO₂ glasses. **Cerâmica**, v. 53, n. 327, p. 325-333, 2007. doi: 10.1590/S0366-69132007000300018.
- [91] VAHUR, Signe et al. ATR-FT-IR spectral collection of conservation materials in

- the extended region of 4000-80 cm^{-1} . **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 408, n. 13, p. 3373-3379, 2016. doi: 10.1007/s00216-016-9411-5.
- [92] CHEMISTRY LIBRETEXTS. **Infrared: Interpretation**. Disponível em: [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_\(Physical_and_Theoretical_Chemistry\)/Spectroscopy/Vibrational_Spectroscopy/Infrared_Spectroscopy/Infrared%3A_Interpretation](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_(Physical_and_Theoretical_Chemistry)/Spectroscopy/Vibrational_Spectroscopy/Infrared_Spectroscopy/Infrared%3A_Interpretation). Acesso em: 22 jul. 2020.
- [93] KAMINSKIENĚ, Ž. et al. Evaluation of Optical Properties of Ag, Cu, and Co Nanoparticles Synthesized in Organic Medium. **Acta Physica Polonica, A**, v. 123, n. 1, 2013. doi: 10.12693/APhysPolA.123.111.
- [94] TAUC, J.; MENTH, A. Optical processes in solids. **J. Non-Cryst. Solids**, v. 8, p. 569, 1972. doi: 10.1016/0022-3093(72)90194-9.
- [95] MAKUŁA, Patrycja; PACIA, Michał; MACYK, Wojciech. How To Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV–Vis Spectra. **J. Phys. Chem. Lett.** vol. 9, n^o 23, p. 6814–6817, dez. 2018, doi: 10.1021/acs.jpcclett.8b02892.
- [96] QUEIROZ, J. C. A.; et al. Medição do gap óptico de filmes finos por meio das propriedades ópticas. **HOLOS**. vol. 3, p. 446–455, set. 2018, doi: 10.15628/holos.2018.4826.
- [97] HAMAM, Khalil J.; ALOMARI, Mohammed I. A study of the optical band gap of zinc phthalocyanine nanoparticles using UV–Vis spectroscopy and DFT function. **Applied Nanoscience**, v. 7, n. 5, p. 261-268, 2017. doi: 10.1007/s13204-017-0568-9.
- [98] LIU, Pei et al. Optical bandgap of single-and multi-layered amorphous germanium ultra-thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 119, n. 1, p. 014304, 2016. doi: 10.1063/1.4939296.
- [99] L. Houben , M. Luysberg , P. Hapke , R. Carius , F. Finger & H. Wagner (1998) Structural properties of microcrystalline silicon in the transition from highly crystalline to amorphous growth, *Philosophical Magazine A*, 77:6, 1447-1460,

DOI: 10.1080/01418619808214262.

- [100] Mahendra Kumar Trivedi, Rama Mohan Tallapragada, Alice Branton, Dahryn Trivedi, Gopal Nayak, et al.. Evaluation of Atomic, Physical and Thermal Properties of Tellurium Powder: Impact of Biofield Energy Treatment. *Journal of Electrical & Electronic Systems*, OMICS Publishing Group, 2015, 4 (3). (hal-01482931).
- [101] Mansur S. A. A., Spectrothermal studies on the decomposition course of cobalt oxysalts, *Materials Chemistry and Physics*, 36 (1994) 317-323.