



ÓXIDO DE ZINCO OBTIDO POR SÍNTESE SOL-GEL: ESTUDO COMPARATIVO DE DESEMPENHO FRENTE AO ZnO COMERCIAL EM TINTA

Gustavo G. Dias¹; Rafaela L. Melgareijo¹; Iara Janaina Fernandes²

¹ Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS, curso de Engenharia Química

² Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS, orientadora e professora.

rafaela.melgareijo@edu.unisinos.br

diasgustavo@edu.unisinos.br

iarajf@unisinos.br

Palavras-Chave: ZnO, Síntese sol-gel, Tintas anticorrosivas cb

Introdução

O desenvolvimento de nanopartículas metálicas com características controladas tornou-se um dos temas de maior interesse na área da nanotecnologia. Para a obtenção desses materiais, diferentes rotas de síntese têm sido exploradas, abrangendo métodos em fase gasosa, líquida e sólida. Entre as técnicas mais empregadas destacam-se técnica de deposição física de vapor, deposição química de vapor, sputtering, método sol-gel, além de diversos métodos de via litografia ou moagem. A escolha assertiva do método de síntese influencia diretamente nas propriedades que serão obtidas no nanomaterial, desde aspectos estruturais, físico-químicos e funcionais da partícula (SANDERS, 2019).

O método Sol-Gel, uma das principais vias de sínteses de nanomateriais, é uma técnica de síntese química baseada na transição de um sistema líquido para um sólido por meio da formação de uma rede tridimensional. Inicialmente, temos uma solução chamada “sol”, que é composta por precursores químicos dissolvidos em um solvente. Esses precursores geralmente são alcóxidos ou acetatos metálicos. O método se destaca por permitir um excelente controle do tamanho e da distribuição das nanopartículas, o que é essencial para aplicações em nanotecnologia.

Os óxidos metálicos constituem uma classe importante de nanomateriais devido à ampla diversidade de composições químicas e ao grande número de aplicações tecnológicas associadas. Em escala nanométrica, esses materiais normalmente apresentam propriedades diferenciadas em relação às suas formas convencionais, incluindo elevada área superficial, maior reatividade química e desempenho aprimorado em diversas aplicações. Entre os diferentes óxidos metálicos, o óxido de zinco (ZnO) destaca-se por sua baixa toxicidade, elevada biocompatibilidade e versatilidade funcional, características que favorecem seu emprego em dispositivos tecnológicos, indústria cosmética, tintas, além de algumas aplicações emergentes como produção de hidrogênio por fotocatalise e conversão e armazenamento de energia.

O interesse industrial pelo ZnO na forma nanométrica tem crescido significativamente nos últimos anos. Esse aumento está relacionado às suas propriedades ópticas, catalíticas, antimicrobianas e de proteção contra radiação ultravioleta. Atualmente, um dos principais usos de ZnO nanoparticulado é em produtos cosméticos, que são amplamente utilizados em



formulações de protetores solares devido à sua eficiência na absorção e dispersão da radiação UV. Além disso, esse material encontra aplicações em sistemas de revestimento anticorrosivo, como em tintas navais com propriedades anti corrosivas e anti incrustantes, visto que partículas de zinco possuem alta capacidade de combate a algas e bactérias, mas sendo não-tóxicas a vida marinha (RAMTHUM, 2024).

Dessa forma, o presente trabalho busca sintetizar óxido de zinco pelo método sol-gel e avaliar seu desempenho em tintas frente ao ZnO comercial, comparando eficiência anticorrosiva e comportamento térmico/fotoquímico.

Material e Métodos

O presente trabalho foi desenvolvido com base no artigo Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles via Sol-Gel Route and Their Characterization, de 2015, escrito por Alwan et al, que descreve a síntese de óxido de zinco (ZnO) nanoparticulado pelo método sol-gel. A metodologia foi conduzida em duas aulas práticas de laboratório, com intervalo de uma semana entre elas.

Inicialmente, realizou-se o ajuste da base de cálculo estequiométrico com o objetivo de produzir 10g de ZnO, enquanto no artigo de referência a produção relatada era de 2,33g. Para isso, foram transferidos 27 g de acetato de zinco P.A. em 860 mL de água deionizada em um béquer, mantendo-se o sistema sob agitação em agitador magnético por 40 minutos, até completa dissolução do sal. Após essa etapa, iniciou-se o aquecimento controlado da solução, mantendo a temperatura entre 48 e 54 °C, simultaneamente à adição de 1290 mL de etanol absoluto. Essa etapa foi realizada ao longo de 40 minutos, com controle rigoroso da temperatura, a fim de evitar a evaporação do etanol. Em seguida, adicionaram-se, gota a gota, 8 mL de peróxido de hidrogênio (35%, 130 V, P.A.), mantendo a agitação por mais 45 minutos. Ao final dessa etapa, a solução foi coberta com parafilm e armazenada sob refrigeração a 5 °C por uma semana para o envelhecimento do gel. Na etapa subsequente, o béquer foi submetido à estufa a 80 °C por 1 hora. No entanto, não foi observada evolução significativa na evaporação do solvente. Dessa forma, procedeu-se à separação do sobrenadante, permanecendo o ZnO na forma de gel. Para a obtenção do produto na forma de pó, realizou-se centrifugação por 1 hora a 400 rpm, seguida de nova separação do sobrenadante. O sólido úmido obtido foi então submetido à secagem em estufa a 50 °C por 3 dias, seguida de aquecimento a 105 °C por 1 hora e 30 minutos. Ao final do processo, obteve-se 0,78 g do produto desejado.

Uma fração do material sintetizado foi caracterizada por espectroscopia no infravermelho com acessório de refletância total atenuada (FTIR-ATR) e 0,76g do ZnO obtido foram incorporados a uma tinta alquídica branca, por meio de dispersão em Ultra-Turrax a 5000 rpm por 1 hora. Para fins comparativos, também foram preparados sistemas contendo ZnO padrão, bem como uma tinta de mesma base sem adição de carga. Com o intuito de avaliar a resistência a intempéries, tais como corrosão e radiação ultravioleta (UV), as tintas foram aplicadas em placas metálicas por meio de pistola de pintura do tipo spray. Antes da exposição à névoa salina (Salt Spray), as placas metálicas pintadas receberam uma incisão padronizada em forma de linha central vertical (risco) de modo a expor o substrato metálico diretamente ao meio agressivo e avaliar a resistência ao avanço da corrosão. Posteriormente, esses corpos de prova foram submetidos a ensaios acelerados nos equipamentos Salt Spray e QUV. Por fim, as amostras restantes das tintas preparadas foram avaliadas por TGA, que operou em atmosfera inerte até 500°C e acima disso, até 800°C, em atmosfera oxidativa.



As análises de espectroscopia no infravermelho foram realizadas em espectrômetro FTIR-ATR Cary 630 da Agilent Technologies. As análises termogravimétricas (TGA) foram conduzidas em equipamento TGA 55 da TA Instruments. Os ensaios acelerados de corrosão foram realizados em câmara de névoa salina (Salt Spray) da Equilam e os testes de envelhecimento acelerado por radiação ultravioleta (QUV) foram conduzidos em câmara QUV também da Equilam. Por fim, as medidas colorimétricas para avaliação do amarelamento (Δb) foram realizadas em espectrofotômetro Spectro 700 (Datacolor).

Resultados e Discussão

Síntese Sol-Gel

O procedimento experimental revelou uma discrepância no rendimento em comparação com o artigo base citado anteriormente. Embora os cálculos tenham sido dimensionados para uma massa teórica de 10g de ZnO, obteve-se experimentalmente uma massa inferior a 1g, resultando em um rendimento abaixo de 10%. Essa redução de eficiência pode ser explicada por dois fatores principais no procedimento adaptado. Ao contrário do protocolo de referência (Alwan et al., 2015), onde a evaporação do solvente ocorreu diretamente a 80 °C por várias horas até a secagem completa, a etapa de envelhecimento do sistema sob refrigeração e a subsequente falta de evolução na evaporação térmica podem ter impedido a formação de uma rede tridimensional coesa de gel. Além disso, a remoção do sobrenadante e centrifugação do gel a 400 rpm podem ter removido grande parte dos íons de zinco que ainda estavam solubilizados ou na forma de aglomerados coloidais finos (sóis) que não decantaram. Como a reação química de conversão total em ZnO ocorre majoritariamente durante a desidratação e eliminação térmica dos subprodutos na secagem (Alwan et al., 2015), a necessidade de descartar o líquido sobrenadante para realização das etapas posteriores pode ter eliminado uma parte do precursor que não havia precipitado, reduzindo o rendimento global. Apesar do baixo rendimento, foi possível obter quantidade suficiente de material para a realização das caracterizações e dos ensaios de aplicação em tinta.

Caracterização por Espectroscopia no Infravermelho (FTIR-ATR)

O espectro do ZnO sintetizado (linha roxa) apresenta perfil semelhante ao do ZnO padrão (linha verde), indicando que a síntese produziu um material com composição química compatível com o óxido de zinco comercial. Observa-se uma banda larga na região de aproximadamente 3200-3500 cm^{-1} , atribuída ao estiramento de grupos hidroxila (OH) provenientes de água adsorvida ou hidroxilas superficiais. Esse comportamento é frequentemente observado em nanopartículas de ZnO devido à elevada área superficial. Na região entre 1400 e 1600 cm^{-1} aparecem bandas associadas à deformação angular da água adsorvida e possivelmente a resíduos orgânicos remanescentes do precursor utilizado na síntese. Como foi empregado acetato de zinco, a presença de pequenas quantidades de espécies orgânicas residuais é característica de materiais obtidos por rotas sol-gel.

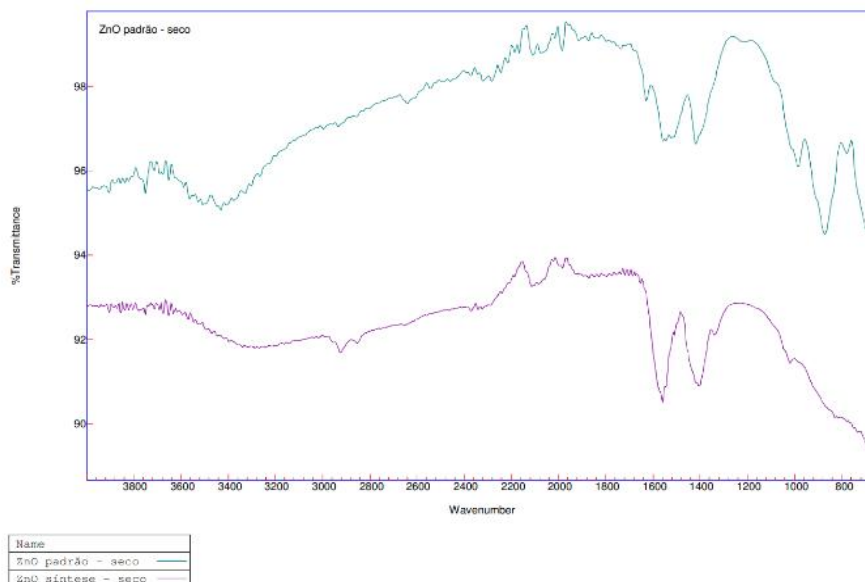


Figura 1: Espectros FTIR-ATR do ZnO sintetizado por método sol-gel e do ZnO padrão comercial.

Ensaio de névoa salina

O ensaio acelerado de corrosão em câmara de Salt Spray forneceu evidências visuais comparativas sobre a eficiência protetiva das cargas inorgânicas dispersas (ZnO). Nas amostras protegidas pela tinta alquídica padrão comercial (isenta de carga), observou-se o colapso do sistema de revestimento. Nas placas com tinta pura, ocorreu um processo corrosivo severo e generalizado, expandindo-se a partir da incisão vertical e cobrindo grande parte da superfície metálica. Em contrapartida, as formulações aditivadas com ZnO comercial em escala micrométrica e com o ZnO sintetizado via rota sol-gel exibiram desempenhos equivalentes entre si e nitidamente superiores à tinta pura. Para ambos os tipos de óxidos, o comportamento nas placas demonstrou que a presença da carga inorgânica delimitou de forma eficiente a frente de ataque galvânico, restringindo o avanço da ferrugem e impedindo o fenômeno de deslocamento catódico (delaminação da tinta ao redor do risco). O fato de o ZnO obtido em laboratório apresentar a mesma eficácia que o padrão comercial indica que, macroscopicamente, o material sintetizado exibe excelente atividade funcional e propriedades adequadas para revestimentos protetivos.



Figura 2: Aspecto visual da placa revestida com ZnO comercial após 1 semana de exposição ao ensaio de Salt Spray.



Figura 3: Aspecto visual da placa revestida com ZnO sintetizado após 1 semana de exposição ao ensaio de Salt Spray.



Figura 4: Aspecto visual da placa revestida sem carga após 1 semana de exposição ao ensaio de Salt Spray.

Ensaio de envelhecimento acelerado (QUV)

Nos ensaios de envelhecimento acelerado por radiação ultravioleta (QUV), observou-se maior amarelamento das tintas contendo ZnO em comparação à formulação sem adição de carga. Embora o ZnO seja amplamente empregado como absorvedor de radiação UV e apresente elevada estabilidade química, sua natureza semicondutora confere ao material atividade fotocatalítica quando exposto à radiação ultravioleta. Segundo Fallatah et al. (2024), o ZnO possui band gap na faixa de 3,30 a 3,37 eV, sendo capaz de gerar pares elétron-lacuna sob irradiação, favorecendo reações fotoeletroquímicas. Essas espécies podem promover a formação de radicais oxidantes capazes de acelerar processos de degradação de componentes orgânicos presentes na matriz da tinta e, como consequência, ocorre alteração da coloração original do revestimento, manifestada pelo aumento do amarelamento observado experimentalmente. O comportamento semelhante apresentado pelas formulações contendo ZnO comercial e ZnO sintetizado sugere que ambos os materiais mantiveram atividade fotoquímica comparada durante o envelhecimento acelerado, indicando que a incorporação do óxido de zinco não contribuiu para a estabilidade de cor do revestimento nas condições avaliadas.

No sistema de cor CIELAB, o eixo b representa a variação entre azul (valores negativos) e amarelo (valores positivos); assim, o Δb corresponde à diferença desse parâmetro em relação a uma referência inicial ou padrão. Dessa forma, foi possível avaliar o amarelamento das amostras de tintas produzidas por espectroscopia para se obter resultados quantitativos após o QUV.

Amostra	Δb
ZnO sintetizado	0,70
ZNO comercial	0,73
Tinta sem carga	0,60

Tabela 1: Resultados de amarelamento de placas metálicas.

Análise Térmica (TGA) da tinta

A análise do gráfico de sobreposição das curvas termogravimétricas evidencia diferenças claras entre o ZnO Síntese, o ZnO Padrão e a amostra de Tinta Pura, especialmente em termos de resíduo final e comportamento térmico. A amostra de Tinta Pura apresenta o maior resíduo ao final do ensaio a 800 °C, estabilizando-se em torno de 24%, indicando maior conteúdo inorgânico ou termicamente estável. O ZnO padrão possui comportamento intermediário, enquanto o ZnO síntese apresenta o menor resíduo final, sugerindo maior presença de componentes voláteis ou orgânicos que são eliminados durante o aquecimento.

Em relação ao perfil de perda de massa, as três amostras demonstram estabilidade inicial até aproximadamente 200 °C. A partir dessa temperatura, ocorre o início da decomposição, com destaque para a faixa entre 300 °C e 400 °C, onde o ZnO síntese apresenta uma perda mais acentuada, indicando decomposição mais intensa. Já a amostra de ZnO comercial exibe uma perda mais gradual, mantendo maior percentual de massa ao longo de todo o aquecimento.

Outro aspecto relevante é o evento térmico observado por volta de 515 °C, onde todas as amostras apresentam uma queda abrupta na massa, seguida por um platô de estabilidade até 800 °C. Esse comportamento sugere a ocorrência de uma etapa final de decomposição ou transformação estrutural comum aos materiais analisados.

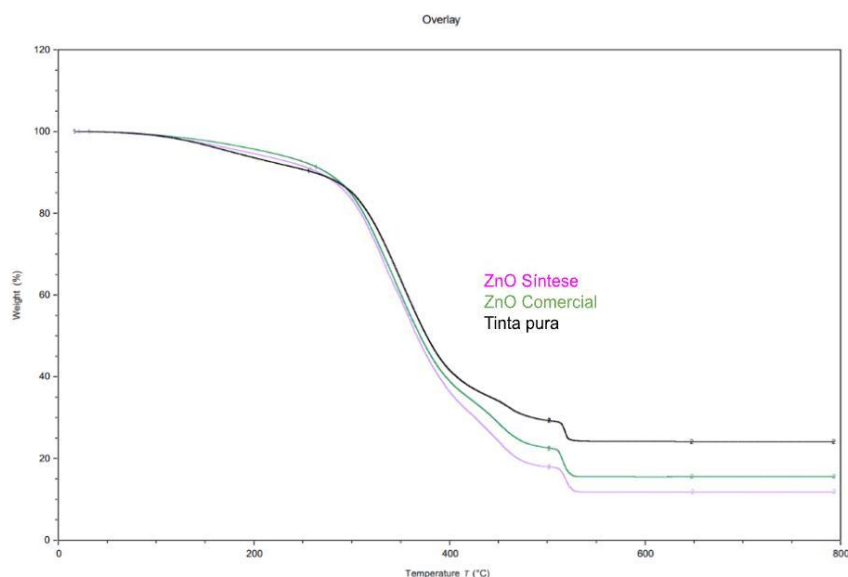


Figura 4: Curvas termográficas das tintas com ZnO sintetizado, ZnO padrão comercial e sem a carga.

Embora o TGA não seja uma técnica adequada para determinação de tamanho de partícula, a maior perda de massa do ZnO síntese em relação ao padrão indica maior teor de



compostos voláteis e resíduos orgânicos (ligantes, surfactantes ou precursores não eliminados totalmente durante a secagem), comportamento coerente com materiais obtidos por rota sol-gel. Essa diferença de composição, no entanto, não permite inferir diretamente o tamanho ou a morfologia das partículas obtidas.

Conclusões

A síntese de óxido de zinco (ZnO) pelo método sol-gel utilizando acetato de zinco como precursor foi bem-sucedida, conforme evidenciado pelos resultados de FTIR-ATR, que apresentaram bandas características compatíveis com as observadas para o ZnO comercial. A incorporação do ZnO sintetizado em formulações de tinta permitiu avaliar sua aplicação como carga funcional em revestimentos protetivos. Nos ensaios de Salt Spray, as amostras contendo ZnO sintetizado apresentaram desempenho semelhante ao observado para as formulações contendo ZnO comercial, demonstrando maior resistência à corrosão quando comparadas à tinta sem adição de carga. Esses resultados indicam que o material obtido contribuiu para o aumento da proteção da superfície metálica frente ao ambiente corrosivo. Por outro lado, os ensaios de envelhecimento acelerado por radiação ultravioleta (QUV) evidenciaram maior amarelamento das formulações contendo ZnO em relação à tinta padrão, sugerindo que a presença do óxido de zinco favorece processos de degradação fotoquímica da matriz orgânica do revestimento sob as condições avaliadas.

Dessa forma, conclui-se que o objetivo de sintetizar ZnO e avaliar sua aplicação em tintas foi alcançado. O material obtido apresentou potencial para aplicação como aditivo anticorrosivo, porém não foi possível confirmar com assertividade sua dimensão nanométrica com as técnicas empregadas. Além disso, o rendimento experimental obtido foi significativamente inferior ao valor previsto pelos cálculos estequiométricos, resultando em uma produção inferior a 1g de ZnO a partir de uma estimativa inicial de 10g. Esse resultado indica baixa eficiência do processo nas condições avaliadas e sugere que a metodologia empregada não se mostra viável para produção em larga escala sem a realização de otimizações que aumentem o rendimento do produto. Estudos complementares utilizando técnicas de caracterização estrutural e morfológica são necessários para confirmar o tamanho das partículas obtidas.

Referências

- ALWAN, R. M. et al. **Synthesis of zinc oxide nanoparticles via sol-gel route and their characterization**. Nanoscience and Nanotechnology, v. 5, n. 1, p. 1-6, 2015. Acesso em 13 maio 2026.
- FALLATAH, A. et al. **Role of morphology on zinc oxide nanostructures for efficient photoelectrochemical activity and hydrogen production**. Materials, v. 17, n. 20, p. 5135, 2024. Acesso em 13 maio 2026.
- KHAN, M. et al. **Diverse comparative studies for preferential binding of graphene oxide and transition metal oxide nanoparticles**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, v. 647, p. 129057, 2022. Acesso em 13 maio 2026.
- MAIA, L. R. **Aplicação de nanopartículas de ZnO no desenvolvimento de tintas com propriedades antiincrustantes**. 2024. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em



Engenharia Naval) – Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Joinville, Joinville, 2024. Acesso em 10 jun 2026.

MOKHTAR, N. et al. **Hydrothermal synthesis of manganese doped zinc oxide wurtzite nanoparticles for supercapacitors: a brief review**. Inorganic Chemistry Communications, v. 170, p. 113311, 2024. Acesso em 10 jun 2026.

SANDERS, Wesley C. **Basic principles of nanotechnology**. Taylor & Francis Group, LLC. 2019.