

Uma adaptação de síntese pelo método pechini para obtenção do CaTiO_3 **An adaptation of pechini method for CaTiO_3 synthesis**

Recebimento dos originais: 12/01/2019

Aceitação para publicação: 13/02/2019

Paulo Henrique Eleuterio Falsetti

Graduando em Licenciatura em Física pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP) – Câmpus Itapetininga

Instituição: Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP) – Câmpus Itapetininga

Endereço: Avenida João Olímpio de Oliveira, 1561 – Vila Asem, Itapetininga – SP, Brasil

E-mail: paulohefal7@gmail.com

Emanuel Benedito de Melo

Doutor em Ciência e Tecnologia de Materias pela Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP)

Instituição: Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP) – Câmpus Itapetininga

Endereço: Avenida João Olímpio de Oliveira, 1561 – Vila Asem, Itapetininga – SP, Brasil

E-mail: ebm@ifsp.edu.br

RESUMO

O titanato de cálcio (CaTiO_3) é uma cerâmica com propriedades interessantes em aplicações tecnológicas, como a piezoeletricidade a piroeletricidade e a refratariedade. A síntese deste material, normalmente, é realizada a partir de isopropóxidos ou nitratos, reagentes que apresentam menor quantidade dos metais precursores. O presente trabalho trata de uma adaptação da síntese pelo Método Pechini, partindo do dióxido de titânio e óxido de cálcio, os quais possuem um custo relativamente baixo e maior quantidade dos metais precursores em sua composição. Através dessa síntese obteve-se uma amostra que foi caracterizada através da Difractometria de Raios-x (DRX) mostrando a formação da fase do CaTiO_3 e de fases espúrias; e da Microscopia de Força Atômica (AFM), a qual mostrou a nanoestruturação do material.

Palavras-Chave: Titanato de Cálcio; Cerâmicas; Semicondutores; Piezoeletricidade; Piroeletricidade.

ABSTRACT

Calcium titanate (CaTiO_3) is a ceramic with interesting properties in technological applications, such as piezoelectricity, pyroelectricity and refractoriness. The synthesis of this material is usually carried out from isopropoxides or nitrates, reagents that have less of the precursor metals. The present work deals with an adaptation of the synthesis by the Pechini Method, starting from the titanium dioxide and calcium oxide, which have a relatively low cost and more quantity of the precursor metals in their composition. Through this synthesis a sample was obtained that was characterized by the X-Ray Diffraction (XRD) showing the formation of the CaTiO_3 phase and the unknown second phase; And Atomic Force Microscopy (AFM), which showed the nanostructure of the material.

Keywords: Calcium Titanate; CaTiO_3 ; Ceramics; Semiconductors; Piezoelectricity; Pyrotechnics.

1 INTRODUÇÃO

O titanato de cálcio (CaTiO_3) é uma cerâmica com propriedades interessantes para aplicações tecnológicas, como a piezoelectricidade, a piroelectricidade e a refratariedade. A estrutura cristalina do CaTiO_3 é de uma perovskita, a qual apresenta fórmula geral ABO_3 , onde A são íons maiores, correspondendo ao Ca, e estão localizados nos vértices do cubo; e B são íons menores, os átomos de titânio, que estão localizados no centro do cubo; e os átomos de oxigênio estão localizados nas faces do cubo (JESUS, 2008). Como metodologia de síntese foi utilizada uma adaptação do Método Pechini que consiste na síntese de um poliéster partindo de uma reação de condensação entre um poliálcool, geralmente etileno glicol, com um ácido carboxílico, geralmente o ácido cítrico. Esse processo resulta na formação de um polímero que ao ser calcinado pode resultar na formação de um material cristalino ou amorfo dependendo de múltiplos fatores, dentro os quais o tempo de síntese e a temperatura de calcinação (JESUS, 2008). A adaptação consiste em mudar as fontes metálicas geralmente utilizadas nessa síntese (PECHINI, 1963), e partir de óxidos como reagentes, dióxido de titânio e óxido de cálcio com custo relativamente baixo no mercado e maior quantidade dos metais, Ti e Ca, ao invés de utilizar sais solúveis, como os isopropóxidos e nitratos, os quais apresentam menor quantidade desses metais.

O objetivo do presente trabalho é obter o titanato de cálcio (CaTiO_3) a partir do dióxido de titânio e óxido de cálcio.

2 MATERIAL E MÉTODOS

- *Síntese:* o método é uma adaptação do método proposto por Pechini (1963) e consistiu em dissolver os óxidos, dióxido de titânio (TiO_2) e óxido de cálcio (CaO), em uma solução de ácido nítrico (65%. Pró Química) e deixá-los em repouso por aproximadamente 1 semana. Após esse processo, acrescentou-se a solução com os óxidos uma solução aquosa de ácido cítrico (99,5 %, Cinética) e submeteu-se essa mistura a agitação magnética e aquecimento. Ao atingir 70°C , foi acrescentado ao sistema o etilenoglicol (99%, Synth).

- *Calcinação:* O sol-gel foi submetido a um pré-tratamento térmico em estufa (Solab, modelo: SL-100) à 190°C por 3 h e à 300°C por 30 min. A 1ª calcinação foi de 1 h à 500°C . A 2ª calcinação foi de 2 h por 800°C em mufla (Zezimaq: 6400 kW e 220V). Geralmente por esse processo essas temperaturas são elucidadas por previsões de (i) Eliminação de água e solventes, (ii) combustão de orgânicos remanescentes, e (iii) oxidação e reorganização dos metais envolvidos (PECHINI, 1963).

- *Microscopia de Força Atômica (AFM)*: utilizou-se o *slurry coating* como metodologia de deposição nos substratos para análise no AFM utilizando método de ponta de não contato. A amostra utilizada na deposição foi a obtida na 2^o calcinação.

- *Difratometria de Raio – X (DRX)*: foi realizada para caracterizar a amostra obtida na 2^o Calcinação, nas condições de passo à 0,02 ° em tempo fixo de 1 s em cada ângulo utilizando-se a borda k alfa do Cu de 0,154 nm.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o pré-tratamento térmico obteve-se uma resina mecanicamente frágil e de coloração amarronzada a qual foi moída em um almofariz de porcelana. O pó moído foi tratado termicamente duas vezes em diferentes condições, 1^o e 2^o calcinação. O pó resultante da 1^o calcinação apresentou coloração enegrecida, que, segundo a literatura, evidencia que o carbono e os orgânicos ainda não foram eliminados completamente. Após a 2^o calcinação foi obtido um pó de coloração branca, que segundo a literatura, evidencia a formação de um óxido e a eliminação de boa parte dos orgânicos.

A Fig. 1 demonstra a nanoestruturação da deposição do pó obtido na 2^a calcinação nos quais os grânulos apresentam uma dimensão de 100 a 500 nm.

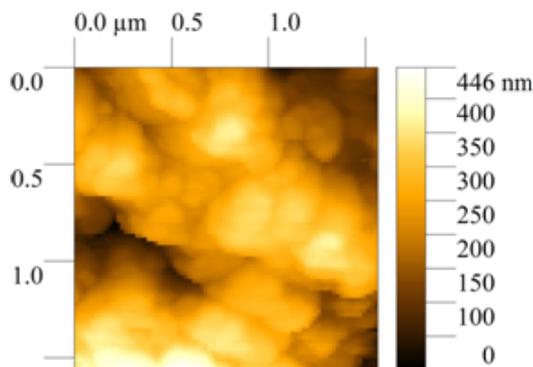


Figura 1. Recorte de uma imagem de AFM da amostra de 5 x 5 μm.

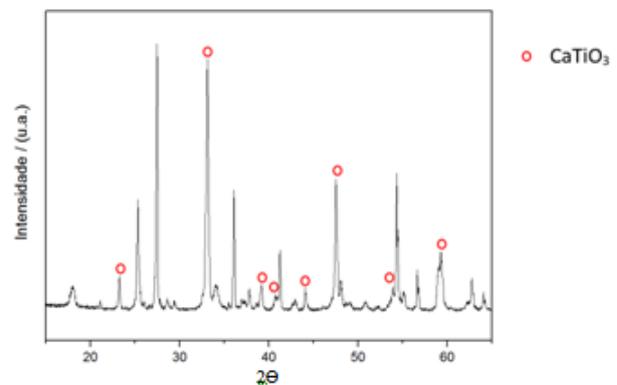


Figura 2. DRX do pó de CaTiO_3 obtido da 2^o Calcinação. Os picos com a referência na ficha cristalográfica JCPDS 22-0153 estão identificados com círculo vermelho.

A Fig. 2 mostra a formação da fase do CaTiO_3 , indexado pelo JCPDS 22-0153, com a formação de fases espúrias que serão estudadas posteriormente (JESUS, 2008). A presença de picos de pequena espessura evidencia a formação de uma estrutura de alta cristalinidade.

4 CONCLUSÕES

A síntese foi realizada e os resultados de DRX mostrou a formação do CaTiO_3 cristalino, no entanto, os picos desconhecidos serão investigados. Serão realizadas mais caracterizações como

análises térmicas (TG, DTG, e DTA), para verificar o comportamento de eliminação de orgânicos, e estruturações de fase em função do aumento da temperatura, juntamente com o DRX. Desta maneira, os resultados demonstram que é possível partir do dióxido de titânio, ao invés de isopropóxidos ou nitratos, obter a formação da fase cristalina do CaTiO_3 . O grupo de pesquisa trabalhará para expandir as condições de síntese e refinar a mesma, visando obter uma metodologia para resultar apenas na fase cristalina do CaTiO_3 .

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao IFSP – Câmpus Itapetininga; Ao CNPq pelo financiamento e pela bolsa PIBIC-PIBITI - Edital 262, de 2016; EMBRAPA Instrumentação (São Carlos – SP) – Pelas análises de DRX.

REFERÊNCIAS

CALLISTER, Jr., William D. Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Abordagem Integrada. 6. ed. Editora LTC. Rio de Janeiro: 2011.

JESUS, Mírzia Monteiro de. Síntese e Caracterização do Titanato de Cálcio. 2008. 59f. Dissertação (Doutorado em Química) – Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2008.

PECHINI, Maggio P. Method of preparing lead and alkalineearth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor. 1963. Patente: 3.330.697.