SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDO DE CROMO OBTIDO PELO MÉTODO PECHINI

João Vitor da Costa Bley, Robson Couto da Silva, Rafael Eiji Saito, Sergio Tebcherani, Evaldo Toniolo Kubaski, e-mail: evaldotk@outlook.com.

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não Metálicos, Cerâmicos

Palavras-chave: Método Pechini, Óxido de Cromo, Morfologia

Resumo

Neste trabalho foram realizadas algumas caracterizações do óxido de cromo obtido por meio do método Pechini, que é um método que sintetiza materiais com uma pureza extremamente elevada dando assim a ele uma aplicação muito nobre em relação a materiais menos puros.
Foram obtidos materiais com purezas muito elevadas e com morfologias aproximadamente esferoidais devido ao seu processamento.

Introdução

Este trabalho abrangeu a síntese do óxido de cromo pela metodologia Pechini. Este óxido é muito empregado como pigmento de diversos materiais, além de poder ser utilizado na fabricação de catalisadores, armazenamento de hidrogênio, materiais de resistência ao desgaste e sistema de gravação digital. Mostrando assim, ter uma grande versatilidade.
Com a síntese deste material pelo método Pechini é possível que obtenham-se propriedades superiores em todas as aplicações deste material devido a sua alta pureza e tamanho de partícula nanométrico.
Também serão realizadas análises para que sejam medidas e quantificadas as propriedades do material para que sejam aplicados de forma correta.

Material e Métodos

Para a obtenção do Óxido de Cromo pelo método Pechini foram utilizados os seguintes reagentes: etileno glicol de pureza 99,5% da marca Synth, ácido cítrico pureza 99,5% da marca Synth e nitrato de cromo III pureza 98% da marca Vetec. A proporção dos reagentes e a quantidade necessária para a obtenção de 10 g de óxido de cromo foram de 25,254g de nitrato de cromo III, 39,785g de ácido cítrico e 25 ml de etileno glicol.
Para a realização da técnica Pechini fez-se necessário que todos os insumos empregados para a obtenção do material final fossem previamente limpos.
Para o início da mistura foi preciso que se pesasse a massa de ácido cítrico em um copo plástico na balança. Depois da pesagem do ácido fez-se necessário que o etileno glicol fosse colocado em uma proveta, foi pesado 39,785g de ácido e medido cerca de 25 ml de etileno glicol.
Com as medidas feitas o etileno glicol foi adicionado em um béquer que foi colocado sobre a placa de aquecimento com agitação magnética e foi adicionado uma no béquer. O aquecimento foi feito a uma temperatura de 60ºC e foi adicionado o ácido gradualmente no béquer. Após a dissolução total do ácido no etileno foi adicionado o nitrato de cromo III no béquer.

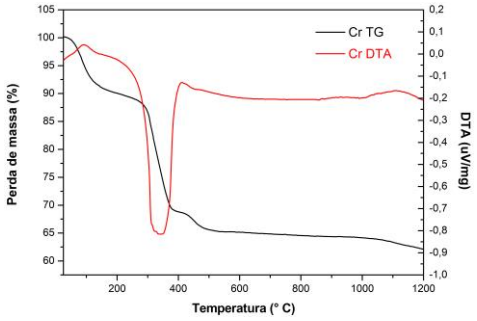
ISSN 1676-0093

A agitação permanece até que toda a solução se homogeneíze para que o aquecimento a uma temperatura de cerca de 180ºC possa ser iniciado e toda a água adicionada anteriormente seja evaporada.
Em seguida, o aquecimento foi retomado até que o apresente um elevado aumento de sua viscosidade.
Na sequência foi realizada a queima do material em forno mufla para eliminar a queima de matéria orgânica. O material foi colocado no forno e submetido a um aquecimento de 400ºC por 6 horas.
O material retirado do forno mufla foi submetido à análise térmica simultânea com o objetivo de identificar a temperatura de calcinação correta para a formação do óxido de cromo. Esta análise foi realizada um Simultaneous Thermal Analisis STA 409 EP da marca Netzsch, a análise foi feita em uma atmosfera de ar sintético com aquecimento de 2ºC/min até uma temperatura de 1100 °C.
As amostras foram caracterizadas por difratometria de raios X. Esta técnica foi utilizada para obter informação da fase cristalográfica obtida na amostra, de forma a avaliar se o material apresentou a fase desejada, sem a presença de fases secundárias. Os dados foram coletados em um difratômetro Rigaku. Os difratogramas obtidos foram comparados aos padrões existentes com base nas fichas PDF (Powder Diffraction File); para a interpretação dos difratogramas foi utilizado o programa Crystallographica Search-Match 2.1.
As amostras foram caracterizadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). As medidas de FT-IR foram obtidas através de um equipamento IR Prestige-21 (Shimadzu), com as amostras em pó diluídas a 1% em pastilhas de Brometo de Potássio (KBr). O KBr foi seco anteriormente em estufa a 100°C durante vinte e quatro horas e depois utilizado para formar as pastilhas prensadas a 60 kN durante 1 minuto com o material disperso.
As amostras foram caracterizadas por espectroscopia Raman em um equipamento Bruker, modelo Senterra. A faixa espectral foi ajustada na região de 66 a 4460 cm^{-1}.
As análises de fotoluminescência das amostras de Cr_2O_3 (pó compactado) para as amostras com e sem pressão foram realizadas por meio de uma fonte emissora laser do tipo He – Cd, marca Kimmel, potência de 180 mW. A coleta de dados se deu pela utilização do software OceanView Spectroscopy Software versão 1.6.7.

Resultados e Discussão

Tendo-se em vista o resultado do ensaio de TG obteve-se o resultado de uma temperatura, onde toda a matéria orgânica é retirada e o material está em sua forma mais estável, de aproximadamente 600ºC para que o material fosse o mais próximo do esperado possível (Gráfico 1)

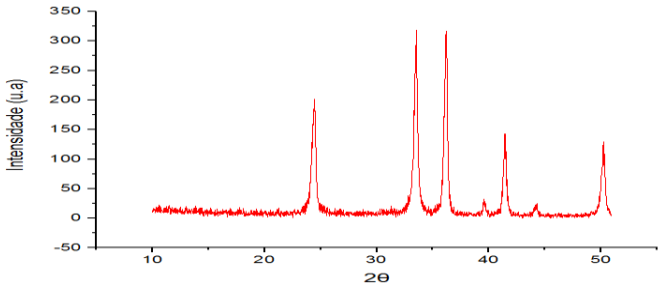
Gráfico 1- TG e DTA



Fonte: O autor.

Após a análise de TGA a análise de DRX foi realizada obtendo-se o Gráfico 2.

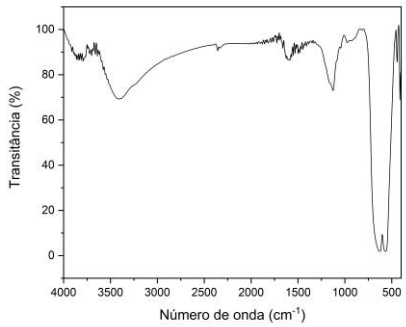
Gráfico 2- Difração de Raio-X



Fonte: O autor.

Considerando-se as fichas Powder Diffraction File 1-1294 tem-se o material óxido de cromo em sua forma mais abundante, sendo ela o Cr_2O_3, pois os resultados obtidos pela análise conferem com todos os picos mostrados nas ficha.
Após a análise de DRX foram feitas as análises de espectroscopia Raman e espectroscopia infravermelho. Sendo os resultados de espectroscopia infravermelho mostrado no Gráfico 3.

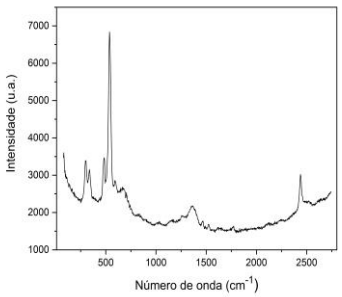
Gráfico 3- Espectroscopia Infravermelho



Fonte: O autor.

Com a análise do gráfico pode-se visualizar que as bandas de aproximadamente de 500 a 600 cm^{-1} são relacionados aos estiramentos das ligações do cromo com o oxigênio. E a banda de 3000 a 3750 cm^{-1} são referentes a deformação da ligação de cromo e oxigênio.
Já com a análise da espectroscopia Raman foi possível a confecção do Gráfico 4.

Gráfico 4- Espectroscopia Raman

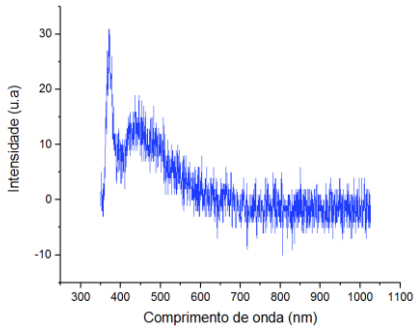


Fonte: O autor.

Com a análise do gráfico pode-se visualizar que as bandas de aproximadamente 250 a 400 cm^{-1}, de 500 a 600 cm^{-1} são relacionados aos estiramentos das ligações do cromo com o oxigênio. E as bandas de 1250 a 1500 cm^{-1} e 2200 a 2600 cm^{-1} são referentes a deformação da ligação de cromo e oxigênio. Que foi uma análise muito

parecida com a análise de espectroscopia infravermelho, mostrando assim que o material é muito puro e era o esperado.
Com a análise de fotoluminescência do material foi possível fazer a confecção do Gráfico 5.

Gráfico 5- Análise de Fotoluminescência



Fonte: O autor.

Com a análise deste gráfico é possível retirar o band gap do material. O cromo é um material que possui dois comprimentos de onda onde o band gap aparece, um é próximo a 400 nm e o outro é próximo a 450 nm, como é possível visualizar no gráfico.

Conclusão

Com as análises realizadas obteve-se um material muito puro, com apenas uma fase que mostra que a síntese do material foi bem realizada. Mostrando que em comparação com os dados presentes na literatura o material apresenta as leituras de óxido de cromo na forma de Cr_2O_3. Mostrando assim que o trabalho chegou ao seu objetivo. Mostrando também que o método Pechini é um excelente método para a obtenção de óxidos com uma elevada pureza.

Agradecimentos

Agradeço primeiramente ao professor Dr. Evaldo Toniolo Kubaski por dar-me a oportunidade de trabalhar com este subprojeto, também agradeço a UEPG pela bolsa disponibilizada a mim, ao departamento de Engenharia de Materiais por disponibilizar dos laboratórios para a realização da pesquisa e a todos os técnicos que me auxiliaram na caracterização do material e ao C-labmu por ter realizados alguns ensaios para o prosseguimento de meu subprojeto.

Referências

THALLIS, Souza. M.. **Óxido de Cormo(III) recuperado do resíduo de sulfocrômica: Síntese, caracterização e aplicação em processos oxidativos avançados.** 2014. 85 f. Dissertação de Mestrado - Curso de Agroquímica, Ufla-universidade Federal de Lavras, Lavras, 2014.
ABDULLAH, M. M.; RAJAB, Fahd M.; AL-ABBAS, Saleh M.. **Structural and optical characterization of Cr2O3 nanostructures: Evaluation of its dielectric properties.** 2014. 11 f. Curso de Fisica, Department Of Physics, Najran University, Kingdom Of Saudi Arabia, 2014.
MAGGIO P. Pechini, North Adams, Mass, Method of preparing lead and alkaline earth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor. **United Stades Patent Office**. jul. 1963.