SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDO DE CROMO OBTIDO PELO MÉTODO PECHINI

João Vitor da Costa Bley, e-mail: joao_bley@hotmail.com, Evaldo Toniolo Kubaski, e-mail: evaldotk@outlook, Sérgio Mazurek Tebcherani, Rafael Eiji Saito.

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

Engenharias, Engenharia de Materiais e Metalurgia, Materiais Não-Metálicos, Cerâmicos.

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

Resumo

Neste trabalho serão 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.
A síntese deste material necessitará de um local extremamente controlado para que o resultado seja o material mais puro possível. Serão obtidos materiais com purezas muito elevadas e com morfologias aproximadamente esferoidais devido ao seu processamento.

Introdução

Este trabalho abrangerá 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.
A síntese de materiais inorgânicos, como o óxido de cromo, pelo método Pechini é uma técnica desenvolvida por Maggio P. Pechini na década de 1960, e é um método muito eficiente para a obtenção de materiais com uma pureza muito elevada.
Este método foi desenvolvido para a produção de materiais dielétricos com alta pureza, porém com o passar do tempo tornou-se um método de obtenção de uma grande variedade de materiais inorgânicos, possuindo os mesmos uma elevada pureza.
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.

Materiais e Métodos

Para a obtenção do Óxido de Cromo pelo método Pechini foram utilizados os seguintes reagentes: 25 ml de etileno glicol de pureza 99,5% da marca Synth, 39,785 g de ácido cítrico pureza 99,5% da marca Synth e 25,254g de 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.

Para a realização da técnica Pechini faz-se necessário que todos os insumos empregados para a obtenção do material final sejam previamente limpos.
Após esta primeira lavagem será realizada uma segunda lavagem no ultrassom com um detergente neutro que não deixa resíduo.
Para o início da mistura é preciso que se pese a massa de ácido cítrico em um copo plástico na balança. Depois da pesagem do ácido faz-se necessário que o etileno glicol seja colocado em uma proveta, será pesado 39,785g de ácido e medido cerca de 25 ml de etileno glicol.
Com as medidas feitas o etileno glicol será 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 será adicionado o ácido gradualmente no béquer para que haja a completa dissolução do ácido no etileno.
Após a dissolução total do ácido no etileno foi adicionado o nitrato de cromo III no béquer, porém é colocado água no recipiente em que o sal está contido.
A agitação permanece até que toda a solução homogeneíze-se para que o aquecimento a uma temperatura de cerca de 180ºC possa ser iniciado e toda a água adicionada anteriormente seja evaporada.
Após o término da evaporação da água, a barra magnética será. Em seguida, o aquecimento é 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 será colocado no forno e será submetido a um aquecimento de 400ºC por 6 horas.
O material retirado do forno mufla foi submetido à analise térmica simultânea com o objetivo de identificar a temperatura de calcinação correta para a formação do óxido de cromo. Esta análise foi realizado 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.
O material foi queimado em forno mufla por 6 h na temperatura determinada como o resultado da análise térmica simultânea para a obtenção do óxido de cromo.
Para avaliar o efeito da pressão sobre o óxido de cromo, uma parte do pó será submetida ao tratamento térmico assistido por pressão levada para o referido tratamento térmico. Esse tratamento, consistirá em colocar as amostras em recipiente de vidro dentro de uma câmara hermeticamente vedada, injetando ar comprimido até se atingir a pressão de 2 MPa controlando-se a temperatura em 120ºC durante o período de 48 horas.
As amostras foram caracterizadas por difratometria de raios X. Esta técnica será 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 modelo Ultima IV com radiação CuKα (λ=1,5406Å). Os difratogramas obtidos serão comparados aos padrões existentes com base nas fichas PDF (Powder Diffraction File); para a interpretação dos difratogramas será 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 serão obtidas através de um equipamento IR Prestige-21 (Shimadzu).

As amostras foram caracterizadas por espectroscopia Raman em um equipamento Bruker, modelo Senterra. A faixa espectral será ajustada na região de 66 a 4460 cm-1, laser 532 nm (verde).

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.
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, como mostrado no Grágico 1 abaixo

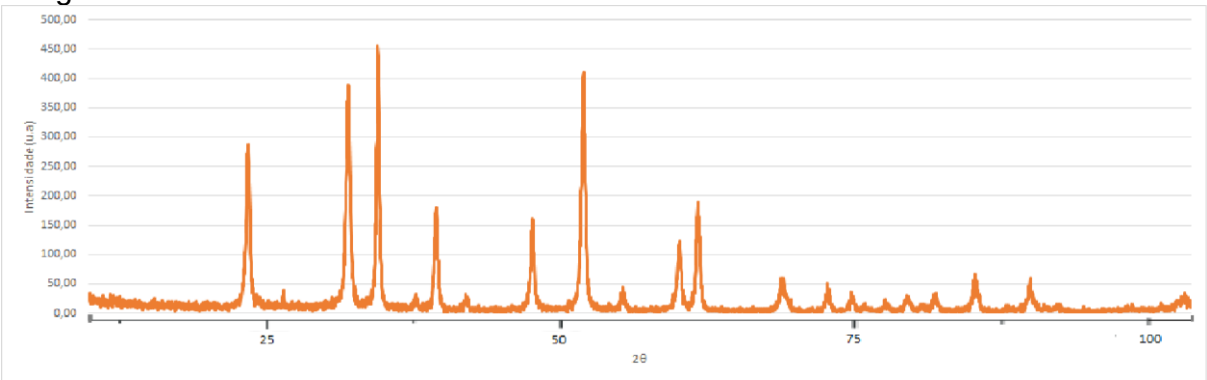


Gráfico 1-Difração de Raio-X

Após a análise de DRX foram feitas as análises de espectroscopia Raman e espectroscopia infravermelho.
Com a análise dos resultados obtidos com a espectroscopia de infravermelho, mostrados no Gráfico 2, 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 a banda de 3000 a 3500 cm^{-1} são referentes a deformação da ligação de cromo e oxigênio, mostrando que o material formado é um óxido de cromo.

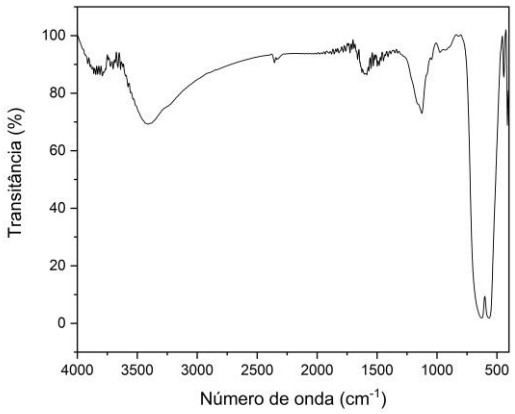


Gráfico 2- Espectroscopia Infravermelho

Já com a análise da espectroscopia Raman foi possível 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 a banda de 3000 a 3500 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.

Conclusões

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 as 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 ao CNPq 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 ensaio 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.

KHOJIERA, K. et al. Structural, mechanical and tribological characterization of chromium oxide thin films prepared by post-annealing of Cr thin films. **Applied Surface Science**, Chalous, v. 284, n. 2, p.489-496, set. 2013.

KEYSON, D., Volanti, D., Varela, J. A., Longo, E**.** CuO urchin-nanostructures synthesized from a domestic hydrothermal microwave method. **Materials Research Bulletin**, v. 43, p. 771–775. 2008.

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.

GIORDANO F.C. Bispo, Adriano B. Andrade, Claudiane dos S.B., Verônica C. Teixeira, Douglas Galante, Márico E.G. Valerio. Luminescence in undoped $CaYAl_3O_7$ produced via the Pechini method. **Physica B**, p. 119-130. set. 2017.