https://eventos.utfpr.edu.br//sicite/sicite2018

Síntese e caracterização estrutural de titanato de bário através do método hidrotérmico assistido por micro-ondas

Synthesis and structural characterization of barium titanate through hydrothermal method watched by microwave.

Amanda Pereira dos Santos da Costa
amandacosta@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná,
Cornélio Procópio, Paraná, Brasil

Murilo Perez de Beraldino
muriloberaldino@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, Paraná, Brasil

Alexandre Urbano
aurbano69@gmail.com
Universidade Universidade Estadual de Londrina, Londrina, Paraná, Brasil

Yuri Vinicius Bruschi de Santana
yurisantana@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, Paraná, Brasil

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo a sínteses e caracterização estrutural de pós de titanato de bário ($BaTiO_3$), utilizando o método hidrotérmico assistido por micro-ondas. Os parâmetros de sínteses estudados, foram: proporção entre reagentes e lavagem com diferentes ácidos. Foi utilizado hidróxido de potássio(KOH) a 1M de concentração como meio alcalino de reação; a fonte de titânio foi isopropóxido de titânio IV e as fontes de bário foram acetato de bário ($C_4H_6BaO_4$) e cloreto de bário ($BaCl_2$); os ácidos utilizados na lavagem das amostras foram acético (etanoico) (CH_3COOH) e nítrico (HNO_3). Ambos os ácidos se mostraram eficazes na remoção da impureza carbonato de bário ($BaCO_3$), porém, houve a formação de novas impurezas provindas de reações entre os ácidos e o carbonato; a proporção que apresentou fase pura com menor quantidade de impurezas foi de 10:1; o pH 14 à concentração de 1M foi suficiente em promover um ambiente favorável à formação de $BaTiO_3$. Acetato de bário mostrou-se ser o reagente mais eficaz na síntese, enquanto que o uso do ácido etanoico possibilitou a formação do material monofásico; a proporção de 10:1 ficou determinada como a mais eficaz para a formação dos pós de titanato de bário.

PALAVRAS-CHAVE: Titanato de bário. Método hidrotérmico. Semicondutores.

ABSTRACT

The present work aims to perform synthesis and make structural characterization of powders of barium titanate ($BaTiO_3$), using the hydrothermal method watched by microwave. The synthesis parameters analyzed, were: proportion between reagents and washing with different acids. It was used potassium hydroxide (KOH) at 1M of concentration as alkaline medium of reaction; the source of titanium was titanium isopropoxide IV and the sources of barium were barium acetate ($C_4H_6BaO_4$) and barium chloride ($BaCl_2$); the acids used in washing of the samples were acetic (ethanoic) (CH_3COOH) and nitric (HNO_3). Both acids proved to be effective in removing barium carbonate ($BaCO_3$) impurity, however, there was the formation of new impurities from reactions betweenacids and carbonate; the proportion that presented pure phase with less amount of impurities was 10:1; the pH of 14 at the concentration of 1M was enough to promote a favorable ambience to the formation of $BaTiO_3$. Barium acetate proved to be the most efficient reagent at the synthesis, whereas the ethanoicacidthe use of ethanoic acid allowed the formation of the monophasic material; the proportion of 10:1 was determined as the most effective to the formation of powders of barium titanate.

KEYWORDS: Barium titanate. Hydrothermal method. Semiconductors.

Recebido: 30 ago. 2018.
Aprovado: 04 out. 2018.

Direito autoral:
Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.

INTRODUÇÃO

Titanato de bário, de fórmula molecular $BaTiO_3$, é um composto amplamente estudados devido as suas inúmeras aplicações práticas, afinal, trata-se de um material multiferroico e piezoelétrico. Multiferroicidade é uma característica peculiar, já que ferromagnetismo e ferroeletricidade são fenômenos que, para ocorrer, necessitam de condições físicas diferentes, o que torna o material que a possui igualmente especial. Algumas das aplicações possíveis desse tipo de material são em elementos de micro-ondas controlados eletricamente, sensores de campos magnéticos e até mesmo em spintrônica (um campo da eletrônica no qual o spin do elétron é manipulado para produzir um resultado desejado) (RAMESH, 2009). Assim, métodos de síntese que apresentem baixo custo e bom controle das propriedades estruturais deste material têm atraído interesse de pesquisadores do mundo todo. Neste contexto este trabalho visa a obtenção do $BaTiO_3$ pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas.

METODOLOGIA

Para a realização do procedimento de síntese através do método hidrotérmico assistido por micro-ondas (KOMARNENI; ROY; LI, 1992), primeiramente, preparou-se uma pré-solução de 50 ml de hidróxido de potássio, num pH igual a 14, em uma concentração de 1M, juntamente a 0,003 mol de isopropóxido de titânio IV dissolvido previamente em 30 ml de álcool etílico. Esta primeira parte da solução fica sobre uma placa magnética para aquecimento e constante agitação por 1h30min para que todo o álcool seja evaporado e, então, a segunda parte possa ser adicionada a esta.

A segunda parte desta solução consiste em 50 ml de água destilada, à temperatura ambiente, que será onde o reagente de bário irá se dissolver para que então possa se misturar à anterior. O reagente utilizado bem como a concentração para cada solução estão especificados na Tabela 1:

Tabela 1 – Amostras de BaTiO3 feitas com reagente acetato de bário

Amostra	Acetato de bário (mol)	Isopropóxido de titânio IV (mol)	Tempo de síntese (min)	Temperatura (°C)
1ACT	0,030	0,003	32	160
2ACT	0,045			
3ACT	0,060			
1NIT	0,030			
2NIT	0,045			
3NIT	0,060			

Fonte: Autoria própria (2018).

Tabela 2 – Amostras de $BaTiO_3$ feitas com reagente cloreto de bário

Amostra	Cloreto de bário (mol)	Isopropóxido de titânio IV (mol)	Tempo de síntese (min)	Temperatura (°C)
4ACT	0,030			
5ACT	0,045			
6ACT	0,060	0,003	32	160
4NIT	0,030			
5NIT	0,045			
6NIT	0,060			

Fonte: Autoria própria (2018).

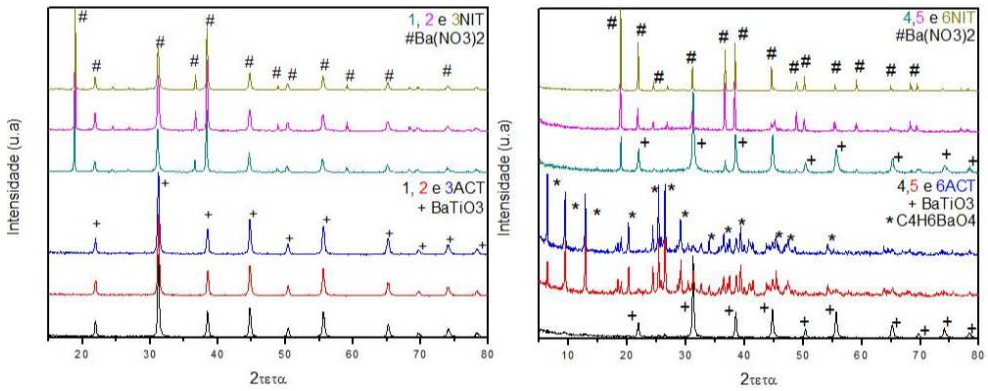
Cada amostra foi posta num forno de micro-ondas a tempo e temperatura descritos nas Tabelas 1 e 2. Após isso, centrifugadas e lavadas três vezes, cada uma, com os respectivos ácidos, também. As amostras nomeadas com NIT foram lavadas com ácido nítrico (SOUZA et al., 2009) e as nomeadas de ACT foram lavadas com ácido acético (etanoico) (ÖZEN et al., 2016). Para a secagem, cada uma foi despejada numa placa de Petri e disposta sobre a placa aquecedora para acelerar o processo.

Para a caracterização do material utilizou-seo difratômetro de modelo Xpert PRO MPD, da marca PANanalytical, com radiação Cu-Kα (λ= 1,5406 Å) e uma taxa de varredura de 0,05°/s para um intervalo de 2θ de 15° a 80°, pelo método da difração do pó.

RESULTADOS

Os difratogramas de cada amostra estão dispostos na Figura 1.

Figura 1 – Difratogramas das sínteses



Fonte: Autoria própria (2018).

Observou-se a formação de fase pura de titanato de bário apenas nas amostras 1, 2, 3, e 4ACT. As amostras 5 e 6ACT apresentaram formação de acetato de bário, que se sobressaiu à fase principal de titanato de bário. Em todas

as amostras lavadas com ácido nítrico ocorreu a formação de uma fase de nitrato de bário ($Ba(NO3)_2$).

CONCLUSÕES

Pôde-se concluir que, manter a temperatura a 160°C, tempo de síntese em 32 min, e um meio básico numa concentração de 1M foram parâmetros suficientes para formar o material monofásico. Titanato de bário foi obtido apenas nas amostras 1,2,3 e 4ACT, logo, acetato de bário em quaisquer proporções, e cloreto e bário apenas na proporção 10:1 promovem fase pura do material. Nas demais amostras lavadas com ácido acético, o aumento da concentração de bário favoreceu a formação de impurezas. Em todas as amostras lavadas com ácido nítrico houve formação de impurezas, independentemente das proporções. Os sais formados a partir dos ácidos são de natureza polar, indicando que, provavelmente, uma última lavagem com água os removeriam por completo. Novas amostras deverão ser feitas para comprovar tal hipótese.

REFERÊNCIAS

KOMARNENI, S. et al. Microwave-hydrothermal synthesis of ceramic powders. **Materials Research Bulletin**, [s.l.], v. 27, n. 12, p.1393-1405, dez. 1992. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/0025-5408(92)90004-j.

ÖZEN, M. et al. Hydrothermal synthesis and formation mechanism of tetragonal barium titanate in a highly concentrated alkaline solution. **Ceramics International**, [s.l.], v. 42, n. 9, p.10967-10975, jul. 2016. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.03.234.

RAMESH, R. Emerging routes to multiferroics. **Nature**, [s.l.], v. 461, n. 7268, p.1218-1219, out. 2009. Springer Nature. http://dx.doi.org/10.1038/4611218a.

SOUZA, A. E. et al. **Obtenção de nanopartículas cristalinas de titanato de bário usando método hidrotermal assistido por microondas**. In: 53° Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2009, Guarujá. 53°Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2009.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos à UTFPR, Fundação Araucária e Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM pelo suporte material e financeiro, bem como ao laboratório de raios X (LARXS), os quais possibilitaram a realização deste trabalho.