

# PREPARAÇÃO PELO MÉTODO DOS PRECURSORES POLIMÉRICOS DE ÓXIDOS CERÂMICOS COM COMPORTAMENTO TERMISTOR

Paula Takara e Eliana Navarro dos Santos Muccillo

*Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares / Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais*

## INTRODUÇÃO

O nome Análise Térmica compreende um conjunto de técnicas de análise, no qual uma propriedade ou característica de um material é estudada em função de uma programação de temperatura [1].

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um instrumento muito versátil e usado rotineiramente para a análise microestrutural de materiais sólidos.

A elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química são fatores que em muito contribuem para o amplo uso desta técnica. A observação e análise de fratura tiveram um grande avanço com o uso do microscópio eletrônico de varredura [2].

## OBJETIVO

Nesta etapa do trabalho, o principal objetivo foi estudar e revisar conceitos básicos de análises térmicas e do microscópio eletrônico de varredura, interpretar resultados obtidos da análise térmica e do microscópio eletrônico de varredura, além de preparar os materiais em quantidades suficientes para as análises subsequentes.

## METODOLOGIA

Inicialmente foram preparadas soluções de nitratos dos metais precursores. Isto foi feito pela dissolução dos carbonatos de níquel, manganês e cobalto em soluções aquosas de ácido nítrico. A concentração destas soluções foi aferida por gravimetria das mesmas.

As soluções dos nitratos individuais foram misturadas nas proporções estequiométricas desejadas, homogeneizadas e, a esta solução, foi adicionada uma solução contendo ácido cítrico e etileno glicol. A temperatura da

solução foi elevada e mantida sob agitação até a formação da resina polimérica. A resina foi parcialmente decomposta a 250 °C por 1 h ao ar.

## RESULTADOS

As quantidades de Co adicionadas foram 22,78% e 45% em massa. Serão mostrados resultados somente para 45% em Co. A FIG.1 mostra o resultado da perda de massa (curva TG) da resina sem cobalto.

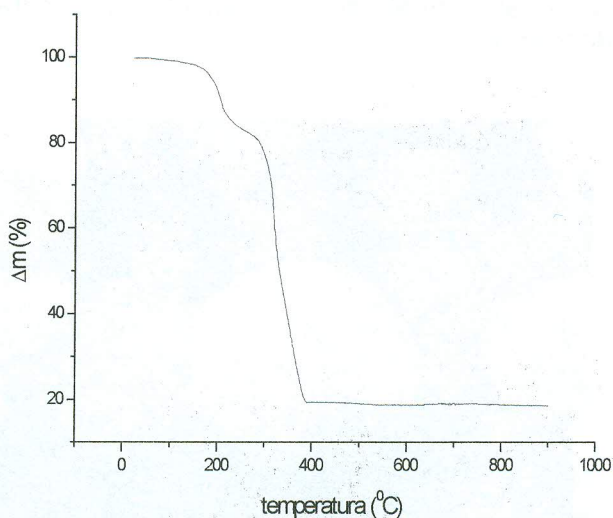


FIGURA 1 - Curva termogravimétrica da resina preparada a partir dos carbonatos de manganês e níquel.

A FIG.2 mostra a imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura do material calcinado.



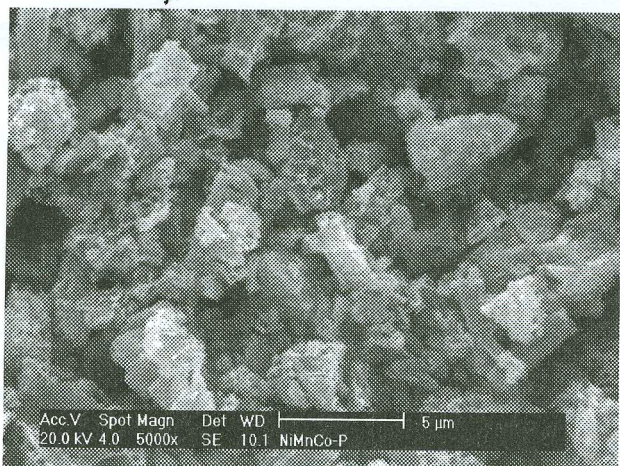


FIGURA 2 - Imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra calcinada contendo níquel, manganês e cobalto.

Para fins comparativos serão mostrados os resultados obtidos para amostras de Mn-Ni-Co, preparadas pela mistura dos carbonatos. A FIG.3 mostra a imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura da mistura dos carbonatos de Mn-Ni-Co realizada em almofariz de ágata.

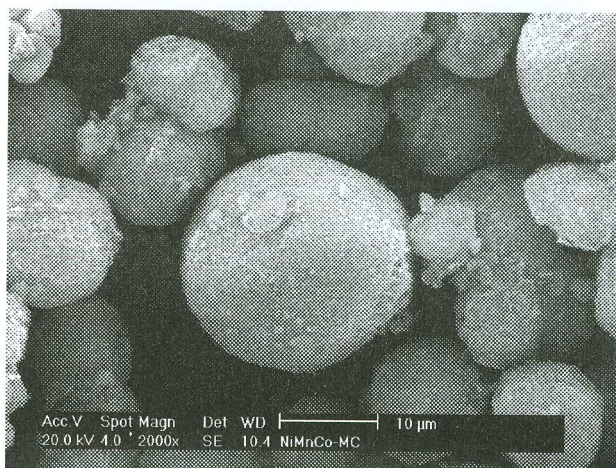


FIGURA 3 - Imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra contendo Mn-Ni-Co preparada pela mistura dos carbonatos.

## CONCLUSÕES

O método de síntese usando precursores poliméricos (método Pechini) é adequado para a obtenção de materiais com estequiometria

definida. Além disso, não foi observada a segregação de nenhum dos componentes.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]PADILHA, Ângelo Fernando, FILHO, Francisco Ambrozio, Técnicas de Análise Micro Estrutural, Ed. Hemus, São Paulo, 1988.
- [2]LEAL, Luiz Henrique Monteiro, Fundamentos de Microscopia, Ed. UERJ, Rio de Janeiro, 2000.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNEN/PROBIC