

OBTENÇÃO DE TITANATO DE CÁLCIO A PARTIR DE PRECURSORES POLIMÉRICOS PARA POSSÍVEL APLICAÇÃO NA ÁREA DA ODONTOLOGIA

LISIANE DE OLIVEIRA DIEHL¹; PATRÍCIA JUAREZ RODRIGUES¹; FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA^{1,2}; CÉSAR HENRIQUE ZANCHI¹; MÁRIO LUCIO MOREIRA¹; SERGIO DA SILVA CAVA¹

¹Universidade Federal de Pelotas Engenharia de Materiais, CDTec, Pelotas, RS, Brasil –
lisiane.diehl@hotmail.com, ati_jg@hotmail.com, faili.cintia@gmail.com, chzanchi@gmail.com,
mlucio3001@gmail.com,sergiocava@gmail.com

³Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Minas Metalurgia e Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil - faili.cintia@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O titanato de cálcio possui estrutura tipo perovskita com interessantes propriedades elétricas para aplicações tecnológicas, como termistores, capacitores multicamadas e memória DRAM (*Dynamic Random Access Memory* – Memória de Acesso Aleatório Dinâmica). Para a indústria cerâmica e eletrônica, pesquisas com perovskita tem aumentado sua importância devido à propriedade fotoluminescente observada nesses materiais (VIEIRA2015). Materiais com estrutura perovskita são potenciais catalisadores para prevenir a emissão de componentes poluentes no meio ambiente. Vários métodos têm sido propostos para a síntese desses materiais visando produzir materiais homogêneos com tamanho de partícula manométrico (WANDERLEY2013). O objetivo deste trabalho é a síntese de titanato de cálcio via Método dos Precursores Poliméricos ou Método Pechini para possível aplicação na área da odonto. Foi utilizado esse método pechini para obter titanato de cálcio pois tem a vantagem de ser técnica de síntese simples, apresentar alta homogeneidade do material obtido, obter materiais nanométricos, facilidade para inserção de dopantes desejados, e um bom controle da composição dos pós (FUMO1996,TAI1992). Este método é baseado na quelação dos cátions por ácido cítrico em etileno glicol. Este método foi escolhido devido a resina polimérica que resulta, visto que na área da odontologia pode ser material alternativo para capeamento pulpar (SCHUUR 2000,MJÖR2002). O capeamento pulpar é uma alternativa para condições como a cárie, o trauma, ou o procedimento de preparo dentário que podem expor a polpa dentária (HILTON2009).

Neste trabalho, o titanato de cálcio foi sintetizado pelo método dos precursores poliméricos. Os pós cerâmicos foram calcinados na temperatura de 1200°C. Depois calcinados variando a temperatura de 900° a 1200°C, logo foram analisados pelas técnicas de difração de raios x (DRX) e espectroscopia Raman

2. METODOLOGIA

Para obtenção do titanato de cálcio foram utilizados ácido cítrico anidro ($C_6H_8O_7$), etileno glicol ($C_2H_6O_2$), nitrato de cálcio tetrahidratado ($Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$) e isopropóxido de titânio $[Ti(OC_3H_7)_4]$. Cálculos estequiométricos definiram as proporções para se obter o titanato de cálcio. A relação em massa de etileno glicol/ ácido cítrico foi fixado em 60:40.

Logo, realizadas as proporções, as massas do ácido cítrico anidro, nitrato de cálcio tetrahidratado foram pesadas. Junto a elas foi adicionada água destilada,

colocando em uma placa quente com aquecimento de 150°C com agitador magnético.

Com os reagentes completamente diluídos em água, adicionou-se 34,41 ml de etileno glicol. Este reagente é adicionado para que as ligações duplas existentes quebrem e assim inicia o processo de polimerização. E após diluição do etileno glicol, foi adicionado o isopropóxido de titânio, gotejando lentamente para que não ocorresse o aparecimento de um precipitado. A agitação juntamente com o aquecimento durou cerca de 4 horas formando um líquido viscoso levemente branco.

Finalmente, foi levado ao forno para ser termicamente tratado. Foi feita a pré-calcinação de 400°C, com uma taxa de 10°C/min por 2 horas. E depois a calcinação de 1200°C, com uma taxa de 10°C/min por 3 horas com objetivo de retirar os materiais orgânicos dos pós cerâmicos e em seguida foram caracterizados por difração de raios-X (DRX) e espectroscopia Raman.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os pós cerâmicos foram tratados termicamente a 1200°C. Em seguida foi realizada a análise de DRX. Esta técnica permite a identificação da estrutura e das fases cristalinas formadas existentes no material. A análise das fases cristalinas determinou majoritariamente o titanato de cálcio indicado pelos principais picos, 33, 48 e 59°. Picos em 37 e 53° que representam o óxido de cálcio (CaO) e o óxido de titânio (Ti₂O₃) respectivamente, como fases secundárias, conforme Figura 1.

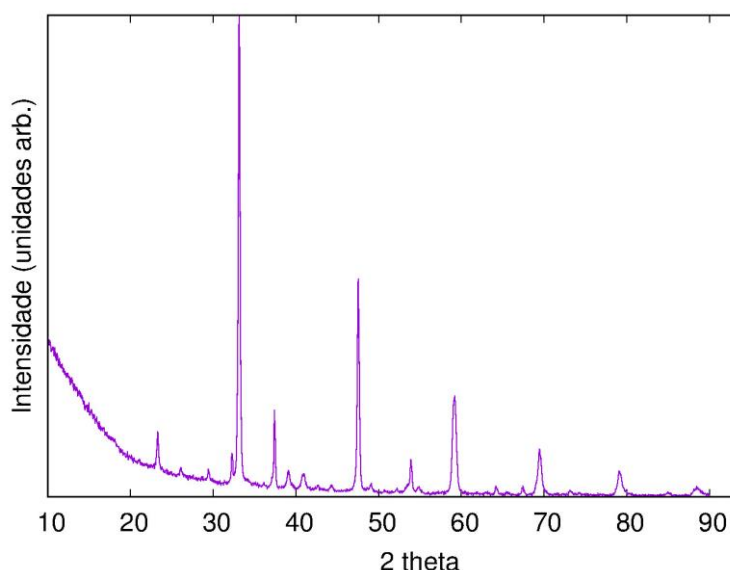


Figura 1. Difração de raio X da amostra de titanato de cálcio.

A espectroscopia Raman é uma fonte de informação útil para análise da composição, da estrutura e da estabilidade dos compostos de coordenação e possibilita a verificar os grupos funcionais no material sintetizado. Do titanato de cálcio 117 modos vibracionais com quatro unidades de fórmula por célula primitiva ($Z^B=4$) são esperados, mas a maioria destes modos não pode ser detectada devido às polaridades baixas (HIRATA2002). Assim, apenas nove modos Raman ativos foram observados: 230 cm⁻¹ para uma vibração de Ca ligado a um grupo TiO₃ modo reticulado (Ca - TiO₃); 230, 250, 291, 336, cm⁻¹ estão associados a modos de flexão O-Ti-O; A banda em 250 cm⁻¹ também é atribuída à vibração do estiramento simétrico da ligação Ti-O (JESUS2008). A banda em 475 e 500 cm⁻¹

são os modos torcionais correspondentes a Ti-O_6 . A banda em 650 cm^{-1} está associada com a simétrica Ti-O modo de (HIRATA2002,ZHENG2004,MALIBERT1997). O pico em 1086 cm^{-1} é devido à presença de carbonatos de cálcio (GONÇALVES2004), como pode ser observado na Figura 2.

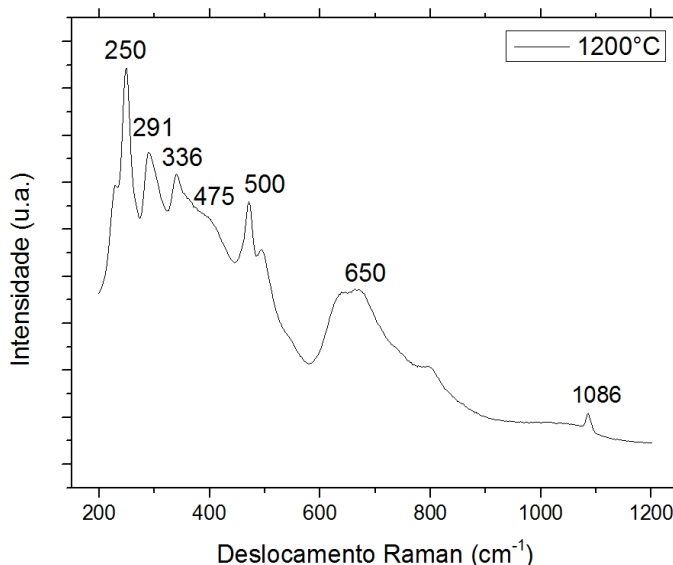


Figura 2. Espectros Raman da amostra de titanato de cálcio.

4. CONCLUSÕES

Foi sintetizado o titanato de cálcio por meio do método dos precursores poliméricos.

Na caracterização do DRX, determinou-se o CaTiO_3 como fase principal, sendo detectado CaO e Ti_2O_3 como fases minoritárias.

Na espectroscopia Raman concluiu-se que não há significativas alterações na estrutura local do sistema CaTiO_3 .

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FUMO, D.A.; MORELLI, M.R.; SEGADÃES A.M. **Combustion synthesis of calcium aluminates**. Mater Res Bull. 1996;31(10):1243-55.

GONÇALVES, R.F.; CARREÑO, N.L.V.; ESCOTE, M.T.; LOPES, K.P.; VALENTINI, A.; LEITE, E.R.; LONGO, E. Fotoluminescência e adsorção de CO_2 em nanopartículas de CaTiO_3 dopadas com lantânio. **Química Nova**, Brasil, v.27, n.6, p.862-865, 2004.

HILTON, T.J. **Keys to clinical success with pulp capping: a review of the literature**. Oper Dent. 2009; 34(5):615-25.

HIRATA,T.; ISHIOKA, K.; KITAJIMA, M. **National Research Institute for Metals, 1-2-1, Sengen, Tsukuba, Ibaraki**. Japão, 2002.

JESUS, M.M. **Síntese e Caracterização do Titanato de cálcio dopado com escândio**. Araraquara, 2008. Tese (Doutorado). Instituto de Química. Em Universidade Estadual Paulista - UNESP, Brasil.

MALIBERT, C.; DKHIL, B.; KIAT, J.M.; DURAND, D.; BERAR, J.F.; SPASOJAVICDEBIRE, A. Order and disorder in the relaxor ferroelectric perovskite $\text{PbSc}_{1/2}\text{Nb}_{1/2}\text{O}_3$ (PSN): Comparison with simple perovskites BaTiO_3 and PbTiO_3 . **Journal of Physics Condensed Matter**, França, v.9, n.35, p.7485-7500, 1997.

MJÖR, I.A. **Pulp-dentin biology in restorative dentistry. Part 7: The exposed pulp**. Quintessence Int. 2002; 33(2):113-35

SCHUUR, A.H.; GRUYTHUYSEN R.J.; WESSELINK P.R. **Pulp capping with adhesive resin-based composite vs. calcium hydroxide: a review**. Endod Dent Traumatol. 2000;16(6):240-50.

TAI L-W; LESSING P.A. **Modified resin–intermediate processing of perovskite powders: Part I. Optimization of polymeric precursors**. Journal of Materials Research. 1992;7(02):502-10.

VIEIRA, F.P. **Propriedades biológicas e físico-químicas de biomateriais experimentais para proteção do complexo dentinho-pulpar**. Londrina, 2015. Tese (Doutorado). Odontologia. Dentística. Em Universidade Norte do Paraná - Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Norte do Paraná – UNOPAR.

WANDERLEY, J.B.M.; BORGES, F.M.M. Síntese e estudo microestrutural de perovskita do tipo $\text{La}_{0,8}\text{Ca}_{0,2}\text{MO}_3$ (M = Co ou Mn) com gelatina como precursor orgânico para aplicação em catálise automotiva. **Cerâmica**, Brasil, v.59, n.1, p.156-159, 2013.

ZHENG, H.; REANEY, I.M.; GYORGYFALVA G.D.C.; UBIC, R.; YARWOOD, J.; SEABRA, M.P.; *et al.* Raman spectroscopy of CaTiO_3 -based perovskite solid solutions. **Journal of Materials Research**, Reino Unido, v.19, n.2, p.488-495, 2004.

6. AGRADECIMENTOS

- Engenharia de Materiais – UFPel
- CDTec
- CCAF
- Às medidas de DRX realizadas no CEME-SUL – FURG
- LABIOMAT
- LACER