

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS

FACULDADE DE TECNOLOGIA

CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

MATHEUS OLIVEIRA DOS SANTOS

OBTENÇÃO E TESTES DE PROTÓTIPO PARA USO EM TERMISTORES

Manaus 2023

MATHEUS OLIVEIRA DOS SANTOS

OBTENÇÃO E TESTES DE PROTÓTIPO PARA USO EM TERMISTORES

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais, como parte dos requisitos necessários à obtenção do tí- tulo de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Yurimiler Leyet Ruiz

Manaus – AM 2023

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).



DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, pois sem ele nada disso seria possível, a minha mãe que me apoiou em todos os momentos dessa trajetória, das glórias aos mais sofridos episódios desta longa caminhada na universidade, a minha namorada Mayssa, a todos os envolvidos diretamente e indiretamente neste trabalho como o meu professor orientador Yurimiler, e toda a equipe do Lpmat da Universidade Federal do Amazonas (UFAM).

AGRADECIMENTOS

A Deus por me manter saudável e firme em meus objetivos. À minha mãe que sempre incentivou em todas as etapas deste sonho e fez de tudo para proporcionar o meu bem estar. À família que sempre me apoiou e confiou em minhas escolhas, a minha namorada Mayssa por toda motivação e apoio dado em cada momento dessa etapa final. Aos meus amigos de curso, por compartilharem seus conhecimentos quando mais precisei. Aos amigos de trabalho (Grupo JS & JCM) que foram compreensíveis no momento em que precisei me ausentar para focar na conclusão do trabalho. Aos meus companheiros de projeto, a graduanda Letícia Texeira e o mestrando Elton Ribeiro, que compartilharam cada evolução e entedimento de nosso projeto. Ao meu orientador Yurimiler pela paciência, pelo compartilhamento de suas experiências, ensinamentos, bons direcionamentos e incentivo. Ao técnico do laboratório de usinagem da UFAM, Patrick Nasser pela extrema ajuda na parte de elaboração do programa de leitura de dados de meu termistor, e construção de circuito, sendo essencial para a conclusão deste trabalho. Aos laboratórios que realizaram as técnicas de caracterizações necessária para o exito do trabalho. Meus mais sinceros agradecimentos. Deus abençoe a vida de cada um.

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo confeccionar um material cerâmico piezoelétrico (Titanato de sódio) que terá como finalidade um sensor que auxiliará a resposta do material aplicada a um termistor elétrico. Sua confecção e aplicação será simulada por programa de prototipagem e na prática do laboratório, com o auxílio de um arduíno do tipo uno R3. O pó cerâmico foi obtido Foi realizado no Laboratório de Processamentos de Materiais Tecnológicos (LPMAT), na Universidade Federal do Amazonas (UFAM) a síntese do Titanato de Sódio Na₂Ti₃O₇ via rota sonoquímica.

A síntese gerou hexatitanato (NaTi₆O₁₃), onde C₁₂H₂₈ precipita em água, o álcool isopropílico permite aumentar o volume da solução. Foram realizados ensaios de caracterização como DRX, FTIR e MEV. Após o desenvolvimento e caracterização do material cerâmico, o mesmo foi aplicado com o auxílio de um Arduíno. Os resultados de DRX demonstraram a formação de diferentes fases, o EIC mostrou o comportamento estrutural e elétrico de cada pastilha, sendo confirmados na análise gráfica, apresentando seus modos característicos nos parâmetros esperados. A aplicação se deu com o auxílio do Arduíno, onde o sensor apresentou a capacidade de emitir uma tensão elétrica em resposta. Diante dos resultados, as amostras apresentaram bons resultados devido a propriedade elétrica do titanato sintetizado, e a amostra de pH 10 apresentou menor condição resistiva.

Palavras-chaves: Termistores; Titanato de sódio; sensor.

ABSTRACT

This work aims to make a piezoelectric ceramic material (Sodium titanate) that will have the effect of a sensor that will help the response of the material applied to an electric thermistor. Its manufacture and application will be simulated by a prototyping program and in laboratory practice, with the aid of an arduino type uno R3. The ceramic powder was obtained. The synthesis of Sodium Titanate Na2Ti₃O₇ via sonochemical route was carried out at the Laboratory of Technological Materials Processing (LPMAT), at the Federal University of Amazonas (UFAM).

The synthesis generated hexatitanate (NaTi₆O₁₃), where C₁₂H₂₈ precipitates in water, isopropyl alcohol allows to increase the volume of the solution. Characterization tests such as DRX, FTIR and SEM were performed. After the development and characterization of the ceramic material, it was applied with the aid of an Arduino. The DRX results required the formation of different phases, the EIC showed the structural and electrical behavior of each wafer, being confirmed in the graphic analysis, presenting its characteristic modes in the expected parameters. The application took place with the help of the Arduino, where the sensor had the ability to emit an electrical voltage in response. In view of the results, as an example, they demonstrated good results due to the electrical property of the synthesized titanate, and a sample of pH 10 presented a lower resistive condition.

Keywords: Thermistors; Sodium Titanate; sensor.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estruturas cristalinas do TiO2 nas fases a) Rutilo, b) Anatase e c) Brookita	12
Figura 2: Fluxograma da metodologia do trabalho	26
Figura 3: Isopropóxido	27
Figura 4:Pesagem do NaOH3	27
Figura 5:: Sonicadora aberta com a amostra	27
Figura 6: Sonicadora fechada	27
Figura 7: Uso da centrífuga para separação do material	28
Figura 8: Termistor do tipo PTC usado para teste	31
Figura 9: Arduíno modelo Uno R3 utilizado no experimento	30
Figura 10: Página web arduíno para download	31
Figura 11: Demonstração da biblioteca utilizada na IDE arduíno	32
Figura 12: Montagem do circuito com um termistor utilizado para teste	33
Figura 13: Montagem do circuito com as pastilha cerâmica dentro de uma fonte de calor	
caseira simulada pelo autor	33
Figura 14: Simulação do circuito termistor no programa IDE arduíno	33
Figura 15: Pastilhas cerâmicas de Titanato de Sódio utilizadas como termistores (pH14,	
12,10,8 e 6)	34
Figura 16: Gráfico DRX das 5 amostras plotado	.36
Figura 17: Espectogramas FTIR das 5 amostras sintetizadas	.38
Figura 18: Gráficon de Impedância (Diagrama de Nyquist) referente às 5 amostras	
pintadas de prata	.40
Figura 19: Comportamento do termistor amostra de pH 14	.42
Figura 20: Comportamento do termistor amostra de pH 12	.42
Figura 21: Comportamento do termistor amostra de pH 10	.42
Figura 22: Comportamento do termistor amostra de pH 8	.42
Figura 23: Comportamento do termistor amostra de pH 6	.43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição, morfologia e energia do bandgap de amostras de titanatos								
								13
Tabela	1:	Dimensões	das	pastilhas	tratadas	е	pintadas	de
prata							3	5
Tabela 3	: Valo	res calculados	de resi	stência, resis	tividade e c	ondut	ividade em (cada
amostra.								43
Tabela 4	: Dade	os obtidos no A	rduíno p	bara cada am	ostra			46

Sumário
1. Introdução
2. Objetivos
2.1 Objetivo Geral17
2.2 Objetivo Específicoss17
3. Revisão bibliográfica 18
3.1 Titanato de Sódio 20
3.2 Circuito Termistor
3.4 Efeito PTCR24
4. Metodologia
4.1 Síntese Sonoquímica do Titanato de Sódio25
4.1.1 Ilustrações relacionadas à metodologia28
4.2 Técnicas de caracterização
4.2.1. Difração de raios – X (DRX)
4.2.2. Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
(FTIR)
4.2.3. Espectroscopia por impedância complexa
4.2.4. Circuito elétrico
4.2.5. Funcionamento do circuito
5. Resultados e Discussão
5.1 Difração de Raio X (DRX)
5.2 Espectroscopia de infravermelho (FTIR)
5.3 Espectroscopia de impedância complexa (EIC)
5.4 Circuito elétrico
6. Conclusão
Referências
Apêndice A - código usado no microcontrolador master para receber a leitura
dos sensores e enviar para a plataforma web

1 INTRODUÇÃO

Com advento de novos materiais e consequentemente novas tecnologias, o surgimento de novos dispositivos tem se tornado cada vez mais comum, e consequentemente. Logo, tem se tornado interessante a testagem de termistores de novos materiais, aumentando assim a diversidade e características entre eles. Equipamentos como sistemas de climatização, eletrodomésticos, eletrônicos, baterias entre outros, estão na lista dos que necessitam de termistores em sua composição.

A temperatura é a grandeza física que quantifica a agitação das moléculas, normalmente, relacionada ao calor de um meio, corpo ou subtstância. Algumas grandezas físicas possuem a propriedade termoelétrica, ou seja, quando submetidos a uma variação de temperatura, apresentam uma variação no seu valor. Como é o caso dos condutores elétricos que, se aquecidos, variam a sua resistência elétrica, e são classificado como termorresistivo (TIPLER; MOSCA, 2008).

O comportamento magnetoelétrico refere-se principalmente ao campo magnético que pode gerar uma polarização elétrica e o campo elétrico também podem criar magnetização (HANNACHI, 2022).

Materiais compostos de dielétrico e fases magnéticas também mostraram melhor melhoria em vários outros recursos, como impedância, propriedades dielétricas e armazenamento de energia (SHANKAR, 2019).

Esse acoplamento entre eletricidade e propriedades magnéticas torna possível criar novos dispositivos de alto desempenho, incluindo sensores, memórias de acesso aleatório, coletores de energia, transformadores, antenas, filtros capacitores, termistores, administração de drogas de alta especificidade e assim por diante (PALNEEDI, 2016).

Cerâmicas piezoelétricas apresentam alto valor de coeficiente piezoelétrico, mas são rígidas e quebradiças, não apresentando nenhuma flexibilidade (TEXEIRA, 2015).

7

1.1 Titanato de sódio

O TiO₂ se apresenta mais comumente em três fases cristalinas: rutilo, anatase e brookita. Todas estas fases são compostas de octaedros TiO₆ com diferentes distorções. As características das ligações Ti – O desempenham papeis fundamentais nas diferentes propriedades estruturais e eletrônicas de cada fase. A fase rutilo é a mais estável em bulk, enquanto as outras duas são metaestáveis, que em altas temperaturas podem se transformar irreversivelmente na fase rutilo, dependendo do tratamento que recebem (VEQUIZO, 2017).



Figura 1: Estruturas cristalinas do TiO2 nas fases a) rutilo, b) anatase e c) brookita

Fonte: Neta, 2020.

Os nanotubos de titanatos são nanoestruturas de titanatos produzidas a partir de nanopartículas de TiO₂ e possuem estrutura com grande área superficial específica – de 50 m².g⁻¹ até 400 m².g⁻¹ (KUKOVECZ et al., 2016).

Baseando-se na simetria cristalina, esses materiais podem ser divididos em duas subclasses: monoclínica e ortorrômbica. A fase monoclínica é composta de camadas de unidades octaédricas de TiO₆ estruturadas em "zigue e zague", sendo que as estequiometrias estão relacionadas ao número de unidades de TiO₆ que compõem a estrutura. A natureza dessa fase cristalina também pode ser influenciada pelo tamanho e quantidade dos outros cátions presentes, com relação ao Ti⁴⁺ central. Quando não há cátions suficientes para suportar o espaçamento entre as camadas, elas acabam se unindo por compartilhamento dos vértices do octaedro (ZHANG, 2015).

Fonte:	lani	et al	(2021).
--------	------	-------	---------

Amostra	Concentração relativa da fase Na ₂ Ti ₃ O ₇	Concentração relativa da fase H ₂ Ti ₃ O ₇	Morfologia	Energia de bandgap (eV)	
NT-H ₂ O	71%	29%	Nanotubos	3,38	
NT-HCI	49%	51%	Nanotubos	2,93	

 Tabela 2: Composição, morfologia e energia do bandgap de amostras de titanatos.

Dependendo dos parâmetros utilizados no procedimento de síntese surgem diferentes defeitos na estrutura cristalina. Podem ser formadas vacâncias de oxigênio, que são importantes no mecanismo de condução eletrônica dos semicondutores, já que podem ser responsáveis por dificultar que os elétrons, excitados à banda de condução, se recombinem com o buraco na banda de valência(SUETAKE, 2008).

Nanotubos de Titanato de Sódio mostram desempenho especial de condutividade e retenção de água (WEY et al., 2011).

O sódio compartilha propriedades eletroquímicas semelhantes com o lítio, além de baixo custo, abundancia no ambiente, entre outros, sendo assim um nanomaterial atraente para baterias, por exemplo tem um grande potencial de pesquisa (LI et al., 2020).

Em consequência destas particularidades, do baixo custo de fabricação e de suas diversas aplicações, como em baterias, adsorção e detecção de gás, captura de hidrogênio, fotocatálise, catálise, entre outros (ZHOU et al., 2010)

Em relação aos nanotubos derivados de TiO₂, que possuem como material precursor o óxido de titânio para formar o nanotubo, existem alguns estudos na literatura relacionados ao mecanismo de formação e composição de tais estruturas de acordo com o meio em que sua síntese é realizada(GUSMÃO, 2019).

O óxido de titânio em Na₂Ti₃O₇ possui baixo potencial de intercalação, sendo um promissor material de anodo, por conta de sua estabilidade química, não toxicidade e recursos abundantes. Porém ele sofre de condutividade eletrônica de baixo desempenho em ciclo alto (temperatura >800° C), ou ainda, síntese longa (48h) (Wang, 2017). Uma análise mais cuidadosa mostra que os revestimentos de TiO₂ geralmente são combinados com polímeros ou cerâmicas formando multicamadas ou revestimentos compostos (MORQUECHO, 2020).

1.2 Métodos de síntese

Existem alguns métodos de síntese mais usados para obter nanotubos de

titanato: métodos de molde, oxidação anódica, síntese hidrotérmica e a síntese sonoquímica (LIU, 2014). A síntese hidrotérmica convencional de nanotubos foi proposta por Kasuga et al. (1998) foi por muito tempo o método mais utilizado, pois apresenta vantagens em relação a outros métodos, como baixo custo, menor risco de contaminação e eficiência na produção de nanotubos com boa condições morfológicas (VIANA et, al. 2011). Realizou-se um esforço para obter titanato de sódio por meio de uma rota de síntese hidrotérmica semelhante, com baixa cristalinidade (falta de ordenação interna sistemática de curto alcance). Esta foi encontrada quando o produto sintetizado foi analisado com XRD. Posteriormente, a síntese em estado sólido foi empregada como um possível método de síntese alternativo para ambos os titanatos de césio e sódio. O tempo excessivo de síntese e a falta de titanato monofásico obtido a partir da síntese em estado sólido justificaram o uso do método sol-gel de Pechini neste estudo, patenteado pela primeira vez por Pechini em 1967. Em geral, o uso de um método de síntese que sintetiza facilmente um titanato monofásico devido à homogeneidade dos precursores dentro do gel. A técnica de síntese sol-gel produz tamanhos menores de cristalitos, aumentando a área de superfície para possível adsorção, com a capacidade de ajustar com precisão a estequiometria do titanato obtido

1.2 Efeito PCTR

O efeito PTCR vem com uma proteção de superaquecimento inerente: a resistividade de um material PTCR aumenta em várias ordens de grandeza perto da temperatura de transição de fase ferroelétrica-paraelétrica (geralmente chamada de temperatura Curie TC), o que reduz a condutividade e, por sua vez, a corrente e potência de aquecimento por ordens de grandeza (CHEN, et al. 2011)

De acordo com Aguilera (2020) conforme citado por Basílio et al. (2021), "Recentemente, foram relatadas as características semicondutoras de amostras de cerâmica com uma fase Na₂Ti₆O13 pura sintetizada pelo método sonoquímico, indicando a presença de portadores de carga do tipo p à temperatura ambiente".

Um dispositivo sensor baseado no princípio da variação da resistência com a temperatura é chamado de termistor. Os termistores são de dois tipos; um baseado

no aumento da resistência com o aumento da temperatura é chamado de termistor PTC (temperatura positiva do coeficiente), enquanto uma diminuição da resistência com o aumento da temperatura é chamado de termistor NTC (coeficiente de temperatura negativo) (PANDA, 2023).

Visando a proposta do trabalho, que é o comportamento do titanato de sódio sinteizado como sensores termistores, notou-se que a possibilidade de eficácia é grande, pois Basílio et al (2021) reportaram pela primeira vez o acontecimento do efeito PTCR em titanato de sódio e em sistemas cerâmicos, pois foi observado uma dependência da temperatura das propriedades elétricas com o aumento de resistividade com a temperatura, ainda reportaram também que a energia térmica combinada com o campo elétrico torna-se suficiente para reiniciar o movimento dos portadores de carga de longo alcance pela outra estrutura, justificando assim o aumento da resistividade com temperatura. No entanto, o valor da resistividade total à temperatura ambiente apresentou em seu experimento uma diferença de uma ordem de grandeza dependendo do processo de sinterização utilizado, o que pode estar relacionado com a diferença observada na estrutura e microestrutura das amostras sinterizadas. A dependência da temperatura das propriedades elétricas revela um aumento anômalo na resistividade com a temperatura. Anomalia essa reportada por Basílio et al (2021) que foi cogitado um possível resultado interessante para a motivação deste experimento.

1.3 Dispositivos de testes

"Na eletrônica, um sensor é conhecido como qualquer componente ou circuito eletrônico que permita a análise de uma determinada condição do ambiente, podendo ela ser algo simples como temperatura ou luminosidade" (PATSKO, 2006).

De modo geral, os sensores podem ser classificados como analógicos ou digitais, de acordo com a forma como eles respondem à variação de estímulos. Os sensores analógicos podem assumir infinitos valores intermediários na sua saída, conforme a variação na entrada. Já os sensores digitais baseiam-se em níveis de tensão bem definidos, onde podem assumir valores quantizados, utilizando a lógica binária (PATSKO, 2006).

1.3.1 Propriedades termistoras

Os materiais sensíveis ao calor têm uma ampla gama de aplicações nos campos médico, industrial e veicular para detecção e controle de gradientes de temperatura (CHENGBIN YU, 2023).

Portanto, é necessário melhorar a eficiência da coleta de energia e a qualidade da máquina em um esforço para conservar os recursos (CHENGBIN YU, 2023).

Para atender aos requisitos de miniaturização e baixa resistência na indústria eletrônica, os termistores PTC do chip foram inventados (SASAKI, 1996). Os termistores de chip usados como aplicações de proteção de limitação de corrente são frequentemente conectados em série com os componentes de trabalho. Baixa resistência significa baixo consumo de energia. Os termistores de chip geralmente têm eletrodos internos de metal paralelos, portanto, devem ser sinterizados em uma atmosfera protetora para evitar a oxidação dos eletrodos de metal. Para produzir o efeito PTCR, eles são reoxidados a baixa temperatura (800 °C) na atmosfera do ar, o que é chamado de método de redução-reoxidação (ZU, et. al. 2017).

Uma forma de melhorar o salto PTCR é aumentar a temperatura de reoxidação ou prolongar o tempo de reoxidação (LIANG, 2020).

1.4 Termistores elétricos

A medição de temperatura em baixa temperatura é de grande importância em aplicações espaciais, supercondutividade e detectores térmicos (LIU et al., 2020). O termistor NTC (coeficiente negativo de temperatura), cuja resistência diminui com o aumento da temperatura, apresenta melhor desempenho, como alta sensibilidade (10 a 10.000 vezes a dos termômetros de resistência de platina), alta precisão, baixa inércia térmica, baixo custo e fácil implementação de controle remoto medição e controle (FETEIRA et al., 2010) Essas propriedades os tornam mais adequados para medição de baixa temperatura (GUAN et al., 2023).

Atualmente, sensores de temperatura têm sido muito utilizados em aplicações

domésticas, industriais, médicas e laboratoriais, devido ao fato de se tratarem de situações que necessitam de um monitoramento e controle da temperatura precisos. Além disso, esses sensores vêm ganhando cada vez mais espaço, principalmente pela grande tendência de miniaturização de circuitos eletrônicos (FEITERA, 2009).

Basicamente existem quatro tipos de sensores de temperatura que são usados em aplicações domésticas, industriais ou médicas. Eles são classificados como (i) termopares, (ii) detectores de temperatura resistivo, (iii) sensores de circuito integrado, e (iv) termistores.

Termistor é um elemento elétrico resistivo feito a partir de materiais semicondutores baseados em misturas de óxidos de metais de transição, sendo que o material utilizado determinará se o coeficiente de temperatura do dispositivo é positivo (PTC – Positive Temperature Coefficient) ou negativo (NTC – Negative Temperature Coefficent). Esses dispositivos são muito sensíveis e apresentam rápida resposta, o que justifica sua ampla aplicação (DANEK, 2006). Grande maioria dos termistores NTC comerciais atuais são feitos a partir de cerâmicas com estruturas do tipo espinélio e perovskita (CHENG, 2015).

As principais vantagens de um termistor são: baixo custo, pequenas dimensões, rápido tempo de resposta, grande faixa de temperatura de trabalho e alta acurácia. Dessa forma, a escolha de um sensor depende da sua precisão, velocidade de resposta e faixa de temperatura de trabalho e temperatura de acoplamento no substrato ou alojamento, ambiente de aplicação e custo (FEITERA, 2009).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

 Verificar a resposta do Titanato de Sódio como Termistores elétricos do tipo PTC.

2.2 Objetivos específicos

• Realizar a síntese e caracterizações do Titanato de Sódio em amostras com diferentes condições de pH para utilização no experimento prático.

- Montar um circuito termistor em um arduíno.
- Alimentar o dispositivo (sensor).

• Verificar como cada amostra se comporta quando o circuito está em funcionamento, analisando a relação resistência x temperatura.

• Verificar o efeito PTCR na amostra.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Titanato de sódio

Os titanatos correspondem a uma classe de nanoestruturas derivadas do TiO₂. Esses diferem em sua estrutura em camadas, o que lhes confere propriedades importantes e têm sido estudados nos últimos anos, desde Kasuga et al. (1998). Como a fórmula geral é $M_xTi_yO(x/2) 2y_zH_2O$ (M = H, Li, Na, K, etc.), esses materiais têm semelhanças estruturais com TiO₂ porque também consistem de TiO₆ octaédrico de uma unidade conectada por vértices e arestas comuns (ZHAOLIM; BING; LIANG; HUIXIN, 2005).

Segundo Corcoran, Tunstall e Irvine (2000, p. 17), os titanatos possuem propriedades semicondutoras, mas vários métodos para obtenção do titanato de sódio foram relatados na literatura. Segundo Salgado, Djurado e Fabry (200, p. 278), os titanatos Na₂Ti₃O₇ e Na₂Ti₆O₁₃ são normalmente formados pela reação de Na₂CO₃ com TiO₂ ou Na₂O com TiO₂ seguido de uma temperatura de cerca de 1250 °C, obtido por aquecimento Uma estrutura semelhante a um túnel conectada por metais alcalinos (GUSEV, REMPEL, 2003).

Segundo Gusev e Rempel (2003) os titanatos podem ser obtidos a partir do TiO₂ pela adição de átomos de outros elementos (geralmente metais alcalinos) à sua estrutura. A maioria dos titanatos tem uma estrutura em camadas, com octaedros de TiO₆ dispostos em camadas densas com cátions de metais alcalinos entre eles. Portanto, a distância entre as camadas é definida pelo tamanho dos cátions. Um exemplo de uma estrutura em camadas de titanato correspondente à fase Na₂Ti₃O₇. Neste caso, os octaedros formam camadas em zigue-zague, a distância entre as camadas é de cerca de 0,8 nm e sua estrutura lamelar facilita muito a troca iônica do titanato. Por exemplo, titanatos de protões do tipo H₂Ti₃O₇ podem ser obtidos a partir de titanato de sódio. Esta modificação encurta a distância interlamelar para 0,79 nm (GUSEV, REMPEL, 2003).

Por sua vez a estrutura em camadas dos titanatos dá a eles suas propriedades e vantagens em aplicações catalíticas, como alta capacidade de troca iônica, rápida difusão e intercalação iônica e alta densidade de carga superficial. As camadas contendo as formas bidimensionais carregadas negativamente são separadas dos cátions e moléculas no espaço entre as camadas (ZHAOLIM; BING; LIANG; HUIXIN, 2005).

Outro ponto de interesse relacionado aos titanatos, inclui uma significativa capacidade de conversão para TiO₂, o que permite que o TiO₂ formado atinja uma morfologia média de titanato. Além disso, a estrutura "aberta" dos titanatos facilita os processos de liga do material plano em comparação com a estrutura compacta do TiO₂, pois neste último é muito mais difícil para um átomo ou íon de impureza entrar na massa no bulk de material (ZOPPI, NUNES, 1997).

Com base na simetria do cristal, esses materiais podem ser divididos em duas subclasses: monoclínicos e ortorrômbicos. A fase monoclínica consiste em camadas de unidades octaédricas de TiO₆ dispostas em uma estrutura em "zigue-zague", e a estequiometria refere-se ao número de unidades de TiO₆ que compõem a estrutura. Essa correlação pode ser observada com as estruturas H₂Ti₃O₇ e H₂TiO₉ apresentadas nas Figuras 5b e 5c. A natureza desta fase cristalina do também pode ser influenciada pelo tamanho e quantidade de outros cátions do em relação ao Ti central. Se não houver cátions suficientes para suportar a distância entre as camadas, eles ficarão juntos, dividindo os vértices do octaedro (ZHAOLIM; BING; LIANG; HUIXIN, 2005).

Para aplicações fotocatalíticas, o mecanismo de fotodegradação de compostos orgânicos é semelhante ao do TiO₂, anteriormente detalhado. Porém ainda existem muitas incertezas sobre as propriedades fotocatalíticas desses materiais, registradas na literatura. Alguns trabalhos indicaram que a atividade fotocatalítica de nanomateriais de titanatos não é tão boa quanto o catalisador padrão P25, ao serem testados para a oxidação de NH₃ e compostos orgânicos em suspensões aquosas. A causa apontada para esse comportamento incluiu a presença de do sódio incorporadas na estrutura das nanopartículas e a baixa cristalinidade das mesmas (XU; BARTLEY; JOHNSON, 749, 2003).

No entanto, Iani et al. (2021) mostra que nanoestruturas unidimensionais de titanato de sódio e titanato de hidrogênio, ou seja, o nanotubo de morfologia, possui alto desempenho fotocatalítico devido a várias propriedades como: maior exposição de planos cristalinos com menor energia de banda; ativação do semicondutor em luz visível; locais de trabalho sem oxigênio com alguns tipos de defeitos, resultando em menos recombinação de carga (e- /h). Tais propriedades do contribuem para o maior tempo de vida dos sítios ativos de fotoatividade do material, aumentando assim a atividade fotocatalítica. Foi mostrado na literatura que os materiais feitos de dióxido de titânio (TiO₂) ou titanatos (Na_xH_{2-x}Ti₃O₇, $0 \ge x \ge 2$), como mencionado no trabalho, possuem diferentes valores de energia do bandgap. A variação desse valor energético

se deve aos seguintes fatores: composição do, grau de cristalinidade, tamanho, forma e defeitos das partículas do. Um exemplo de material com morfologia semelhante (nanotubos), cuja alteração na composição provocou alteração na energia do bandgap que são o já mencionado titanato ($N_{ax}H_2$ -xTi₃O₇, 0 ≥ x ≥2) (CORCORAN, DJD TUNSTALL, DP E IRVINE, 2000).

Por sua vez, no que se refere aos titanatos de sódio, esses são uma classe de materiais que têm atraído a atenção da comunidade científica devido às suas propriedades físico-químicas. Eles mostram aplicações da série, como atividades fotocatalíticas, armazenamento de energia, sensores de umidade, fabricação de materiais porosos, por exemplo (GUSEV, REMPEL, 2003).

A maioria de suas aplicações está relacionada à sua alta capacidade de troca. A estrutura dos titanatos de sódio é geralmente formada por folhas octaédricas de TiO₆, que permitem que os íons sejam adicionados ao espaço criado entre as junções dessas camadas. Além disso, na formação do titanato de sódio, a conversão estequiométrica do de sódio para titanato de sódio causa uma alteração estrutural que pode formar uma estrutura tubular ou em camadas (CORCORAN, DJD TUNSTALL, DP E IRVINE, 2000).

O titanato de sódio mais comum tem uma estrutura cristalina monoclínica, é do tipo A₂Ti_nO_{2n} 1.= 6. Portanto, Na₂Ti₃O₇ é chamado de tritanato de sódio e Na2Ti6O13 é chamado de hesi-titanato de sódio. As duas fases do são muito semelhantes, mas diferem no arranjo octaédrico do TiO₆, o que leva a uma mudança na difusão dos íons carregados do. De fato, como as duas fases são monoclínicas, muitos picos de difração acabam satisfazendo a lei de Bragg (n λ = 2dsen θ) em posições muito próximas, resultando em picos sobrepostos, dificultando a análise desses padrões de difração. No entanto, os picos mais intensos têm posições de ângulo de difração diferentes.

3.1 Síntese sonoquímica

As ondas sonoras produzidas por um objeto vibrante são energia mecânica e pressão. A síntese sonoquímica está ganhando muito interesse na química verde, pois é econômica e pode diminuir a ingestão de reagentes adicionais durante a síntese. Isto é um método de etapa única que evita qualquer tratamento térmico adicional a nanoestrutura (Kamali,2021).

As ondas sonoras são usadas para ativar materiais precursores durante reações químicas. Acredita-se que ser um procedimento de baixo consumo de energia com uma diminuição considerável em tempo de precipitação para a separação de numerosos semicondutores e resulta na síntese de materiais com uniformidade e morfologia homogênea(XU, 2013).

Há estudos reportando a utilização da sonoquímica na produção de materiais metálicos nanoestruturados, carbetos e materiais mesomorfos com base na quebra de ligações químicas que é influenciada pela cavitação acústica (BANG et al., 2010).

A sonoquímica é a parte da ciência que está baseada no aproveitamento da energia sonora para realizar alterações em um meio material explorando a aplicação do ultrassom para intensificar a transferência de massa e as reações químicas. Esse fenômeno físico responsável pelo processo sonoquímico é a chamada cavitação acústica (LIXIN BAI, 2020).

A eficiência de um reator sonoquímico cilíndrico foi investigada para alturas de líquido variando de 10 a 700 mm nas frequências de ultrassom de 45, 129, 231 e 490 kHz. Verificou-se que a eficiência sonoquímica (SE) depende da frequência e da altura do líquido; ou seja, entre 45 e 490 kHz, o pico do valor SE aumenta monotonicamente com o logaritmo da frequência, e a altura do líquido que produz o SE mais alto é aproximadamente 15 vezes o comprimento da onda. Esses resultados fornecem informações importantes sobre a otimização de reatores sonoquímicos de grande porte para aplicações práticas (YOSHIYUK, et,al,. 2008)

3.3 Circuito termistor

Um termo derivado do termistor, uma combinação das palavras termo (temperatura) e resistência. Essa designação é atribuída a uma classe de componentes eletrônicos semicondutores cuja resistência elétrica é fortemente influenciada por mudanças de temperatura que alteram a concentração de portadores de carga dentro do dispositivo. Semelhante aos detectores de temperatura de resistência (RTDs), os termistores são resistores sensíveis à temperatura caracterizados por uma sensibilidade muito alta, convertendo pequenas variações de temperatura em grandes variações na resistência elétrica do dispositivo de acordo com uma relação exponencial. É consenso que na medição de temperatura, os termopares se destacam por sua simplicidade e versatilidade. Resistor térmico para

estabilidade. Termistor com sensibilidade. O uso de um termistor resulta em forte não linearidade na curva de resposta em oposição ao aumento da sensibilidade (CORCORAN, DJD TUNSTALL, DP E IRVINE, 2000).

Nesse contexto, um termistor é um dispositivo usado em uma faixa de temperatura a partir de valores criogênicos em torno de -260 °C e utilizável até 300 °C. No entanto, problemas de projeto devido ao próprio princípio de operação limitam a maioria das aplicações comercialmente à faixa de -60°C a 160°C (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; 2004).

Os termistores podem ter uma infinidade de aplicações na ciência, na indústria, nas atividades comerciais e domésticas. Podem ser empregados como elementos sensores na construção de sondas para medição absoluta ou relativa de temperatura, no controle e na proteção térmica de motores e nos eletrodomésticos, em instrumentos de pesquisa científica, como sensores térmicos no monitoramento e acionamentos em automóveis e aviões, em dispositivos de e equipamentos para as telecomunicações, dentre outros. Por ser dispositivos pequenos e muito sensíveis, merece destaque a ampla e importante utilização dos termistores nas aparelhagens médico-hospitalares e nos processos vinculados à indústria farmacêutica, incluindo algumas aplicações para medições in situno campo da biologia (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; p. 2169, 2004).

Os dispositivos podem ser fabricados na forma de "chip", onde o óxido é depositado por imersão, pulverização ou serigrafia em um substrato isolante. As conexões elétricas podem ser feitas por uma combinação de tintas condutoras à base de prata ou ouro, e os condutores são feitos de materiais condutores como cobre, prata, ouro ou ligas desses metais. Os cavacos podem atingir dimensões tão pequenas quanto cerca de 1 mm2 e 0,2 mm de espessura. Os NTCs também podem ser fabricados em outras formas, dependendo do processo de fabricação ou dos requisitos de destino. Matematicamente, um NTC reage eletricamente de acordo com a equação (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; 2004):

 $I = \eta.S.v.\epsilon$, onde:

- I = Corrente elétrica (A)
- η = Densidade de portadores de carga (contagem / m³)
- S = Área da secção transversal do material (m²)
- v = Velocidade de portadores de carga (m / s)
- ε = Carga de um elétron (coulomb) = 1.602 x 10-19 coulomb (CORCORAN, DJD TUNSTALL, DP E IRVINE, 2000)

O tempo de resposta de um termistor, seja NPT ou PTC, depende das dimensões, das características físicas do componente e das características físicas e dinâmicas do meio no qual o termistor está inserido. Pode variar de segundos a minutos. Independentemente de outros fatores, os termistores expostos operam mais rapidamente e os termistores menores quase sempre têm tempos de resposta mais rápidos. A proteção adicional por poços termométricos, encapsulamento ou ambos sempre diminui a resposta, especialmente quando os materiais usados são de massa considerável, alta capacidade térmica e baixa condutividade térmica em comparação com o termistor (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; 2004).

O tipo e a dinâmica da mídia também afetam o tempo de reação. Por exemplo, um sensor imerso em um líquido como água ou óleo terá um tempo de resposta mais rápido do que um sensor imerso em um gás como o ar. Mover ou alternar a mídia garante uma reação mais rápida. Por exemplo, um termistor nu suspenso em um banho de óleo agitado tem uma constante de tempo da ordem de 1 segundo, mas quando envolto em Teflon e exposto ao ar, essa constante aumenta para 2,5 segundos (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; 2004).

Na indústria de energia, os termistores PTC, que usam as propriedades semicondutoras do titanato de bário dopado, têm um grande número de aplicações para proteção contra sobretensões e curtos-circuitos. Quando conectados em série com a carga, os termistores PTC limitam a corrente a níveis seguros (Apostol, et al., 2008)

O funcionamento dos termistores PTC é baseado no aumento da resistividade com a temperatura, mas apenas em uma faixa limitada de temperatura, próximo à transição de fase. A mudança de resistência é muito alta nesta temperatura devido aos efeitos de contorno de grão (APOSTOL, et al., 2008).

Os sensores PTC têm uma resistência que aumenta com a temperatura, são fáceis de medir, pois sua variação de resistência cobre apenas uma ordem de grandeza e a dependência da temperatura é bastante linear, no entanto, sua tolerância de produção é bastante grande, portanto, a precisão estatística total na temperatura medição é baixa (NIEDDU, 2012).

Por sua vez, Salienta-se que a precisão do termistor geralmente é expressa como uma porcentagem ou faixa de temperatura medida. As especificações comerciais obtidas dos fabricantes e distribuidores de termistor no momento da redação deste NT-011 indicam que os dispositivos estão disponíveis com uma classe de precisão de 0,1%. 0,2%; 0,5%, 0% (MENG; XD; WANG; LIU; ZHANG; 2004).

Termistores são, geralmente, muito precisos e estáveis. Porém, condições operacionais adversas, tais como excesso de temperatura, exposição a umidade, danos mecânicos ou corrosão podemcausar alterações irreversíveis na correlação resistência versus temperatura do dispositivo.Cada termistor possui curva de resposta particular. Por isso, podem ser relevantes os errosdecorrentes da troca desse tipo de componente em aplicações em que também não é possível atroca dos coeficientes de Steinhart-Hart nos instrumentos de medição (indicadores, atuadores, condicionadores de sinal, etc. Como forma de assegurar a compatibilidade de termistores nessastrocas, alguns fornecedores fornecem dados sobre os limites de erros que podem decorrer nessaspermutas, estabelecendo faixas de 0,1°C e 0,2°C, dentro de faixas delimitadas de temperatura (CALLISTER, WILLIAM, p. 14, 2013).

3.2 Efeito PTCR

O efeito PTCR é uma variação não linear da resistência com a temperatura causada pela resistência do contorno de grão . É descrito com precisão pelo modelo de Heywang (HEYWANG, 1961).

Os termistores PTC são geralmente con motores elétricos, transformadores de potência e telecomunicações conectados em série com uma carga para proteger circuitos eletrônicos gerais equipamento. Geralmente, as aplicações de proteção contra sobrecorrente exigem termistores PTC com baixa resistência à temperatura ambiente, temperaturas Curie apropriadas, alta resistência positiva coeficientes de temperatura de resistência e alta resistência voltagens (CHIH-KUO, 2005)

O efeito do coeficiente de resistência de temperatura positiva (PTCR), encontrado no titanato de bário semicondutor dopado, é um fenômeno controlado pelo limite de grão e surge da presença de uma barreira de energia nos limites dos grãos semicondutores devido à estrutura defeituosa característica do material que leva à distribuição não homogênea de vacâncias de bário entre os grãos e os contornos de grão (DANIELS, 1976).

À medida que o material passa do estado tetragonal para o cúbico na temperatura ferroelétrica de Curie, o momento dipolar e, consequentemente, a estrutura de domínio desaparece, dando origem à barreira de potencial de contorno de grão que resulta em aumento de ordens de magnitude de resistividade (HEYWANG, 1961).

4 METODOLOGIA

4.1 Síntese sonoquímica do titanato de sódio

A sonoquímica é um ramo da química que estuda a influência das ondas ultrassônicas sobre os sistemas químicos (SUSLICK & DOKTYCZ, 1990). Enquanto outros métodos necessitam de condições especiais para ocorrer, tais como a existência de espécies polares (microondas), meio condutor (eletroquímica) ou a presença de espécies cromóforas (fotoquímica), a sonoquímica só requer a presença de um meio líquido para produzir seus efeitos.

Nesta técnica sons de alta intensidade (de 20 kHz a 15 MHz) são gerados quando a energia elétrica é empregada para causar o movimento de uma superfície sólida, como uma cerâmica piezoelétrica. Estes materiais expandem-se e contraem-se quando um campo elétrico é aplicado. Para que seja gerado o ultrassom, uma corrente elétrica alternada de alta frequência é aplicada a um material piezoelétrico conectado à parede de um recipiente metálico, geralmente titânio. (MESQUITA, 2013).

Foi realizada no Laboratório de Processamentos de Materiais Tecnológicos (LPMAT), na Universidade Federal do Amazonas (UFAM) a síntese do Titanato de Sódio Na₂Ti₃O₇. Primeiramente foi realizado o cálculo estequiométrico para o preparo das amostras que foram sintetizadas posteriormente na seguinte proporção: 3 mols de Isopropóxido de titânio (C₁₂H₂₈O₄Ti) para 2 mols de Hidróxido de Sódio (NaOH) que pode ser visualizada na Equação 01.

Posteriormente a etapa de definição do cálculo estequiométrico iniciou-se o preparo da amostra, adicionando 20g de isopropóxido de titânio em um béquer de 50ml, em seguida diluiu-se em 7,32ml álcool isopropílico e consequentemente adicionou-se de forma gradual (atravé de uma pipeta graduada de 10ml) 16,5ml do hidróxido de sódio (NaOH) à solução. Para manter a homogeneidade da solução foi utilizado um agitador em temperatura ambiente, obtendo assim 2,5g do produto.

Após a etapa de preparo da amostra as mesmas foram armazendas no reator

sonoquímico (ECOSONICS, QR850) com os seguintes parâmetros definidos: tempo de 15 minutos, juntamente com uma potência de (487,5 Watts) a 65% da potência do equipamento.

Posteriormente esta etapa, o béquer utilizado para realizar a mistura dos precursores foi removido do reator e colocado em resfriamento em temperatura ambiente por um período de tempo.

Após o processo da síntese ter sido feito e o béquer ter passado por resfriamento, foi feita a separação da parte sólida (material sobrenadante) e do líquido presente na amostra, através da centrífuga digital da marca Kasvi, sendo feitos 4 ciclos de 5 minutos a 4.000RPM. Para alterar o pH das misturas obtidas pela síntese foi acrescentado, por gotejamento manual, a solução de Ácido Clorídrico 5 mol.L⁻¹ e comitamente realizando o controle do pH da amostra a cada lavagem realizada. seguindo da sua secagem na estufa à 100°C pelo período de 24 horas, com isso foi gerado primeiramente a amostra de pH14. O mesmo processo seguiu de maneira similar para chegar em amostras de pH12, pH10, pH8 e pH6. Após a etapa de preparo, síntese e pós síntese houve o tratamento térmico das amostras na Mufla à 900°C por 1 hora.

A estrutura de fase da cerâmica composta foi determinada por difração de raios X (DRX, pelo equipamento BRUKER D2 PHASER). Posteriormente fez-se a etapa de confecção da amostra em pastilha cerâmicas, seguindo de tratamento térmico, medição de diametro, espessura das pastilhas já conformadas e posteriormente pintura das faces das pastilhas com tinta condutiva de prata. A morfologia microscópica das cerâmicas foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura. O resultado da impedância foi realizado utilizando um instrumento de teste de impedância (ModuLab ECS da marca Solartron Analytical). A mudança de resistência do termistor foi calculada usando a fórmula: R/R0 = (R-R0)/R0, com R0 e R representando a resistência antes e depois do envelhecimento, respectivamente .



Figura 2: Fluxograma da metodologia do trabalho

4.1.1 Ilustrações relacionadas à metodologia.



Figura 3: isopropóxido

Fonte: Autor

Figura 4: pesagem do NaOH₃



Fonte: Autor

Figura 6: Sonicadora fechada



Figure 5: Sonicadora aberta com a amostra

Fonte: Autor

Fonte: Autor



Figura 7: Uso da centrífuga para separação do material



Fonte: Autor

4.2 Técnicas de caracterização

Tópico subsequente a etapa de metodologia que visa caracterizar o material trabalhado (titanato de sódio) para assim estudar as propriedades do material formado a partir da síntese.

4.2.1 Difração de raios – x (DRX)

O DRX refina significativamente os grãos e reduz o encruamento, melhorando assim as propriedades mecânicas das ligas por meio do processo de compressão em alta temperatura (Quancang, 2013)

A análise estrutural do material foi obtida por difração de raios – X (DRX) que é uma técnica que consiste em incidir uma radiação em uma determinada amostra e detectar o feixe de fótons. Considerando um material cristalino, com átomos ordenados e periodicamente arranjados no espaço (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). A amostra sintetizada em pó foi caracterizada. A identificação das fases foi realizada por meio dos difratogramas obtidos e a comparação das amostras manipuladas foi realizada através dos padrões teóricos obtidos no banco de dados Inorganic Crystal Structure Database (ICSD).

Ao falar em determinação das fases cristalinas nos materiais sempre se indica a utilização desta técnica, sendo assim uma das mais utilizadas, ela possibilita acompanhar a evolução de fases, fazendo com que seja possível a realização permitindo a determinação da estrutura cristalina do material. O dados das medições foram realizados na Central analítica do IFAM-CMC, por intermédio de um difratômetro da marca BRUKER D2 PHASER. Os parâmetros adotados para uso foram de 40kV e 150mA. A radiação utilizada para as medidas foi Cuk α (λ = 1,5406Å) e a taxa de varredura de 0,02°/min em um intervalo de 10 a 80°. Posteriormente, após a obtenção dos difratogramas os resultados foram comparados com os padrões do arquivo ICSD (Inorganic Crystal Structure Database).

4.2.2 Espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) é um campo que passou por um desenvolvimento significativo na última década, prometendo diagnósticos mais fáceis, rápidos e objetivos (BYME, 2020). A espectroscopia FTIR estuda as interações entre matéria e radiação eletromagnética que aparecem na forma de um espectro. Cada molécula tem uma impressão digital de espectro que a torna única e permite que ela seja diferenciada de outras moléculas (GRIFFITHS, 1986).

O FTIR se concentra na diferenciação e caracterização de células e tecidos, observando bandas ou grupos individuais para identificar com precisão as conformações moleculares, tipos de ligação, grupos funcionais e interações intermoleculares que compõem o espécime (BYME, 2020).

O FTIR é utilizado para identificar os arranjos moleculares do material, com base nas frequências vibracionais das moléculas. Os modos de vibração registrados são oriundos da radiação eletromagnética absorvida pelo material como consequência dos movimentos de torção, deformação, rotação e vibração dos átomos no arranjo atômico. Utilizou-se o método da pastilha de KBr para a coleta dos espectros, onde foi misturada uma quantidade da amostra em análise em uma proporção de amostra para KBr de 1:100 (m/m) prensada em pastilha (disco) translucida. O aparelho que se utilizou na caracterização é da marca Bruker, modelo Vertex FTIR 70 V, com intervalo espectral de 4000 a 400 cm⁻¹, utilizando 32 varreduras e resolução de 2 cm⁻¹.

4.2.3 Espectroscopia por impedância complexa (EIC)

A espectroscopia de impedância (EI) é uma técnica que permite analisar propriedades elétricas de materiais e sistemas através da aplicação de sinais elétricos alternados em diferentes frequências, seguido das medidas dos sinais de resposta (ZHAO, 2017).

Suas aplicações abrangem diversas áreas, tais como: análises microbiológicas, controle de qualidade de revestimentos, caracterização de sólidos, dentre outras (GROSSI, 2017).

Os gráficos da parte real e da parte imaginária da impedância em função da frequência compõem o espectro de impedância para aquele dispositivo formado com a amostra do material e os dois eletrodos (BARSOUKOV, 2005).

A caracterização elétrica das pastilhas (pH14, pH12, pH10, pH8, pH6) confeccionadas com o material produzido foi realizada por meio da técnica de Espectroscopia de Impedância Complexa (EIC). Utilizou-se um equipamento ModuLab ECS da marca Solartron Analytical, onde cada uma das pastilhas cerâmicas foi posicionada entre dois eletrodos e uma corrente senoidal foi aplicada. A amplitude (voltagem) usada foi de 0,5 V, enquanto a faixa de frequência medida foi de 10 Hz a 1 MHz a uma temperatura mantida em 25 °C. A partir disto a resposta do material foi registrada.

4.2.4 Circuito elétrico

Posteriormente à etapa de caracterização do Titanato de Sódio, e feita a revisão bibliográfica a respeito de montagem, e funcionamento de circuito termistores prosseguiu-se para a etapa final e de extrema importancia deste projeto: a aplicação das pastilhas ceramicas juntamente a um sensor termistor do tipo PTC para verificar qual obteve melhor resposta, resposta essa que foi esperada pela pastilha que apresentasse menor condição resistiva se comportasse como um termistor do tipo PTC esperado do titanato de sódio, como foi reportador por Basílio et al. 2021, e consequentemente melhor condição elétrica. Essa etapa foi inicialmente simulada por um programa simulador de arduíno lot Cloud, onde é possível visualizar e programar a leitura de dados do sensor. Em seguida criou-se um circuito básico, com a utilização de um arduíno uno R3 (o qual foi escolhido para esse trabalho), um sensor termistor e um resistor 1/4W 5% 10K, onde esse arduíno foi colocado em contato com as patilhas confeccionadas do Titanato de Sódio. O material utilizado segue listado abaixo:

- 1 mini protoboard 170 furos na cor branca.
- 1 placa arduíno do tipo uno R3
- cabos *jumper* macho-fêmea 30cm
- 1 resistor 1/4W 5% 10K
- 1 termistor PTC (para simulação teste)
- Tinta condutiva de prata para gerar ponto de contato entre a superfície da pastilha
- e o jumper conectado
- Fita isolante para fixar o contato entre pastilha cerâmica e o jumper.

Referência do termistor segundo o datasheet do modelo usado para teste:

Figura 8 : Termistor do tipo PTC usado para teste.



Fonte: Autor



Figura 9: Arduíno modelo Uno R3 utilizado no experimento

Fonte: Autor

32

Para a implementação do projeto foi necessário escrever um código na linguagem C, utilizando o software Arduino IDE, devido a compatibilidade com o microcontrolador escolhido para o projeto. O download da versão 1.8.16 pode ser realizado pela URL (https://www.arduino.cc/en/*software*). A etapa de instalação do programa é simples e intuitivo, pois o passo a passo é mostrado na tela após cada etapa realizada.

Após a etapa de instalação é possível acessar ao ambiente do programa e prosseguir com a configuração e execução do mesmo.



Figura 10: Página web arduíno para download

Fonte: Autor

Para a execução perfeita do programa no IDE arduíno foi necessária a instalação da biblioteca "*Thermisto*r", pois assim foi feita a leitura correta das propriedades esperadas simulando um termistor propriamente dito. Essa etapa é realizada, pois é de suma importância simplificar os códigos visando economizar espaço na memória do programa, logo a IDE Arduíno possui um recurso onde pode-se adicionar uma biblioteca específica para cada dispositivo capaz de facilitar a programação, utilizando comandos próprios na biblioteca para facilitar a execução de determinado comando e simplificar o desenvolvimento do código como já mencionado no início deste parágrafo.

Figura 11: Demonstração da biblioteca utilizada na IDE arduíno



4.2.5 Funcionamento do circuito

O circuito foi idealizado e montando sem muita complexidade para a etapa de coleta de dados fornecidos pelas 5 pastilhas cerâmicas confeccionadas por meio do arduíno de modelo Uno R3, que como já mencionado, tem como função ler o sinal de corrente elétrica e transmitir a relação resistência x temperatura de cada pastilha. Utilizou-se o uso de um resistor 10K no circuito para haver limitação da corrente elétrica para assim haver queda de tensão na entrada para o arduíno , trata-se de um modelo simples, onde ligou-se os *jumpers* no mini *protoboard*, bem como a ligação de termistor.

Para teste primeiramente. Já na conexão com o arduíno foram ligados os *jumpers* do tipo macho-fêmea na entrada analógica com potência de leitura de 5v, assim como na entrada analógica A2 e outro na entrada terra (GND). Após a etapa de teste bem sucedida com o termistor, foram utilizadas as pastilhas cerâmicas em seu lugar, onde a conexão dos *jumpers* e cada face das pastilhas foram pintados com tinta condutiva de prata, onde foi gerado pontos de contatos entre eles, visando auxiliar no funcionamento do circuito com as pastilhas tendo comportamento de termistores e na leitura de dados emitidos da pastilha. Após essa etapa de ligação foi aplicada a programação do código de leitura por meio da plataforma Arduíno IDE. Aonde foi possível perceber o funcionamento do circuito por meio da coleta de dados

34

relacionados a relação temperatura x resistência.



Figura 12: Montagem do circuito com um termistor utilizado para teste

Fonte: Autor

Figura 13: Montagem do circuito com a pastilha cerâmica dentro de uma fonte de calor caseira simulada pelo autor



Fonte: Autor

Figura 14: Simulação do circuito termistor no programa arduíno IDE



Fonte: Autor

Foi feita a medida das dimensões de cada pastilha (tabela 2) para avaliar se a relação diâmetro (mm) x espessura (mm) de fato tem influência na resposta elétrica como termistores analisando a variação de temperatura e resistência, porém nao foi encontrado pelo autor referências que correlacionem essas informações a respeito do diamêtro do termistor com seu devido funionamento.

Pastilhas tratadas e pintadas de prata						
PASTILHA	DIÂMETRO (mm)	ESPESSURA (mm)				
pH14	9,81	2,53				
pH12	9,68	2,97				
pH10	9,72	2				
pH8	9,9	3,93				
pH6	10,02	3,18				

Tabela 3: Dimensões das pastilhas tratadas e pintadas de prata

Fonte: Autor

Figura 15: Pastilhas cerâmicas de Titanato de Sódio utilizadas como termistores (pH 14,12,10,8 e 6)



Fonte: Autor

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tópico destinado a discussão de resultados encontrados a partir da síntese do material, voltado para a finalidade do mesmo.

5.1 Difração de raios X (DRX)



Figura 16: Gráfico DRX das 5 amostras plotado

Através da técnica de caracterização difração de raios X das 5 amostras, verificous-se a formação de fases dos materiais. Começando pela primeira amostra sintetizada (pH14), analisada pela figura 16 detectou-se a formação de um polimorfo, pois o a mesma apresentou de 3 fases que são Na₁₆Ti₁₀O₂₈, Na₂Ti₃O₇ e Na₄Ti₅O₁₂. Isso ocorre, por conta do equilíbrio dinâmico entre as espécies químicas na solução utilizada e no sólido formado pós síntese. Nessa condição de síntese extremamente alcalina, a concentração de íons hidróxido (OH⁻) é maior, o que favorece a formação da fase Na₁₆Ti₁₀O₂₈. Essa fase possui uma estrutura cristalina tridimensional composta por grupos de oxigênio com carga negativa que interagem fortemente com os íons sódio. A presença de íons hidróxido pode ajudar a estabilizar as espécies iônicas na solução, favorecendo a formação da fase Na₁₆Ti₁₀O₂₈. A formação da fase Na₄Ti₅O₁₂, também é favorecida em valores de pH alto, alcalino, logo, por isso a presença notória nas amostras de maior pH. A obtenção da fase Na₂Ti₃O₇ também é

detectadada, pois há uma maior concentração de (OH⁻), onde esse hidróxido estabiliza a solução ao hidrolisar o precursor isopropóxido de titânio, utilizado na síntese, formando hidróxido de titânio.

Já as amostras obtidas nas condições de pH 12,10 e 08 apresentaram, de forma predominante, uma mistura das fases de hexatitanato de sódio, Na₂Ti₆O₁₃; e trititanato de sódio Na₂Ti₃O₇. Por se tratar amostrar com valores de pH elevado assim como a de pH 14, acredita-se que o ácido clorídrico não tenha reagido com os íons de sódio do titanato, de maneira tão fácil, como ocorreu com a solução mais ácida, isso ocorre pelo caráter básico (alcalino) das amostras. Em soluções com pH mais elevado, os íons hidroxila (OH⁻) são predominantes, o que pode reagir com o ácido clorídrico para formar água e cloreto, reduzindo a quantidade de íons de cloreto disponíveis para reagir com os íons de sódio no titanato de sódio.

Na amostra pH 06 nota-se que foi obtido um polimorfo constituído por três fases: dióxido de titânio, TiO₂; cloreto de sódio, NaCl; e a fase hexatitanato de sódio, Na₂Ti₆O₁₃. Ao analisar a amostra de pH06, percebe-se que a concentração de íons Cl⁻ é maior que nas demais amostras, configurando a facilidade de concentração do mesmo nessa condição mais ácida. O NaCl e o TiO₂ são encontrados nessa fase porque acredita-se que o baixo pH aumenta a concentração de Cl⁻ da solução precursora fazendo com que este reaja com os íons de Na⁺, influenciando assim na estrutua da amostra, com o surgimento da fase. Logo, o pH da solução precursora pode influenciar significativamente a estrutura do titanato de sódio durante a síntese, visto que a estrutura cristalina desse material é dependente das condições de síntese.

5.2 espectroscopia de infravermelho (FTIR)

A Figura 17 ilustra o espectro de infravermelho (FTIR) pós sintese de Titanato de Sódio obtidos pelos métodos de sonoquímica das 5 amostras de diferentes pH.

Na análise da amostra com pH em torno de 14, foram identificados quatro modos distintos de vibração em seu espectro vibracional, utilizando a análise do DRX conforme a figura 16 e os modos de vibrações observados é possível confirmar a presença das fases cristalinas Na₁₆Ti₁₀O₂₈ e Na₄Ti₅O₁₂. Dentre os modos observados, destacou-se um intenso pico vibracional localizado na posição de número de onda de 1437cm⁻¹, o qual foi atribuído ao estiramento da ligação química Ti-O assim como

reportado por Peng et al. 2017 em valores aproximados a esse encontrado (1430cm⁻¹). Os demais modos vibracionais identificados nas posições de número de onda de 849, 655 e 491 cm⁻¹, também foram associados à presença das fases cristalinas Na₁₆Ti₁₀O₂₈ e Na₄Ti₅O₁₂ como já identificados pelo DRX através da figura 16, onde o 610cm⁻¹ tem a presença da ligação Ti-O e a posição aproximada à 491cm⁻¹ tem a presença de Ti-O-Ti, como foi reportada por Wei (2011).

Durante a análise das amostras obtidas em diferentes pHs 12,10 e 8, foram identificados cinco modos de vibração, indicativos das fases hexatitanato de sódio, $Na_2Ti_6O_{13;}$ e trititanato de sódio $Na_2Ti_3O_7$, também já identificado na figura 16 através do DRX. Foi identificado na posição 428cm⁻¹ e está relacionado à presença das ligações O – Ti - O pertencentes à fase $Na_2Ti_3O_7$ foi reportado também por Gelson (2022), que próximo a posição encontrada pode haver a formação da fase rutilo. Uma segunda e um pouco mais discreta posição, foi identificada nas três amostras na posição 539 cm⁻¹, é relacionado ao modo de alongamento das ligações Ti-O presentes na fase $Na_2Ti_3O_7$. Além disso, um terceiro modo de vibração fraco, presente na posição 686cm⁻¹, está relacionado aos modos de vibração de estiramento das ligações Ti – O – Ti.

Um quarto modo vibracional foi identificado nas três amostras em questão na posição 760 cm⁻¹. Esse modo de vibração está associado com a fase Na₂Ti₃O₇, sendo este atribuído ao modo de alongamento das ligações O – Ti - O na rede do material. Por fim, o quinto modo localizado na posição 969 cm⁻¹ foi identificado em todas as amostras analisadas, independentemente do pH utilizado na síntese. Esse modo pode está relacionado à vibração de estiramento da ligação Ti-OH que ocorre em vibrações próximo a essa como reportado por Shirpour, et al (2013).



Figura 17 : Espectrogramas FTIR das amostras 5 sintetizadas.

Durante a análise de amostras obtidas com os pHs 06, foi possível identificar a presença de quatro modos de vibração, revelando informações importantes sobre a composição e estrutura dos compostos analisados. O modo localizado na posição 472 cm⁻¹, pode está relacionado às vibrações Ti-O-Ti dos octaedros interconetados, pois é o que acontece em escala próxima de 470cm⁻¹ segundo Rodrigues (2010). Essa informação é relevante porque permite identificar a presença dessa fase em todas as amostras, além de sugerir a presença de TiO₆ em sua estrutura.

Outro modo vibracional identificado na posição 834cm⁻¹ está relacionado a ligação de Na-Cl da rede cristalina. Essa vibração é uma característica importante da estrutura cristalina do NaCl, e sua identificação confirma a presença desse composto nas amostras analisadas.

E por último no pH6 foi identificado um modo na posição 699 cm⁻¹ do espectro pode ser atribuído à vibração de estiramento da ligação Ti-O-Ti em TiO6 como é constatado por Marques (2015).

5.3 Espectroscopia de impedância complexa (EIC)

Na figura, são apresentadas o gráfico baseado no diagrama de Nyquist, onde são mostradas as curvas correspondentes a cada amostra sintetizada e pintadas de prata utilizadas no circuito como termistores PTC.





AMOSTRAS	RESISTÊNCIAΩ	RESISTIVIDADE Ω .m	CONDUTIVIDADE (S.m-1)
pH14	1,05E+06	3,13E+04	3,19E-05
pH12	1,45E+05	3,58E+03	2,79E-04
pH10	5,41E+04	2,01E+03	4,98E-04
pH08	1,98E+05	3,87E+03	2,58E-04
pH06	3,41E+05	8,47E+03	1,18E-04

Tabela 4: Valores calculados de resistência,	, resistividade e condutividade						
om oodo omootro							

Fonte: Autor

Primeiramente é possível notar que a amostra de pH14 apresenta uma resistência muito maior que as demais amostradas sintetizadas e caraterizadas. Em

seguida porém com um alcance menor percebe-se que a amostra de pH06 foi a que apresentou a segunda maior resistência total. Em contrapartida essa amostra apresenta uma maior resistência total comparada às outras 4, cerca de 341k $(3,41x10^6)$ como pode-se analisar na tabela 3. A amostra de pH10, percebeu-se que a resistência reduziu consideravelmente para a ordem de 54k $(5,41x10^4) \Omega$ e uma condutividade elevada, comparada às demaias amostras, como pode-se observar na tabela 3. Essa relação de baixa resisrencia e alta condutividade pode estar relacionada a presença do Na₂Ti₆O₁₃ pela potencial que este tem em acomodar mais fons de sódio, capazes de aumentar a condutividade iônica, causando assim mais facilidade em transportar cargas elétricas através do material de maneira mais efetiva. Por outro lado, a fase Na₂Ti₃O₇ também possui sítios intersticiais em sua estrutura cristalina, mas em menor quantidade do que a fase Na₂Ti₆O₁₃.

A amostra de pH12 apresentou valor intermediário de resistência intermediário comparada às demais amostras, cerca de 145k (1,45x10⁶), o mesmo ocorre com o pH08, 198k (1,98x10⁵), fatos que podem ser justificados pela presença de fases como Na₂Ti₆O₁₃ e Na₂Ti₃O₇; porém em menor quantidade de Na₂Ti₆O₁₃, resultando nessa redução no valor de resistividade. Uma teoria a se levar em consideração é que baseado no estudo realizado percebeu-se que a fase Na₂Ti₆O₁₃ favorece a condutividade dos materiais conforme ocorreu com as amostras em questão.

5.4 Circuito elétrico

Posterior à fase de testes, houve a coleta de dados obtido pela Ide Arduíno, para análise dos resultados. Para fazer essa análise são feitos gráficos da relação resistência (Ω) x temperatura (°C), além disso os dados foram transpostos em uma tabela que reuniu os valores das medições, parâmetros relevantes para a avaliação do comportamento de cada amostra.

43

Figura 19 : Comportamento do termistor amostra de pH 14 Figura 20 : Comportamento do termistor amostra de pH 12





Figura 22 : Comportamento do termistor amostra de pH 8



Fonte: Autor





As figuras 19,20,21,22 e 23 mostram a relação resistência (Ω) e temperatura

(°C), como pode-se observar os graficos tem um comportamento exponencial, caracteristico de materiais semicondutor independentemente do pH testado como sensores termistores PTC típico do titanato de sódio como é reportado por Basílio et al, 2021. Pois o gráfico obedece a relação resistência x temperatura onde é possível perceber que a medida que a temperatura é aumentada de maneira gradativa, a resistência tem comportamento diretamente proporcional, ou seja, ela aumenta, correspondendo o que se espera desse tipo de sensor, como um dispositivo que controlador, por isso possui o comportamento de aumento rápido de resistência a medida que a temperatura aumenta, resultando a diminuição da corrente elétrica, sendo assim um ótimo controlador de dispositivos diversos ocorrendo por conta do efeito PTCR, que identificado por Basílio et al (2021) percebeu que houve diminuição na velocidade de migração dos portadores de carga na interface da fase do trititanato de sódio, associado à sua estrutura em camadas.

Ainda com relação a análise de cada gráfico, ao comparar as 5 amostras é percepível que a amostra de pH 10 apresentou menor resistividade ocasionando a melhor resposta elétrica por conta da presença da fase hexatitanato de sódio, que pode ter sido em maior quantidade comparado às demais amostras, coincidindo com o que foi constado no EIC ao analisar os semi círculos formados no diagrama de Nyquist, uma vez que essa amostra alcançou menor escala de resistência em temperaturas consideradas mais altas, indicando que possa haver uma melhor ajustabilidade das propriedades elétricas nessa amostra.

Já a amostra de pH 6 apresentou um aumento de resistividade comparada às amostras de pH 8, 10 e 12 sendo evidenciado assim na análise de seu gráfico onde foi possível ver um maior valor de resistência a medida que a temperatura aumenta. A hipótese levantada é de que essa mudança na resistividade pode estar relacionada pela presença da Na₂Ti₆O₁₃ devido à presença dos íons de sódio na fase Na₂Ti₆O₁₃ que apresenta uma condutividade iônica elevada.

Tabela 4: dados obtidos no Arduíno para cada amostra

PH	PH 06 PH 08		PH 10		PH 12		PH 14			
Temperatura (°C)	Resistência (Ω)									
20	4015,3	20	3003,5	20	3.093,1	20	3.589,3	20	4093,5	
25	4016,6	25	3003,8	25	3.095,7	25	3.590,0	25	4093,6	
30	4016,9	30	3003,9	30	3.100,2	30	3.596,4	30	4093,7	
35	4018,2	35	3015,0	35	3.165,5	35	3.604,2	35	4105,0	
40	4019,5	40	3018,7	40	3.235,0	40	3.607,0	40	4108,0	
45	4020,5	45	3020,1	45	3.306,9	45	3.675,7	45	4110,0	
50	4022,7	50	3034,5	50	3.369,2	50	3.700,0	50	4122,3	
55	4064,6	55	3043,6	55	3.512,3	55	3.754,3	55	4126,8	
60	4105,0	60	3097,0	60	3.634,8	60	3.796,2	60	4143,7	
65	4185,0	65	3150,5	65	3.724,7	65	3.861,2	65	4157,9	
70	4248,0	70	3224,0	70	3.850,6	70	3.926,1	70	4235,4	
75	4304,2	75	3334,0	75	4.005,0	75	4.033,0	75	4317,0	
80	4401,1	80	3433,0	80	4.190,2	80	4.101,3	80	4456,1	
85	4501,5	85	3563,0	85	4.356,0	85	4.208,0	85	4589,0	
90	4548,3	90	3653,0	90	4.528,6	90	4.308,1	90	4871,5	
	Fonte: Autor									

Na tabela 3 são representados os valores das medições para cada amostra, onde é possível analisar com maior precisão a relão da resistência e temperatura de cada amostra. É possível identificar também e constatar o perfeito funcionamento do circuito, pois as resistências possuem variações e valores diferentes conforme esperado para cada amostra, por mais que tenha sido utilizada a mesma faixa de temperatura para todas

6 CONCLUSÃO

Este projeto designado para o trabalho de conclusão de curso (TCC) evidenciou e mostrou a possibilidade de sintetizar titanatos de sódio utilizando a rota sonoquímica sob diferentes condições de pH alterando-os em 5 (pH14, pH12, pH10, pH8, pH6), o que permite obter materiais com propriedades estruturais e e elétricas distintas, claro variando conforme cada pH de cada amostra sintetizada. Os resultados obtidos por difração de raios X e espectroscopia de infravermelho indicam que, ao sintetizar titanatos de sódio sob diferentes condições de pH pela rota determinada, foram formadas diversas fases de titanato de sódio. Os resultados demonstram que os parâmetros refinados obtidos por esse método estão em boa concordância com as informações cristalográficas utilizadas, tornando-se então um resultado significtativo. Esse conhecimento é importante para o desenvolvimento de materiais com propriedades específicas para aplicações para termistores.

O EIC indicou que as amostras apresentam comportamento característico de

materiais semicondutores, fato muito positivo para aplicação deste trabalho, pois assim a resposta de cada amostra ao ser testada em um circuito é evidenciada de maneira mais clara. A amostra de pH 10 apresentou o menor valor de resistividade e, consequentemente, maior condutividade, logo este fato também foi constatado na etapa do circuito, na parte de medição e coleta de dados no Ide Arduíno, uma vez que essa amostra apresentou maior facilidade em variar sua resistência em menores temperaturas de acordo com o que se é desejado no termistor do tipo PTC, confirmando o efeito PTCR no titanato de sódio, como já reportado em estudo, logo ele teve uma resposta elétrica mais interessante para o uso na prática e até mesmo, comercial.

Foi constatado de maneira geral o bom comportamento das amostras como termistores PTC sob condições de trabalho partindo da temperatura ambiente (25 °C) com aumento potencializado pelo implemento da fonte de calor, satisfazendo então o que foi reportado por Basílio et al (2021).

Com isso, constatou-se na prática que a modificação do pH é um parâmetro importante para o aprimoramento das propriedades elétricas do material.

Além disso, em relação à resistividade total, os materiais sintetizados apresentaram uma variação, que pode influenciada pela fração mássica da fase Na₂Ti₆O₁₃ contida no material. Pode-se afirmar que o aumento da fração mássica de Na₂Ti₆O₁₃ promove a redução da resistividade dos materiais, como ocorre com maior precisão na amostra de pH 10, o que os tornam de maneira geral, interessantes e possibilitam o uso em equipamentos que utilizem componentes controladores de baixa temperatura.

O uso da rota sonoquímica e o ajuste de pH como solicitado agem como mecanismos para a síntese de materiais com propriedades estruturais distintas e interessantes possibilitando novas perspectivas para o desenvolvimento de materiais funcionais.

REFERÊNCIAS

- 1. A. Feteira, Klaus Reichmann, *NTC ceramic: past, present and future, Adv. Sci. Technol.* 67 (2010) 124–133.
- A. Feteira, Negative temperature coefficient resistance (NTCR) ceramic thermistors: an industrial perspective. J. Am. Ceram. Soc. 92 (2009) 967–983. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.02990.x. Acesso em de maio de 2023.
- 3. A.I. Gusev, A.A. Rempel, *Nanocrystalline Materials*, Cambridge International Science Publishing, 2003.
- BANG, J. H.; SUSLICK, K. S. Applications of ultrasound to the synthesis of nanostructured materials. Advanced Materials, v.22, n.10, p.1039-1059, 2010. https://doi.org/10.1002/adma.200904093. Acesso em 1 de junho de 2023.
- 5. BARSOUKOV, E. MACDONALD, J.R. *Impedance Spectrocopy Theory, Experiment and Applications* (Willey-Interscience, Hoboken, New Jersey, 2005).
- BOYLESTAD, R. L.; NASHELSKY, L. *Dispositivos Eletrônicos e Teoria de Circuitos.* 8^a ed. São Paulo: Pearson. 1999. 666 p.
- Byrne, HJ; Bonnier, F.; McIntyre, J.; Parachalil, DR. *Quantitative analysis of human blood serum using vibrational spectroscopy,*. Clin. Spectrosc. 2020, 2, 100004. https://doi.org/10.1016/j.clispe.2020.100004. Acesso em 20 de maio de 2023.
- 8. CALLISTER, W.D,. Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução, Oitava, LTC, Rio de Janeiro, 2013.
- CHENG, F. et al. *PHase transition and electrical properties of Ni1−xZnxMn2O4 (0* ≤ x ≤ 1.0) NTC ceramics. Journal of Materials Science, v. 26, p. 1374–1380, 2015. https://doi.org/10.1007/s10854-014-2549-z. Acesso em 13 de maio de 2023.
- 10. Chengbin Yu, Young Seok Song, *Form stable pHase change material supported y sensible and thermal controllable thermistor*, Composites Communications, Volume 40,2023,101600,ISSN 2452-2139, https://doi.org/10.1016/j.coco.2023.101600.(https://www.sciencedirect.com/science/ar ticle/pii/S2452213923001080). Acesso em 11 de junho de 2023.
- Chih-Kuo Liang, Chen-Che Tsai, *Evaluation of a novel PTC thermistor for telecom* overcurrent protection, Sensors and Actuators A: Physical, Volume 121, Issue 2, 2005, Pages 443-449, ISSN 0924-4247, https://doi.org/10.1016/j.sna.2005.04.005. Acesso em: 20 de jun de 2023
- Corcoran, DJD, Tunstall, DP e Irvine, JTS (2000) Hydrogen Titanates as Potencial Proton Conducting Fuel Cell electrolytes. Solid State Ionics, 136-137, 297-303. https://doi.org/10.1016/S0167-2738(00)00407-0. Acesso em 17 de junho de 2023.
- 13. DANĚK, V. PHysico-Chemical *Analysis of Molten Electrolytes*. Elsevier Science, Amsterdam, p. 221-253, 2006.
- 14. Debasish Panda, Sudhansu Sekhar Hota, R.N.P. Choudhary, Development of a

novel triple perovskite barium bismuth molybdate material for thermistor-based applications, Materials Science and Engineering: B, Volume 296, 2023, 116616, ISSN 0921-5107, https://doi.org/10.1016/j.mseb.2023.116616. Disponível em : (https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921510723003586). Acesso em: 15 de maio de 2023.

- 15. Fang Guan, Ze wei Dang, Xin Cheng, Wu Ping Liao, *La1-xCaxMnO3 NTC ceramics for low temperature thermistors with high stability.* Journal of PHysics and Chemistry of Solids, Volume 174,2023,111120, ISSN 0022-3697, https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2022.111120. Acesso em: 10 de abril de 2023
- FEITERA A., "Negative temperature coefficient resistance (NTCR) ceramic thermistors: an industrial perspective", Journal American Ceramic Society, v. 92, n. 5, pp. 967-983, May 2009.doi : https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.02990.x. Acesso em 17 de junho de 2023.
- 17. Gelson L.C. Rodrigues, Tainara G. de Oliveira, Suziete B.S. Gusmão, Thalles M.F. Marques, Odair P. Ferreira, Anupama Ghosh, Clenilton C. dos Santos, Raquel Milani, Ramón R.P. Garcia, Bartolomeu C. Viana, *Titanate nanotubes: Effect of rare earth insertion, thermal treatment and their optical properties*, Optical Materials, Volume 127, 2022, 112302, ISSN 0925-3467, https://doi.org/10.1016/j.optmat.2022.112302. Acesso em 20 de jun de 2023
- GROSSI, M; RICCÓ, B. *Electrical impedance spectroscopy (EIS) for biological analysis and food characterization: a review*. Journal of Sensors and Sensor Systems, v.6,n 2, p. 303-325, 2017. doi: 10.5194/jsss-6-303-2017. Acesso em 17 de junho de 2023.
- 19. Griffiths, PR; de Haseth, JA Fourier, **Transform Infrared Spectrometry**; John Wiley & Sons: Nova York, NY, EUA, 1986.
- Hannachi, E., Slimani, Y. (2022). Advanced Progress in Magnetoelectric Multiferroic Composites. In: Thomas, S., Rezazadeh Nochehdehi, A. (eds) Handbook of Magnetic Hybrid Nanoalloys and their Nanocomposites. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-90948-2_52. Acesso em 10 de junho de 2023.
- Xu, Hangxun and Zeiger, Brad W. and Suslick, Kenneth S. Sonochemical synthesis of nanomaterials. Chem. Soc. Rev, 2013, 42, 7, 2555-2567. doi 10.1039/C2CS35282F. Acesso em 20 de junho de 2023.
- 22. H. Zu, T. Chen, C. Gao, Q. Fu, D. Zhou, Y. Hu, Z. Zheng, W. Luo, *Efeitos de reoxidação anormais em cerâmica BaTiO3 dopada com excesso de Ba preparada pelo método de oxirredução*, J. Am. Ceram. Sociedade 100 (2017) 2958–2964. Acesso em
- 23. I. Apostol, E. Helerea, I. Oltean and A. Matoi, "*Obtaining the high performance PTC thermistors based on barium titanate*," 2008 11th International Conference on Optimization of Electrical and Electronic Equipment, Brasov, Romania, 2008, pp. 119-124, doi: 10.1109/OPTIM.2008.4602353.
- 24. INDUSTRIAL FABRICS ASSOCIATION INTERNATIONAL. Future applications for

flexible composites. *Specialty Fabrics Review,* June 2010. J. Daniels, K. Hardtl, Philips Res. Rep. 31 (1976) 489. Acesso em: 24 maio. 2023

- 25. K. Sasaki, H. Niimi, *Dispositivo termistor de coeficiente de temperatura positiva multicamadas*, patentes do Google, 1996.
- 26. KUKOVECZ, A.; Kordás, K.; Kiss, J.; Kónya, Z. Atomic scale characterization and surface chemistry of metal modified titanate nanotubes and nanowires. Surface Science Reports, v. 71, p. 473-546, 2016. https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2016.06.001. Acesso em 15 de maio de 2023
- L.A.L. Basilio, J.H.L. Silva, F. Xavier, L. Aguilera, F. Guerrero, E. Antonelli, J. Anglada-Rivera, J.E. Garcia, R.S. Silva, Y. Leyet, *Toward a new PTCR material based on the Na2Ti6O13/Na2Ti3O7 system*, Materials Research Bulletin, Volume 140, 2021, 111311, ISSN 0025-5408, https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2021.111311. Acesso em 22 de junho de 2023.
- 28. Li, Q., Zhang, H., Zhang, L., Zhou, M., & Lei, Y. (2020). Ultrathin Na2Ti2O4(OH)2 nanowall for boosting sodium storage. Materials Letters, 127649. doi:10.1016/j.matlet.2020.127649 . Acesso em 11 de maio de 2023.
- 29. Liang Yan, Qiuyun Fu, Muhammad Humayun, Dongxiang Zhou, Mei Wang, Geng Wang, Xiaoyun Gao, Zhiping Zheng, Wei Luo, *High-performance PTCR ceramics with extremely low resistivity for multilayer chip thermistor application*, Ceramics International, Volume 46, Issue 5, 2020, Pages 6621-6627, ISSN 0272-8842, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.11.149. Acesso em: 10 de abril de 2023
- Lixin Bai, Jiuchun Yan, Zhijie Zeng, Yuhang Ma. *Cavitation in thin liquid layer: A review*. Ultrasonics Sonochemistry. 2020. doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105092. Acesso em: 10 de abril de 2023
- 31. MESQUITA, P. R. R. de., **Síntese via rota sonoquímica e caracterização de nanopartículas de sulfeto de bismuto**, 2013. Dissertação PPGQUIM. https://repositorio.ufba.br/handle/ri/13088 Acesso em: 10 de abril de 2023
- Morquecho-Marín, D., Silva-Bermudez, P., Millán, B., Victoria-Hernández, J., Letzig, D., Ramírez-Ortega, D., ... Rodil, S. E. *Unexpected cytotoxicity of TiO2-coated magnesium alloys.* Materials Letters, Volume 276, 2020, 128236, ISSN 0167-577X, https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128236. Acesso em 11 de maio de 2023
- Mohammadreza Kamali, Raf Dewil, Lise Appels, Tejraj M. Aminabhavi, *Nanostructured materials via green sonochemical routes – Sustainability spects*, Chemosphere, Volume 276, 2021, 130146, ISSN 0045-6535, https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130146. Acessado em 22 de maio de 2023.
- 34. N.G. Fagundes, F.X. Nobre, L.A.L. Basilio, A.D. Melo, B. Bandeira, J.C.C. Sales, J.C.A. Silva, J. Anglada-Rivera, L. Aguilera, J. Pérez de la Cruz, Y. Leyet, *Novel and simple*

way to synthesize Na2Ti6O13 nanoparticles by sonochemical method, Solid State Sci. (2018). doi:10.1016/J.SOLIDSTATESCIENCES.2018.11.014. Acesso em 20 de junho de 2023.

- 35. Nicholas, J. and White, D. R.: **Traceable Temperatures. John Wiley & Sons Ltd.:** England, 2001. *128236*. doi:10.1016/j.matlet.2020.128236. Acesso em 20 de junho de 2023.
- 36. N. Liu, X. Chen, J. Zhang, JW Schwank, Uma revisão sobre nanotubos baseados em TiO2 sintetizados via método hidrotérmico: mecanismo de formação, modificação de estrutura e aplicações fotocatalíticas, Catal. Today 225 (2014) 34– 51, https://doi.org/ 10.1016/j.cattod.2013.10.090. Acesso em 5 de maio de 2023.
- Palneedi H, Annapureddy V, Priya S, Ryu J. Status e perspectivas de materiais compósitos magnetoelétricos multiferróicos e aplicações. Atuadores. 2016; 5(1):9. Acesso em 10 de junho de 2023.
- 38. PATSKO, Luís Fernando. *TUTORIAL Aplicações, Funcionamento e Utilização de Sensores*. [S.I.], 2006. Acesso em: 11 de junho de 2023.
- PM Pechini, Método de preparação de titanatos e niobatos de chumbo e alcalinoterroso e método de revestimento usando o mesmo para formar um capacitor, 1967. Acesso em 25 de junho de 2023.
- Ravelo-Acuña, D., Fuentes-García, J. A., Yee-Madeira, H. T., Diaz-Cano, A. I., Goya, G. F., & Santoyo-Salazar, J. (2019). Sonochemical magnetite encapsulation in silica at low irradiation power. Materials Letters. doi:10.1016/j.matlet.2019.04.07. Acesso em 11 de maio de 2023.
- Rodrigues, C, C; Ferreira, O, P; Alves, Oswaldo,L. "Interaction of sodium titanate nanotubes with organic acids and base: chemical, structural and morphological stabilities". J Braz. Chem. Soc, 2010. https://doi.org/10.1590/S0103-50532010000700021. Acessado em: 20 de jun de 2023.
- SBS Gusmão, A. Ghosh, TMF Marques, OP Ferreira, AO Lobo, JAO Osajima, C. Luz-Lima, RRM Souza, JME Matos, BC Viana *reação hidrotérmica assistida por microondas, J. Nanomater*. 1 (2019) 1–10, https://doi.org/10.1155/2019/4825432. Acesso em: 15 de abril de 2023.
- 43. **SENSORES AUTO PEÇAS BOSCH**, http://www.br.boschautomotive.com/...2/sensores/Cat_Sensores_Atuadores_2014_LowRes.pdf, acessado em março de 2018. Acesso em 10 de maio de 2023
- Shankar S, Thakur OP, Jayasimhadri M. Comportamento de condutividade e estudos de impedância em compósitos magnetoelétricos BaTiO3–CoFe2O4. Química e Física de Materiais. 2019; 234:110.
- 45. SHIRPOUR, CABANA, DOEFF, New materials based on a layered sodium titanate

for dual electrochemical Na and Li intercalation systems. Energy Environ. Sci. 2013; 2538-2547. Doi: 10.1039/C3EE41037D. Acesso em 15 de junho de 2023.

- S. Nieddu, "High accuracy-wide range resistance measurement for thermistor sensors monitoring," 2012 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference Proceedings, Graz, Austria, 2012, pp. 1988-1993, doi: 10.1109/I2MTC.2012.6229201. Acesso em 10 de junho de 2023
- SUSLICK, K.S.; DOKTYCZ, S.J. Effects of ultrasound on surfaces and solids. In: Advanceds in Sonochemistry, JAI Press, *Greenwich*, v. 1, p. 197, 1990. https://doi.org/10.1016/1350-4177(94)90008-6. Acesso em 30 de maio de 2023.
- Suetake, J.; Nosaka, A. Y.; Hodouchi, K.; Matsubara, H.; Nosaka, Y. Characteristics of Titanate Nanotube and the States of the Confined Sodium Ions. The Journal of PHysical Chemistry C, v. 112, p. 18474-18482, 2008. https://doi.org/10.1021/jp8069223. Acesso em 5 de maio de 2023
- 49. TEIXEIRA, Guilhermina Ferreira. Otimização do processamento de partículas leadfree para aplicação em compósitos polímero/cerâmica com propriedades piezoelétrica e fotoluminescente. 2015. 143 f. Tese (doutorado) - *Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho,* Instituto de Quimica., 2015. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/124539>. Acesso em: 10 de abril de 2023.
- 50. TIPLER, Paul, A; MOSCA, Gene. *"Fisica para Cientistas e Engenheiros"*. Vol 1. 6a ed. Nova lorc: Nova lorc, 2008. 759 p.
- T. Kasuga, M. Hiramatsu, A. Hoson, T. Sekino, K. Niihara, *formação de nanotubo de óxido de titânio*, Langmuir (1998) 3160–3163, https://doi.org/10.1021/ la9713816. Acesso em 10 de junho de 2023.
- 52. Q. Ma, B. Li, WR Whittington, et al., *Evolução da textura durante dinâmica recristalização em liga de magnésio a 450ÿC, Acta Mater*. 67 (2014) 102–115, https://doi.org/ 10.1016/j.actamat.2013.12.025. Acesso em 10 de junho.
- 53. Vequizo, J. J. M.; Matsunaga, H.; Ishiku, T.; Kamimura, S.; Ohno, T.; Yamakata, A. *Trapping-Induced Enhancement of PHotocatalytic Activity on Brookite TiO2 Powders: Comparison with Anatase and Rutile TiO2 Powders. ACS Catalysis*, v. 4, p. 2644-2651, 2017. https://doi.org/10.1021/acscatal.7b00131. Acesso 16 de maio de 2023.
- 54. Wang, H.-Y., Liao, J.-Y., Zou, B.-K., Tang, Z.-F., Sun, X., Wen, Z.-Y., & Chen, C.-H. (2017). Long life anode material sodium titanate synthesized by a moderate method. Materials Letters, 186, 326–329. doi:10.1016/j.matlet.2016.10.027. Acesso em 18 de junho de 2023.
- 55. W. Heywang, *Anomalia de resistividade em titanato de bário dopado*, Solid State Electron 3 (1961) 51–58. Acessado em 20 de junho de 2023
- 56. Wei, Y., Shen, L., Wang, F., Yang, W.-D., Zhu, H., Wang, Z., & Han, K. (2011). Synthesis and characterization of novel nanocomposite membrane of

sodium *titanate/Nafion*®. *Materials Letters,* 65(11), 1684–1687. doi:10.1016/j.matlet.2011.02.081. Acesso em 20 de junho de 2023.

- ZHAOLIM, L.; BING, G.; LIANG, H.; HUIXIN, J. Preparation and characterization of cerium oxide doped TiO2 nanoparticles. J. PHys. Chem. Solids, v. 66, p. 161-167, 2005. https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2004.09.002. Acesso em 20 de junho de 2023.
- 58. XU, J. B.; BARTLEY, J. P.; JOHNSON, R. A. Preparation and characterization of alginate hydrogel membranes crosslinked using a water-soluble carbodiimide. J. Appl. Polym. Sci. v. 90, p. 747-753, 2003. https://doi.org/10.1002/app.12713 Acesso em 15 de junho de 2023.
- 59. ZHAO, X. et al. *Electrical impedance spectroscopy for quality assessment of meat and fish: A review on basic principles measurement methods, and recent advances. Journal of Food Quality,* v. 2017, 2017. https://doi.org/10.1155/2017/6370739. Acesso em 20 de junho de 2023
- 60. Y. Leyet, F. Guerrero, J. Anglada-Rivera, R.F.B. de Souza, W.R. Brito, L. Aguilera, L.A. Pocrifka, R. Peña-Garcia, E. Padrón-Hernández, J. de la Cruz Pérez, *Synthesis of Na2Ti3O7 nanoparticles by sonochemical method for solid state electrolyte applications,* J. Solid State Electrochem. 22 (2018) 1315–1319. doi:10.1007/s10008-017-3697-x. Acessado em de 23 de junho de 2023.
- 61. Yan Peng, Zhi Wang, Dong Wang, Xuzhong Gong, Jianwei CAo, Tao Qi. Synthesis of Sodium Titanate by Crystallization of Amorphous Phase and Crystalline Structure Transition. The Chinese Journal of Process Engineering, 2017. DOI: 10.12034/j.issn.1009-606X.217130
- 62. YL Chen, SF Yang, efeito PTCR em titanato de bário dopado com doador: revisão de SH Yoon, KH Lee, H. Kim, Efeito de aceitadores na segregação de doadores em resistores de coeficiente de temperatura positiva de titanato de bário dopados 2463-2472. com nióbio. J. Am. Ceram. Sociedade 83 (2000)https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000. tb01577.x. [15] KSN Vikrant, W. Rheinheimer, H. Sternlicht, M. B" aurer, RE García, composições, microestruturas, processamento e propriedades, Adv. Appl. Ceram. 110 (2011) 257-269, Disponível em: https://doi.org/10.1179/1743676111Y.0000000001 Acessado em 15 de maio de 2023
- 63. Yongsheng Wei, Liangbo Shen, Fanghui Wang, Wein-Duo Yang, Hong Zhu, Zhongming Wang, Kefei Han, Synthesis and characterization of novel nanocomposite membrane of sodium titanate/Nafion®, Materials Letters, Volume 65, Issue 11, 2011, Pages 1684-1687, ISSN 0167-577X, https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.02.081. Acessado em 18 de junho de 2023.
- 64. Yoshiyuki Asakura, Tomoyuki Nishida, Tatsuro Matsuoka, Shinobu Koda, Effects of ultrasonic frequency and liquid height on sonochemical efficiency of large-scale sonochemical reactors, Ultrasonics Sonochemistry, Volume 15, Issue 3, 2008, Pages 244-250, ISSN 1350-4177, https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2007.03.012. Acesso em 15 de maio de 2023
- 65. Zhang, Y.; Jiang, Z.; Huang, J.; Lim, L. Y.; Li, W.; Deng, J.; Dong, D.; Tang, Y.; Lai, Y.; Chen, Z. *Titanate and Titania Nanostructured Materials for Environmental and Energy Applications: A Review. RSC Advances*, v.5, i. 97, p. 79479-79510, 2015. https://doi.org/10.1039/C5RA11298B. Acesso em 3 de junho de 2023

- ZHAOLIM, L.; BING, G.; LIANG, H.; HUIXIN, J. Preparation and characterization of cerium oxide doped TiO2 nanoparticles. J. PHys. Chem. Solids, v. 66, p. 161-167, 2005.
- 67. ZHOU, W.; Liu, H.; Boughton, R. I.; Du, G.; Lin, J.; Wang, J.; Liu, D. Onedimensional single-crystalline Ti–O based nanostructures: properties, synthesis, modifications and applications. Journal of Materials Chemistry, v. 20, p. 5993-6008, 2010.
- 68. Z.J. Liu, B. Tian, X. Fan, et al., A temperature sensor based on flexible substrate with ultra-high sensitivity for low temperature measurement, Sens. Actuator A PHys. 315 (2020), 112341. https://doi10.1016/j.sna.2020.112341. Acesso em 10 de junho de 2023.
- 69. ZOPPI, R. A.; NUNES, S. P. Uso do processo sol-gel na obtenção de materiais híbridos organo-inorgânicos: Preparação, caracterização e aplicação em eletrólitos de estado sólido. Pol. p. 27-36, 1997.

APÊNDICE A – CÓDIGO EM LINGUAGEM EM C USADO NO MICROCONTROLADOR MASTER PARA RECEBER A LEITURA DOS SENSORES E ENVIAR PARA A PLATAFORMA WEB.

#include<Thermistor.h>

//PROGRAMA LEITURA TEMPERATURA PELO THERMISTOR PTC Thermistor temp(0); //variavel do tipo thermistor; indica o pino 2 conectado

void setup() {
 Serial.begin(9600); // inicia serial
 delay(1000); // espera 1 segundo

}

```
void loop() {
```

int temperatura = temp.getTemp(); //Variavel tipo inteiro que recebe valor de temperatura

```
int Resistencia = map(temperatura, -250, 850, 0, 10000
Serial.print("Temperatura: ");// imprime texto no monitor serial
Serial.print(temperatura);// imprime o valor da variavel no monitor serial
Serial.print("*C");//imprime o texto no monitor serial
```

Serial.print("\t");

```
Serial.print("Resistencia: ");// imprime texto no monitor serial
Serial.print(Resistencia);// imprime o valor da Resistencia no monitor serial
Serial.println("-OHMs");//imprime o texto no monitor serial
delay(1000); // espera 1 segundo
```

}