

SÍNTESE HIDROTÉRMICA ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS DE PARTÍCULAS DA CERÂMICA PZT DOPADAS COM ÍTRIO

LUIZA RIBEIRO SANTANA¹; RICARDO MARQUES E SILVA¹, VINICIUS GONÇALVES DEON²; NEFTALI LENIN VILLARREAL CARREÑO³

¹Universidade Federal de Pelotas – luizasantanari@gmail.com

¹Universidade Federal de Pelotas – ricardomarqueseng@globomail.com

²Universidade Federal de Pelotas – vini_deon@yahoo.com.br

³Universidade Federal de Pelotas – nlv.carreno@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Titanato zirconato de chumbo (PZT) é um material ferroelétrico importante e promissor, usado em aplicações como atuadores, sensores, transdutores ultrassônicos e dispositivos eletro-ópticos para o armazenamento de dados (WANG et al., 2004). As propriedades elétricas do PZT são influenciadas pelo tamanho das partículas (YAMAMOTO, 1992). Por este motivo, várias rotas químicas vem sendo estudadas visando melhor controle sobre estequiometria e características morfológicas em escala nanométrica (CERNEA et al., 2006). Dentre os métodos mais utilizados estão por co-precipitação (BOUCHER et al., 2002), sol-gel (CAO; CROSS, 1993) e métodos hidrotermais (TRAIANIDIS et al., 1999). Segundo (DENG et al., 2003), apesar de todos estes métodos terem sido bem sucedidos na redução do tamanho de grãos, apenas o método hidrotermal apresenta a formação de pó PZT puro à temperatura abaixo de 150 °C. Isso pode apresentar vantagens em relação a métodos convencionais, pelo qual necessitam de temperaturas em torno de 900 °C, que por consequência da elevada temperatura, pode provocar volatização do óxido de chumbo (PbO) (NAGAVENI et al., 2004)(Thomazini 2007)(MANDOKI et al., 2004), menor atividade química, maior teor de impureza e grandes tamanhos de partículas, tornando impróprio para uso em dispositivos (WANG et al., 2004). Por estes motivos, a comunidade acadêmica vem estudando como alternativa para sintetizar cerâmicas ferroelétricas a base de perovskitas por método hidrotérmico assistido por micro-ondas (SHM) (RAJU; VENUGOPAL REDDY, 2010)(DE; PZT, 2007), pois trata-se de uma síntese rápida, de temperatura controlada, podendo ser de baixa temperatura, de reação limpa e com controle de morfologia e grau de aglomeração (RHEE; LINK; THUMM, 2003)(SHARMA et al., 2001). Uma das explicações para a melhor eficiência do uso de micro-ondas é que este método envolve conversão de energia em vez de transferência de calor (AGRAWAL, 1997). Segundo (WU et al., 1982), o efeito da adição de óxidos de elementos terras-raras nas cerâmicas de PZT tem se mostrando eficiente no aumento da constante dielétrica, parâmetros eletromecânicos e redução no fator de qualidade mecânica. Porém pouco se sabe a respeito do comportamento destes compostos quando sintetizados em micro-ondas. Assim, foi estudado o processo de sintetização de cerâmicas de PZT dopadas com ítrio (Y) em forno micro-ondas e caracterizadas quando sua microestrutura.

2. METODOLOGIA

Todos os reagentes utilizados possuíam grau analítico e foram usados sem purificação adicional. Os pós de PZT dopados com Y foram preparados pelo método SHM. Os materiais precursores utilizados foram Nitrato de Zircônio Hexahidratado ($\text{N}_2\text{O}_7\text{Zr}_6\text{H}_2\text{O}$) (Vetec Química Fina, 99%) 0,884 g, Nitrato de

Chumbo $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (Vetec, 99%) 3,31 g, Dióxido de Titânio TiO_2 (Evonik/Degussa P25) 0,383 g, Hidróxido de Potássio (KOH) (Vetec Química Fina, 85%) 11,20 g, Nitrato de ítrio hexahidratado (Aldrich Chemistry, 99,9%) 0,2185 g e água destilada (H_2O) 40 ml.

Os reagentes $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{N}_2\text{O}_7\text{Zr}$, TiO_2 e H_2O foram adicionados em um bêquer e posteriormente misturados com auxílio de um agitador magnético. Após 5 min adicionou-se o KOH. A partir desta etapa notou-se mudança na coloração da solução de branco para um tom rosado. Após 15 min o nitrato de ítrio hexahidratado foi adicionado. Manteve-se a solução em agitação constante durante 30 min garantindo maior homogeneidade da mesma.

A solução resultante foi levada ao micro-ondas com temperatura de 160 °C durante 120 min. Posteriormente a solução foi lavada três vezes com H_2O destilada para retirar resíduos ou impurezas agregadas às partículas e levada à estufa sem circulação de ar para devida secagem (PZT/Y).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O difratograma do pó de PZT está representado na fig.1. Todos os picos de difração padrão do PZT e índices de Miller, estão indexados como tipo de estrutura romboédrica correspondem ao ficheiro JCPDS 33-0784. Justifica-se assim, a formação do PZT via SHM.

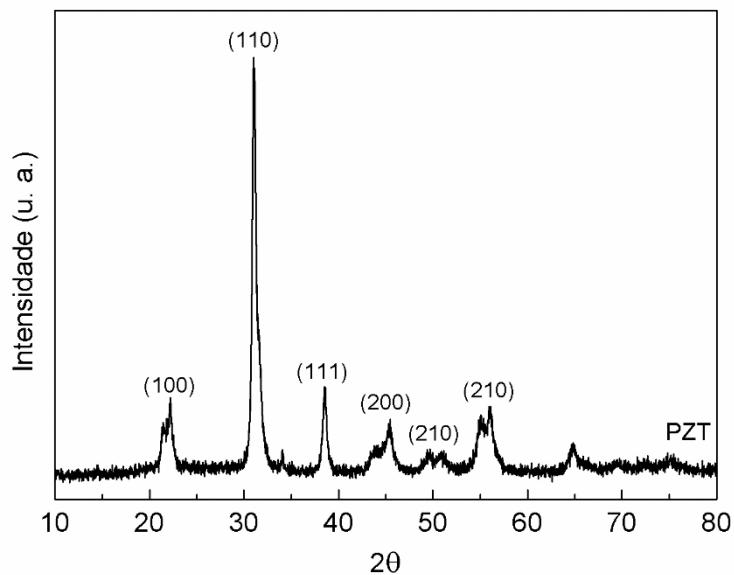


Figura 1 - Difração de raios-X da amostra PZT via SHM.

4. CONCLUSÕES

A síntese de PZT/Y por SHM foi realizado com sucesso. Esta rota simples mostrou-se eficaz devido sua rápida velocidade de síntese, economizando energia, de forma limpa e com melhor controle de parâmetros. A próxima etapa será a dopagem das partículas de Y no PZT formado via SHM, seguido das caracterizações morfológicas e conforme resultados, a escolha correta das aplicações.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGRAWAL, D. Microwave sintering of ceramics, composites, metals and transparent materials. **Journal of materials Education**, 1997.
- BOUCHER, E. et al. Effect of (Mn, F) and (Mg, F) co-doping on dielectric and piezoelectric properties of lead zirconate titanate ceramics. **Journal of Applied Physics**, v. 92, n. 9, p. 5437–5442, 2002.
- CAO, W.; CROSS, L. E. Theoretical model for the morphotropic phase boundary in zirconate - lead titanate solid solution. **Physical Review B**, v. 47, n. 9, p. 4825–4830, 1993.
- CERNEA, M. et al. Synthesis of La and Nb doped PZT powder by the gel-combustion method. **Nanotechnology**, v. 17, n. 6, p. 1731–1735, 2006.
- DE, S.; PZT, D. (Microwave synthesis of PZT based ceramics). v. 53, p. 309–313, 2007.
- DENG, Y. et al. Hydrothermal synthesis and characterization of nanocrystalline PZT powders. **Materials Letters**, v. 57, n. 11, p. 1675–1678, 2003.
- MANDOKI, N. T. et al. Hydrothermal synthesis of doped PZT powders: Sintering and ceramic properties. **Materials Letters**, v. 58, n. 20, p. 2489–2493, 2004.
- NAGAVENI, K. et al. Synthesis and structure of nanocrystalline TiO₂ with lower band gap showing high photocatalytic activity. **Langmuir**, v. 20, n. 7, p. 2900–2907, 2004.
- RAJU, K.; VENUGOPAL REDDY, P. Synthesis and characterization of microwave processed PZT material. **Current Applied Physics**, v. 10, n. 1, p. 31–35, 2010.
- RHEE, S.; LINK, G.; THUMM, M. Investigation of High Frequency (2.45 GHz, 30 GHz) Sintering of Pb Based Ferroelectrics. **Journal of Ceramic Society of Japan**, v. 111, n. 5, p. 312–317, 2003.
- SHARMA, P. K. et al. Dielectric and piezoelectric properties of microwave sintered PZT. **Smart Materials and Structures**, v. 10, n. 5, p. 878–883, 2001.
- TRAIANIDIS, M. et al. Hydrothermal synthesis of lead zirconium titanate (PZT) powders and their characteristics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 19, n. 6-7, p. 1023–1026, 1999.
- WANG, S. F. et al. Characterization of hydrothermally synthesized lead zirconate titanate (PZT) ceramics. **Materials Chemistry and Physics**, v. 87, n. 1, p. 53–58, 2004.
- WU, L. et al. Effect of rare-earth oxide on the properties of piezoelectric ceramics. **Ferroelectrics**, v. 41, n. 1, p. 157–162, 1982.

YAMAMOTO, T. Optimum preparation methods for piezoelectric ceramics and their evaluation. **American Ceramic Society bulletin**, v. 71, n. 6, p. 978–985, 1992.

Thomazini, M. V. G. F. T. N. D. (2007). "Sinterização de cerâmicas à base de PZT em forno de microondas" Cerâmica São Paulo **vol.53** (no.327).

Yadav, K. L. (2010). "Structural, dielectric and ferroelectric properties of Y3+doped PZT (65/35)." ADVANCED MATERIALS Letters **1**(3): 259-263.