

OBTENÇÃO DE UM COMPÓSITO PIEZOELÉTRICO VIA SÍNTESE HIDROTÉRMICA ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

LUIZA RIBEIRO SANTANA¹; RICARDO MARQUES E SILVA²; BRUNO DA
SILVEIRA NOREMBERG³; TOMASZ TANSKI⁴; MARCIN STASZUK⁵; NEFTALI
LENIN VILLARREAL CAREÑO⁶

¹Universidade Federal de Pelotas, Brasil – luizasantanari@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas, Brasil – ricardomarqueseng@globomail.com

³Universidade Federal de Pelotas, Brasil – bnoreMBERG@gmail.com

⁴Silesian University of technology, Poland - tomasz.tanski@polsl.pl

⁵Silesian University of technology, Poland - marcin.staszuk@polsl.pl

⁶Universidade Federal de Pelotas, Brasil – neftali@ufpel.edu.br

1. INTRODUÇÃO

Dispositivos tecnológicos tais como capacitores multicamadas, transdutores, detectores e sensores, têm sido fabricados com cerâmicas de estrutura perovskita. As aplicações das perovskitas são possíveis em virtude de suas excelentes propriedades ferroelétricas, piezoelétricas e dielétricas. Essas propriedades são muito influenciadas pela microestrutura, que pode apresentar simetria tetragonal ou romboédrica (JUNIOR 2008). Dentre os exemplos deste material, destaca-se o titanato zirconato de chumbo (PZT) pela sua facilidade de obtenção e surpreendente propriedade piezoelétrica. Suas propriedades variam de acordo com tamanho e processamento de partícula, assim, várias rotas vêm sendo estudadas de acordo com as propriedades desejadas, dentre elas, por co-precipitação (BOUCHER 2002), sol-gel (FU-HSIANG KO 2007; RAJU 2010) e métodos hidrotermais (M. TRAIANIDIS 1999). Atualmente, a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (MHS) vem sendo bastante utilizada e relatada na literatura. Esta técnica apresenta vantagens como menor consumo energético, síntese limpa e processo de aquecimento rápido aliado à baixa temperatura, que consequentemente acelera o processo de cristalização das partículas (M.L. MOREIRA 2008; A.P. DE MOURA 2010; C.A. OLIVEIRA 2014).

De modo geral, os materiais cerâmicos são frágeis e quebradiços, isso dificulta sua integração em determinadas aplicações, como por exemplo, dispositivos eletrônicos flexíveis. Por esta razão, diferentes possibilidades têm sido estudados a fim de se obter materiais compósitos piezoelétricos (PARK 2012; XU 2013; YUN 2014). Uma alternativa de substrato capaz de suportar esse tipo de material é a fibra de carbono (CF), pois além de sua composição química amparar tal aplicação é um material de baixo peso e elevada resistência mecânica. Portanto, foi realizado um estudo sobre a obtenção de um material compósito piezoelétrico a partir da síntese de PZT sobre CF via MHS.

2. METODOLOGIA

As CF foram imersas em uma solução de ácido nítrico (HNO₃) (Synth, 65%) durante 30min a temperatura de 100°C. Após, as fibras foram lavadas em água destilada a 100°C durante 15min e secas em estufa a 50°C durante 60min. Posteriormente, foi preparado uma solução com 1,769g de Nitrato de Zircônio Hexahidratado (N₂O₇Zr₆H₂O) (Vetec Química Fina, 99%); 6,62g de Nitrato de Chumbo (Pb(NO₃)₂) (Vetec, 99%); 2,78g de Isopropóxido de Titânio (C₁₂H₂₈O₄Ti) e 80mL de água destilada. A solução resultante foi homogeneizada utilizando um

agitador magnético durante 5min. Após, mantendo a solução em agitação, adicionou-se lentamente 22,40g de Hidróxido de Potássio (KOH) (Vetec Química Fina, 85%). Manteve-se a solução em agitação constante durante 30min garantindo maior homogeneidade. A solução final foi vazada em copo de teflon junto ao substrato CF e levada ao micro-ondas (Electrolux, MEF41, Brasil). Para realização da síntese, utilizou-se temperatura de 160°C durante 120min. Posteriormente, a fibra resultante foi lavada com água destilada e armazenada em destilador para posteriores etapas e caracterizações (CF+PZT).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Difração de raios-X (DRX)

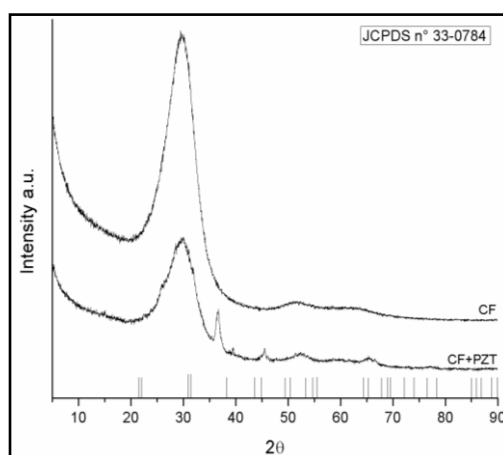


Figure 1: DRX comparação dos resultados da CF e da CF+PZT.

A Figura 1 ilustra as fases relativas às amostras de CF e CF+PZT. Após a síntese via MHS, o espectro mostrou um crescimento nos picos de difração da fase perovskita tetragonal, com a rede constante $a = 3,9483 \text{ \AA}$ e $C = 4,1487 \text{ \AA}$, de acordo com os dados da ficha JCPDS No 33-0784. O difratograma mostrou que o revestimento com PZT foi bem sucedido. Alguns parâmetros referentes à síntese de PZT podem ser controlados com o objetivo de modificar as propriedades do compósito, tais como o tempo e temperatura de síntese, tempo e temperatura de resfriamento, troca de reagentes e fator de pH.

3.2. Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FESEM)

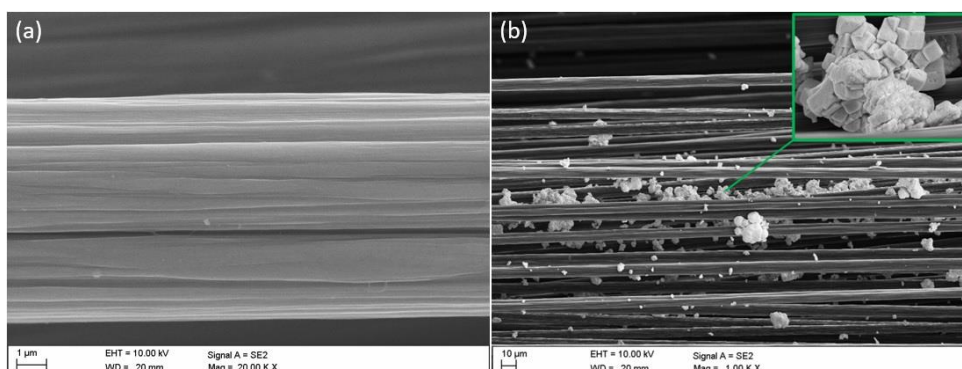


Figura 2: Análise de FESEM, da CF e da CF + PZT, respectivamente.

Na figura 2 é possível observar detalhadamente a morfologia e a distribuição das partículas sintetizadas via MHS sobre a CF. A CF virgem (Figura 2.a) possui diâmetro único de $\sim 10\mu\text{m}$ e estrias oriundas do processo de fabricação. Na figura 2.b, observamos as nanopartículas sintetizadas sobre a CF apresentando formato cúbico e tamanhos entre $0,46\text{--}0,26\mu\text{m}$. Foram realizadas análises de espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX), visando identificar semi-qualitativamente (Figura 3) e semi-quantitativamente (Tabela 1) a composição química dos elementos presentes nas amostras.

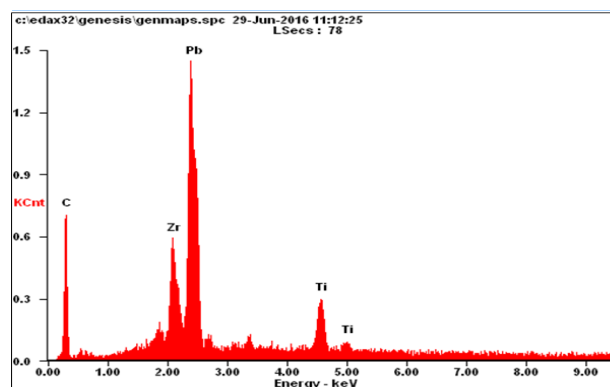


Figura 3: Espectro dos elementos integrantes na amostra CF+PZT

Tabela 1 - Elementos integrantes na amostra CF+PZT via análise de EDX.

Elemento	Wt%	At%
CK	31.83	85.13
ZrL	08.66	03.05
TiK	05.03	03.37
PbL	54.48	08.45
Matrix	correction	ZAF

4. CONCLUSÕES

Com as análises realizadas até o momento, pode-se confirmar o sucesso da obtenção de titanato zirconato de chumbo sobre substrato de fibra de carbono via síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. O próximo passo será a orientação dos dipolos visando tornar o compósito piezoelétrico.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A.P. DE MOURA, R. C. L., M.L.MOREIRA,D.P.VOLANTI,J.W. M. ESPINOSA,M.O.ORLANDI,P.S.PIZANI,J.A.VARELA,E.LONGO."ZnO architectures synthesized by a microwave-assisted hydrothermal method and their photoluminescence properties " **Solid State Ionics**, v. 181 (n. 15-16): 775-780, (2010).
- BOUCHER, E. G., D. ; LEBRUN, L. ; GUIFFARD, B. ; GRANGE, G. "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): 5437–5442, (2002).

- BURAKOWSKI, L. R., M. C. "Modificação da rugosidade de fibras de carbono por método químico para aplicação em compósitos poliméricos. ." **Polímeros**, v. 11 (n. 2): 51–57, (2001).
- C.A. OLIVEIRA, E. L., J.A.VARELA, M.A.ZAGHETE "Synthesis and characterization of lead zirconate titanate (PZT) obtained by two chemical methods." **Ceramics International** v. 40: 1717–1722, (2014).
- FU-HSIANG KO, Y.-C. H., MENQ-TE WANG, GUE-WHA STEVEN HUANG "Fabrication of a gas sensor with a piezoelectric PZT film deposited by a novel hydrothermal microwave-assisted annealing." **Microelectronic Engineering** v. 84: 1300-1304, (2007).
- JUNIOR, P. S. D. S. **Estudo das Transições de Fase em Cerâmicas Ferroelétricas de PZT e PLZT Através de Espectroscopia Mecânica.** (2008) Tese (Doutorado em Ciências) Centro de ciências exatas e de tecnologia. São Carlos- SP, Universidade Federal de São Carlos.
- M. TRAIANIDIS, C. C., A. LERICHE, B. THIERRY "Hydrothermal Synthesis of Lead Zirconium Titanate (PZT) Powders and their Characteristics." **Journal of the European Ceramic Society** v. 19: 1023-1026, (1999).
- M.L. MOREIRA, G. P. M., D.P.Volanti, E.R.Leite, M.O.Orlandi, P.S. Pizani, V.R.Mastelaro, C.O.Paiva Santos, E.Longo, J.A.Varela. "Hydrothermal microwave: a new route to obtain photoluminescent crystalline BaTiO₃ nanoparticles." **Chemistry of Materials** v. 20 (n.16): 5381–5387, (2008).
- OLIVEIRA, C. A. D. **Otimização do processamento para obtenção de compósitos polímero/cerâmica com propriedades piezo e pirolétricas.** (2012) Dissertação (Mestrado em Química) Instituto de Química. Araraquara, Universidade Estadual Paulista.
- PARK, K. I. "Flexible nanocomposite generator made of BaTiO₃ nanoparticles and graphitic carbons." **Advanced Materials** v.24 (n.22): p. 2999–3004, (2012).
- RAJU, K. V. R., P. "Synthesis and characterization of microwave processed PZT material." **Current Applied Physics** v.10 (n.1): 31-35, (2010).
- XU, S. "Flexible piezoelectric PMN-PT nanowire-based nanocomposite and device." **Nano Letters** v. 13 (n. 6): p. 2393–2398, (2013).
- YUN, B. K. "Lead-free LiNbO₃ nanowire-based nanocomposite for piezoelectric power generation." **Nanoscale Research Letter** v. 9 (n.4): p. 1–7.(2014).