

Estudo da eliminação de BaCO₃ no BZT sintetizado por Pechini.

Mayara Mazetto^{1*}, Claudia P. Fernandez², Ruth H. G. A. Kiminami³

1. Estudante de IC do Departamento de Engenharia de Materiais, DEMA – UFSCar; * mayaramazetto@hotmail.com

2. Estudante do Doutorado do Departamento de Engenharia de Materiais, DEMA – UFSCar.

3. Professora Doutora do Departamento de Engenharia de Materiais, DEMA-UFSCar.

Palavras Chave: BaTiO₃, Nanométrico, Pechini.

Introdução

O titanato zirconato de bário (BZT) é um material ferroelétrico livre de chumbo que apresenta excelentes propriedades tais como: constante dielétrica, temperatura de Curie, condutividade elétrica e tensão de ruptura alta. Esse material é de grande uso em memórias dinâmicas de acesso aleatório, dispositivos de micro-ondas ajustáveis e em unidades de armazenamento de energia elétrica [1].

De um modo geral, as propriedades do material dependem diretamente de sua microestrutura. Assim, a utilização do zircônio como dopante no titanato de bário (BaTiO₃), resultando no BZT (BaTi_{0,92}Zr_{0,08}O₃), é de grande importância devido à maior estabilidade química oferecida pela substituição dos íons Ti⁴⁺ por íons maiores e mais estáveis de zircônio (Zr⁴⁺) na rede perovskita.

Por outro lado a tendência do Ba²⁺ em formar compostos com CO³⁻ faz com que a síntese de este tipo de materiais resulte na formação de fases secundárias tal como BaCO₃ o qual é normalmente eliminado com o aumento da temperatura (acima de 1000°C) resultando em um particulado muito grosseiro. Diante disso o objetivo de este trabalho é o estudo da eliminação de BaCO₃ no BZT obtido a 600°C mediante a implementação de uma etapa de lavagem, para assim garantir o tamanho nanométrico do pó. Diversas condições de lavagem foram testadas variando-se a porcentagem molar da solução ácida e o tempo.

Resultados e Discussão

Os difratogramas de raios X (DRX) da figura 1 indicam que a principal fase cristalina presente na amostra após a calcinação a 600°C durante 1h é o BZT (PDF 75-0212) com traços de BaCO₃ (fase Witherite PDF 71-2394); Pode-se observar que após a etapa de lavagem usando uma solução ácida a 0,1M de ácido acético durante 6 horas foram eliminados os traços de BaCO₃ presente na amostra.

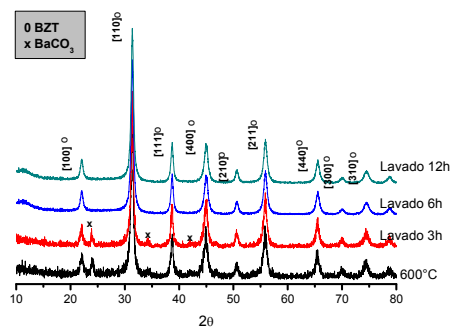


Figura 1. DRX do BZT calcinado a 600°C sem lavar e lavado durante 3, 6 e 12 horas a 0.1M.

Segundo análises de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), figura 2(a), os pós apresentam uma banda a baixas frequências, centrada em

537 e 542 cm⁻¹, característica do BaTiO₃ [1], a banda intensa entre 558 e 685 cm⁻¹, estão associadas as vibrações de tensão do octaedro de TiO₆ [2], as bandas localizadas a ~1418 e 1350cm⁻¹, que correspondem a os dois modos de tensão do complexo de carbonato (CO₃) unidentado [2] desaparecem totalmente após a etapa de lavagem com ácido acético durante 6 horas, resultados de acordo com os de DRX, comprovando-se assim a eficiência da etapa de lavagem objetivo deste trabalho, na eliminação de BaCO₃ no BaTiO₃ dopado com Zr⁴⁺, mantendo o sistema de tamanho nanométrico, tal como pode-se observar na micrografia de transmissão (MET), figura 2(b), onde as partículas estão entre 20 e 50nm.

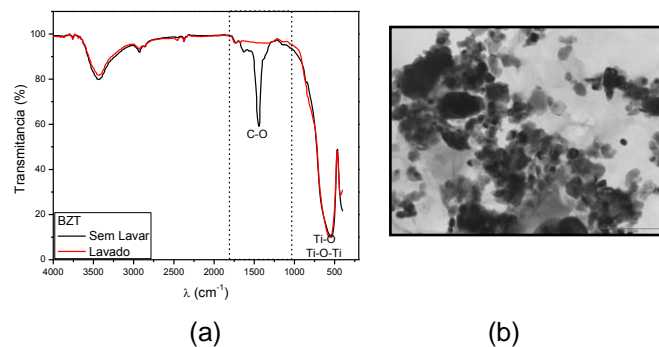


Figura 2. FTIR do BZT calcinado a 600°C sem lavar e lavado durante 6 horas (a), MET do BZT calcinado a 600°C e lavado durante 6 horas (b).

Conclusões

Pós nanométricos de BZT sintetizados pelo método Pechini, apresentaram BaCO₃ após calcinação a 600°C durante 1h, sendo eliminado totalmente após lavagem usando ácido acético na concentração 0,1 M num tempo de 6h.

O método de síntese utilizado neste trabalho, permitiu obter com sucesso a fase BZT livre fases secundárias, além de garantir a reprodutibilidade das características finais do pó, com tamanhos de partículas primárias da ordem dos 50nm.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelas bolsas concedidas.

[1] Blanco, L.M., Fournalis, G., Rand F., Riley, L. F., Characterization of barium titanate powders: barium carbonate identification., J. Am. Ceram. Soc., 1999, 82, 1777-1786.

[2] Nakamoto, K., Infrared and Raman spectra of inorganic and coordination compounds, part B. 5th edition, 1997.