

Síntese de nanopartículas de titanato zirconato de chumbo modificadas com lantânio por meio do Método dos Peróxidos Oxidantes (OPM).

Mayra D. Gonçalves (PG), Emerson R. de Camargo (PQ).

LIEC – Departamento de Química, UFSCar – Universidade Federal de São Carlos. Rod. Washington Luis, km 235, CP 676, São Carlos, SP. CEP: 13565-905. *camargo@ufscar.br

Palavras Chave: óxidos nanométricos, titanato zirconato de chumbo, método dos peróxidos oxidantes.

Introdução

Cerâmicas de titanato zirconato de chumbo (PZT) modificadas com terras raras são de extrema importância tecnológica devido suas propriedades piezoelétricas e comportamento eletro-óptico não linear¹. A inserção de elementos terras raras tem sido utilizadas buscando modificar a estrutura de PZT, alterando as características ferroelétricas dessa classe de materiais. Em trabalhos anteriores, foi possível inserir diversos cátions na composição do PZT buscando modificar as características estruturais dessa classe de materiais². Nesse trabalho foram preparados usando o método dos peróxidos oxidantes (OPM) pós nanométricos de titanato zirconato de chumbo puros (PZT) e pela primeira vez o titanato zirconato de chumbo modificadas com lantânio (PLZT). A rota OPM apresenta como vantagens a ausência de íons cloreto e de qualquer precursor orgânico, que prejudicam as propriedades finais destes materiais.

Resultados e Discussão

Foram sintetizados pós cerâmicos de titanato zirconato de chumbo puro com composição $PbZr_{0.2}Ti_{0.8}O_3$ e também amostras com 5% em mol de lantânio substituindo o chumbo no sítio "A" da perovskita $(Pb_{0.95}La_{0.05})(Zr_{0.2}Ti_{0.8})O_3$ por meio do método dos peróxidos oxidantes (OPM). Nesse método, titânio metálico é adicionado numa solução básica de peróxido de hidrogênio e amônia, formando o peróxido-complexo $[Ti(OH)_3O_2]$, seguida da adição de íons Pb(II), Zr(IV) e no caso da síntese do PLZT, adicionando também íons La(III). Como resultado desta reação de oxi-redução, há a formação de um precipitado amorfo de coloração laranja, que foi filtrado, lavado seco em estufa a 50°C. Esses pós precursores e amorfos obtidos foram submetidos à tratamento térmico entre 600 e 900°C em forno tipo mufla e caracterizados estruturalmente por difração de raios-X (DRX) e espectroscopia de espalhamento Raman com transformada de Fourier (FT-Raman). As amostras de PZT e PLZT exibiram estrutura perovskita tetragonal $P4mm$ (Fig.01-a). A substituição de 5% de chumbo por lantânio acarretou uma diminuição do fator de tetragonalidade (c/a) da estrutura com relação ao PZT, de 1.063 para 1.051. A evolução

estrutural das amostras em função da temperatura mostrou que não há a formação de fases intermediárias, cristalizando-se diretamente na fase desejada. Esse comportamento mostra que o precursor obtido é homogêneo e que não ocorreu segregação de fases durante o processo de síntese. Os dados de Raman confirmaram as informações de difração em relação à fase cristalina. As imagens de MEV das amostras calcinadas à 700°C (Fig.01-b) mostram nanopartículas aproximadamente esféricas com diâmetro entre 15 e 30 nm, mostrando a alta reatividade típica dos pós sintetizados pela rota OPM.

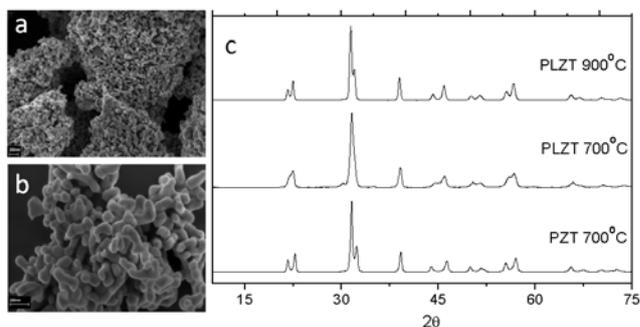


Figura 1. Imagens de MEV dos pós calcinados a 700°C (a) PZT; (b) PLZT; (c) Difração de raios-X em temperatura ambiente das amostras de PZT calcinada a 700°C e de PLZT calcinadas à 700 e 900°C.

Conclusões

Foram sintetizadas nanopartículas esféricas de PZT e PLZT utilizando 5% em mol de lantânio para a substituição do chumbo usando a rota dos peróxidos oxidantes. Verificou-se que a modificação da estrutura com o elemento lantânio, causou a diminuição da tetragonalidade com relação ao PZT puro. Os pós obtidos mostraram grande reatividade e sinterabilidade, como observado por MEV pela presença de pescoços entre as nanopartículas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fapesp (2009/01587-0). Este projeto tem o apoio do CMDMC/Cepid da Fapesp.

¹Camargo, E. R. Et al. *J.Matt. Chem.* **2001**,118, 1875.

²Camargo, E. R. Et al. *Alloy Comp.* **2009**,469, 523-528.