

# Influência do método de sinterização sobre as propriedades dielétricas do PZT e PLZT sintetizados pelo Método dos Peróxidos Oxidantes

Mayra D. Gonçalves (PG), Flavio L. de Souza (PQ), Elson Longo (PQ), Emerson R. de Camargo\* (PQ).

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

Palavras Chave: titanato zirconato de chumbo, método do peróxido oxidante, sinterização

## Introdução

Cerâmicas de titanato zirconato de chumbo puras (PZT) ou modificadas com lantânio (PLZT) são importantes tecnologicamente devido suas propriedades piezoelétricas e comportamento eletro-óptico não linear, as quais dependem das características finais da microestrutura obtida, como tamanho médio de grão e distribuição do tamanho dos grãos, além das características de contorno de grão como composição e concentração de defeitos. Em trabalhos anteriores, foi demonstrado que o Método dos Peróxidos Oxidantes (OPM) possibilita a síntese de pós bastante reativos com rigoroso controle sobre a estequiometria e morfologia, contudo pouco foi estudado sobre a influência dos métodos de sinterização sobre as propriedades das cerâmicas preparadas com esse tipo de pó. Nesse trabalho são apresentados e discutidos os efeitos da sinterização convencional e da sinterização por microondas em cerâmicas de PZT e PLZT preparadas a partir de pós nanométricos sintetizados pelo método OPM com composições ricas em titânio, ricas em zircônio e próximas à região de contorno de fase morfológica (MPB).

## Resultados e Discussão

Foram sintetizados pós cerâmicos de PZT ( $\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ) e de PLZT ( $\text{Pb}_{0.95}\text{La}_{0.05}\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ ) com  $x = 0.80, 0.48$  e  $0.2$ , por meio do método dos peróxidos oxidantes (OPM). Nesse método, titânio metálico é adicionado numa solução aquosa de peróxido de hidrogênio e amônia, formando o peróxido-complexo  $[\text{Ti}(\text{OH})_3\text{O}_2]$ , seguida da adição de íons  $\text{Pb}(\text{II})$ ,  $\text{Zr}(\text{IV})$  e no caso do caso da síntese do PLZT, adicionando também íons  $\text{La}(\text{III})$ . Como resultado desta reação de oxidação-redução, há a formação de um precipitado amorfo que foi filtrado, lavado seco em estufa a  $50^\circ\text{C}$ . Esses pós precursores e amorfos obtidos foram calcinados a  $700^\circ\text{C}$  por 2 h em forno tipo mufla e em seguida foram preparadas pastilhas que foram sinterizadas a  $1000^\circ\text{C}$  por 2 h empregando um forno convencional tubular e um forno comercial por microondas. As cerâmicas foram caracterizadas estruturalmente por difração de raios X (DRX) e espectroscopia de espalhamento Raman com transformada de Fourier (FT-Raman), microscopia eletrônica por varredura (MEV) e suas

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

características dielétricas foram verificadas em função da temperatura e da frequência.

Foram observados aglomerados parcialmente sinterizados nos pós tratados a  $700^\circ\text{C}$ , mostrando a alta reatividade desses materiais preparados pela rota OPM. O tamanho médio de partícula foi estimado em cerca de 50 nm. As amostras de PZT e PLZT ricas em titânio exibiram estrutura perovskita tetragonal enquanto que as ricas em zircônio apresentaram estrutura romboédrica. Foi observada estrutura tetragonal coexistindo com a fase romboédrica para as amostras com  $x = 0.48$  em temperatura ambiente porém com diminuição do fator de tetragonalidade devido a região MPB. A substituição de 5% de chumbo por lantânio reduziu o fator de tetragonalidade da estrutura com relação ao PZT puro, contudo não foram encontradas fases secundárias em nenhuma das amostras sinterizadas. Somente as amostras de PZT com  $x = 0,8$  e  $0,48$  apresentaram alta densidade relativa, exibindo valores de 94% e 99%, respectivamente, da densidade teórica. As microestruturas das cerâmicas sinterizadas empregando um forno convencional ou por microondas foram pouco afetadas. As propriedades dielétricas das cerâmicas de PZT  $x = 0.8$  e  $0.48$  se mostraram consistentes com aquelas observadas em cerâmicas preparadas por pós sintetizados por outras rotas por via úmida, contudo as amostras com composição próxima à MPB exibiram valores superiores aos encontrados na literatura.

## Conclusões

O processo de sinterização afeta pouco as características microestruturais de cerâmicas de PZT e PLZT preparadas com pós sintetizados pela rota OPM para composições ricas em Ti ou Zr. Contudo, amostras com composição próxima à MPB resultam em desempenho dielétrico superior ao descrito na literatura.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à Fapesp (2009/01587-0). Este trabalho contou com o apoio do CMDMC/Cepid e do INCTMN.

Camargo, E. R. et al. *J. Mater. Chem.* **2001**,118, 1875.  
Camargo, E. R. et al. *J. Alloys Compd.* **2009**,469, 523-528.