

Síntese e caracterização de pós e filmes de titanato de chumbo obtidos através do método *Pechini*

Synthesis and characterization of powders and films of lead titanate obtained by the Pechini method

E. Bernardi^{a,*}, G. Melchior do Prado^b, M. Taras da Cunha^a, P.P.G. Borrero^b, R. Molina Ferrari^a

^aUFFS – Universidade Federal da Fronteira Sul, BR 158, Km 405 + 700m, Laranjeiras do Sul – PR, Brasil

^bUNICENTRO – Universidade Estadual do Centro-Oeste, Rua Camargo Varela de Sá, 03 Vila Carli - CEP 85040-080, Guarapuava – PR, Brasil

Resumo

O titanato de chumbo, PbTiO_3 (PT), é um material que em sua fase amorfa apresenta propriedades fotoluminescentes, propriedades dielétricas, piezoelétricas e eletromecânicas e as propriedades ferroelétricas, que atribuem ao PT diversas aplicações. Neste presente trabalho pós e filmes de PT foram obtidos e a influência do tratamento térmico e pH dos sóis foram investigados a fim de minimizar o aparecimento de fases secundárias na fase amorfa de PT. Os pós de PT foram caracterizados via análises térmicas, espectrofotometria no infravermelho, difração de raios X, os filmes de PT obtidos foram caracterizados por difração de raios x e por microscopia eletrônica de varredura. As análises térmicas dos pós de PT sugeriram o início de sua cristalização em temperatura de 600° C, confirmada por medidas de DRX que indicaram a obtenção da fase desordenada de PbTiO_3 em temperatura de tratamento térmico de 400° C partindo da resina precursora de pH 2 e pH 10.

© 2014 Sociedade Portuguesa de Materiais (SPM). Publicado por Elsevier España, S.L. Todos os direitos reservados.

Palavras chave: titanato de chumbo; método Pechini; material amorfo.

Abstract

The lead titanate, PbTiO_3 (PT), is a material in its amorphous phase has photoluminescent properties, dielectric, piezoelectric and electromechanical and ferroelectric properties, which give the PT various applications. In this work PT powders and films were obtained and the influence of pH and heat treatment of sols were investigated in order to minimize the appearance of a secondary phase in the amorphous phase of PT. The PT powders were characterized via thermal analysis, infrared spectroscopy, X-ray diffraction, while the PT films were characterized by diffraction of x-rays by scanning electron microscopy. The thermal analysis of powders PT suggested the beginning of its crystallization temperature of 600 ° C, confirmed by measurements of XRD which indicated to obtain the disordered phase of PbTiO_3 at annealing temperature of 400 ° C starting from the resin precursor pH 2 and 10. The analyzes in the film PT to indicate that certain factors should be considered for films to have the expected properties such as pH, heat treatment time and the number of deposited layers.

© 2014 Sociedade Portuguesa de Materiais (SPM). Published by Elsevier España, S.L. All rights reserved.

Keywords: Lead titanate; Pechini method; amorphous material.

1. Introdução

Na indústria em geral, pós e filmes de materiais ferroelétricos ganharam destaque atualmente devido ao emprego em componentes tecnológicos, cobertura de

lentes, coberturas de ferramentas de corte e proteção ambiental. Na indústria de semicondutores tiveram sua importância realçada na tecnologia de gravação de dados. Filmes finos também vêm sendo empregados com grande importância na comunicação entre

* Corresponding author.

E-mail address: ellen.bernardi@uffs.edu.br (E. Bernardi)

dispositivos eletrônicos, onde são aplicados como isolantes de camadas condutoras e como fonte de dopante. Com a crescente importância deste segmento tecnológico, os materiais ferroelétricos vêm despertando grande interesse, o titanato de chumbo é um importante representante desta classe de materiais e além desta propriedade, apresenta propriedades dielétricas, piezoelétricas, eletromecânicas e ópticas que conferem a este material diversas aplicações, entre elas, sensores, memórias e dispositivos eletrônicos, sendo empregado como material piroelétrico estável e material piezoelétrico para altas temperaturas ou altas frequências, como transdutor ultrassônico em aplicações médicas e sonares entre outras [1-3].

A produção de pós e filmes de titanato de chumbo está diretamente ligada ao método obtensão escolhido, pois a presença de impurezas e de fases intermediárias altera muitas de suas propriedades, limitando sua aplicabilidade [4-6]. Pós e filmes de PT podem ser obtidos através de diversos métodos, entre eles ganham destaque a síntese hidrotérmica, a combustão, moagem de alta energia, método sol gel e o método Pechini – uma variação do método sol gel. Neste trabalho foram obtidos a partir do método *Pechini*, pois este método apresenta diversas vantagens como o controle da microestrutura, a possibilidade de deposição de filmes de óxidos mistos, a facilidade de introdução de uma variedade de dopantes que podem ser adicionados em diferentes concentrações, homogeneidade química e baixo custo de produção [7]. O método de deposição empregado para obtenção de filmes de PT foi à técnica *dip coating*. Esta técnica tem chamado a atenção devido a sua vasta e simples utilização, permitindo a obtenção de depósitos sobre substratos com dimensões e formas variadas, razoável controle de espessura, baixo custo, reprodutibilidade, controle da estequiometria, entre outras [8].

Este trabalho apresenta o estudo de pós de PT através de análises térmicas, espectrofotometria no infravermelho, difração de raios X, além de sintetizar a partir do método *Pechini* filmes de PT depositados pela técnica *dip coating*. O estudo dos filmes de PT foi feito mediante caracterização por difração de raios X e por microscopia eletrônica de varredura.

2. Parte Experimental

2.1. Preparação dos sóis de PT

Os sóis de PT foram preparados através do método *Pechini*, onde preparou-se o citrato de chumbo, adicionou-se ácido cítrico a fim de se obter a relação molar de 1:3. Na etapa seguinte, preparou-se o citrato de titânio, obedecendo à relação molar de 1:6 de

isopropóxido de titânio em relação ao ácido cítrico. As soluções resultantes foram misturadas, homogeneizadas e em seguida adicionado o agente polimerizante, etilenoglicol, elevando-se a temperatura a aproximadamente 120° C, resultando em uma resina polimérica de pH 2. Hidróxido de amônio fora adicionado antes da adição do agente polimerizante, sob agitação constante, a fim de alterar o pH da solução quando necessário. A fig. 1 ilustra as etapas da preparação dos sóis de PT.

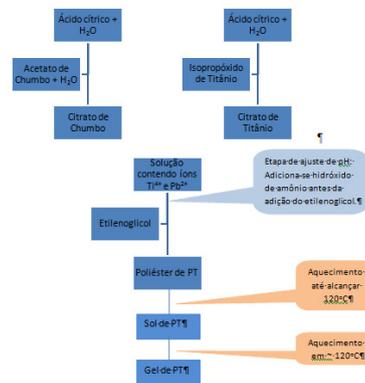


Fig. 1. Fluxograma de preparação dos sóis.

2.2. Preparação dos pós de PT

Os pós de PT foram obtidos através de tratamentos térmicos dos sóis de PT. Realizou-se variações nas temperaturas e no tempo dos tratamentos térmicos das resinas de PT com o objetivo de desenvolver uma metodologia para a obtenção de pó de PT na fase amorfa livre de resíduos orgânicos e de fases secundárias, a tabela 1 apresenta estas variações utilizadas na etapa de otimização do processo. Após os tratamentos térmicos de todas as amostras, houve a formação de resina expandida levemente amarelada, “*puff*”. Efetuado o tratamento térmico e formado o “*puff*” de PT, a maceração das resinas expandidas se faz necessária para que os pós de PT sejam obtidos.

Tabela 1. Amostras de pós de PT obtidas em diferentes valores de pH e tratadas termicamente em diferentes temperaturas (T) e tempos (t)

| Indicação Amostra | pH | T (°C) | t (h) |
|-------------------|----|--------|-------|
| PT-pó-01 | 2 | 700 | 2 |
| PT-pó-02 | 10 | 600 | 10 |
| PT-pó-03 | 2 | 400 | 10 |
| PT-pó-04 | 4 | 400 | 10 |
| PT-pó-05 | 6 | 400 | 10 |
| PT-pó-06 | 10 | 400 | 10 |

Download English Version:

<https://daneshyari.com/en/article/816709>

Download Persian Version:

<https://daneshyari.com/article/816709>

[Daneshyari.com](https://daneshyari.com)