
PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CERAMICAS DE Bi₁₂TiO₂₀

SOUZA, Murilo Cesário de¹; **CARVALHO**, Jesiel Freitas²; **REYES ARDILA**, Diógenes³; **FRANCO JUNIOR**, Adolfo⁴

Palavras-chave: BTO, sillenita, cerâmicas translúcidas.

1. INTRODUÇÃO (justificativa e objetivos)

Compostos tendo a estrutura sillenita com fórmula química Bi₁₂MO₂₀ (M=Si, Ge, Ti) são úteis para aplicações eletro-ópticas, fotocondutivas e fotorrefrativas (CHEHAB, S. et al, 2003; YAO, W.F. et al, 2003). Devido essas propriedades serem dependentes da transmissão de luz pelo material, investigações de compostos da família sillenita têm sido focadas em monocristais. Somente muito recentemente foi relatado o processamento de cerâmicas sillenitas visando, exclusivamente, o estudo de suas propriedades dielétricas (M. Valant and D. Suvorov, 2001). Pesquisas em materiais para óptica na forma de cerâmicas de alta densidade são atrativas se a transparência pode ser otimizada. Neste caso, comparando-se aos monocristais, tem-se a vantagem de um material de mais baixo custo e de mais fácil preparação. O processamento de cerâmicas translúcidas como, por exemplo, o titanato de bário com transmitância maior que 10% acima de 700nm (Shimooka, H. et al, 2000) e a alumina com transmitância em torno de 15% na região visível (Cheng, J. et al, 2002), tem sido relatado. Este trabalho apresenta resultados de um estudo sistemático para obter cerâmicas de BTO de alta densidade visando testar sua transparência óptica. Relataremos o processo que nos permitiu obter cerâmicas de alta densidade e sua caracterização.

2. METODOLOGIA

2.1. PREPARAÇÃO DOS MATERIAIS DE PARTIDA

Foram usados para preparação dos corpos cerâmicos, pós obtidos da moagem de material monocristalino de BTO (Santos, T. O. et al, 2004). Esses pós foram moídos com esferas de zircônia numa suspensão em álcool isopropílico utilizando frascos de PVDF. Os tempos de moagem variaram de 60 e 72 horas. Medidas de difração de raios-X pelo método pó foram realizadas para confirmar a fase única sillenita nas amostras.

2.2. PREPARAÇÃO E PRENSAGEM DOS CORPOS CERÂMICOS

Cerâmicas com 10mm de diâmetro e 1mm de espessura foram obtidas a partir da compactação de pó obtido na forma acima descrita. Álcool polivinílico foi usado como agente aglutinante e a mistura foi homogeneizada em almofariz de alumina. Um pastilhador a vácuo e uma prensa uniaxial convencional, com pressões entre 200 e 250 MPa, foram utilizadas para conformar as cerâmicas a partir da pasta obtida. Em seguida estes corpos cerâmicos foram submetidos à pressão isostática de 200 Mpa.

2.3. SINTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS

Foram testados dois programas de sinterização com taxas de aquecimento diferentes. No Programa 1 aquecia-se as amostras até a temperatura de 400°C com uma taxa de 7°C/min e permanecia nesta temperatura por 3 horas. Em seguida a temperatura era aumentada a uma taxa de 7°C/min até a temperatura de sinterização, 800°C. Terminada a sinterização as amostras eram levadas à temperatura ambiente a uma taxa de 3°C/min. No Programa 2 aquecia-se as amostras até 400°C a uma taxa de 1°C/min, permanecendo nesta temperatura por 3

horas. Em seguida aquecia-se as amostras até a temperatura de sinterização a uma taxa de 1°C/min. Terminada a sinterização as amostras eram levadas à temperatura ambiente a uma taxa de 5°C/min. Na sinterização feita com o segundo programa, foram testados cinco variações de tempo de sinterização: 5, 10, 15, 20 e 25 horas. Foram testadas, ainda, variações na temperatura de sinterização, usamos 750°C e 830°C.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Prensagem dos Corpos Cerâmicos: As amostras apresentaram densidade verde entre 65 e 70% da densidade do monocristal de BTO o que corresponde a um bom indicador para seguir-se à etapa de sinterização.

Densidade: A mudança de programa de sinterização resultou em um aumento significativo da densidade relativa das cerâmicas. Cerâmicas sinterizadas com o Programa 1 tiveram densidades abaixo de 97% da densidade do monocristal de BTO (9,06 g cm⁻³). Já as medidas de densidade em cerâmicas sinterizadas com o Programa 2 revelaram densidades relativas de até 99,6±0,9%. A diferença entre o Programa 2 e o Programa 1 está na taxa de aquecimento das cerâmicas: 1°C/min e 5°C/min respectivamente. Uma análise preliminar das densidades de cerâmicas sinterizadas com o Programa 2, tabela 1, mostrou-nos que cerâmicas mais densas são obtidas com temperatura de sinterização de 800°C com tempo de sinterização de 5, 10, 15 e 20 horas, mostrando que o tempo de sinterização não influenciou nas densidades. Amostras sinterizadas em 750°C resultaram em cerâmicas menos densas e o uso da temperatura mais elevada de 830°C não resultou em melhoramento dos resultados.

Amostra	t_m (h)	P_s	Prensagem	T_s (°C)	t_s (h)	ρ (g cm ⁻³)	% ρ
Cr 4	72	1	Isostática	800	10	8,8±0,2	97±2
Cr 7	72	1	Isostática	800	10	8,5±0,1	94±1
Cr10	72	2	Isostática	800	5	9,02±0,06	99,6±0,7
Cr11	72	2	Isostática	800	10	8,99±0,05	99,2±0,6
Cr13	72	2	Isostática	800	15	9,03±0,09	99,6±0,9
Cr15	72	2	Isostática	800	20	8,97±0,06	99,0±0,7
Cr17	72	2	Isostática	800	25	8,95±0,08	98,7±0,9
Cr19	72	2	Isostática	750	15	8,89±0,04	98,1±0,4
Cr20	72	2	Isostática	750	15	8,61±0,04	95,1±0,4
Cr21	72	2	Isostática	830	15	8,89±0,04	98,1±0,4
Cr22	72	2	Isostática	830	15	8,98±0,02	99,2±0,2

Tabela 1 - t_m (h): Tempo de Moagem – P_s : Programa de Sinterização.- T_s : Temperatura de Sinterização - t_s (h): Tempo de sinterização - ρ (g cm⁻³): Densidade
% ρ : Densidade Relativa

Microestrutura: As cerâmicas sinterizadas como Programa 1, Cr7 por exemplo, apresentaram microestruturas com distribuição de tamanho de grãos menos homogênea, figura 1 esquerda. As cerâmicas sinterizadas com o Programa 2 por sua vez, apresentaram uma microestrutura mais regular e compacta, com distribuição de tamanho de grãos mais homogênea, figura 1 direita. Além de as cerâmicas sinterizadas em 800°C com o Programa 2 por 5, 10, 15 e 20 horas, apresentarem densidades muito próximas, suas microestruturas não tiveram diferenças significativas, mostrando-nos que o tempo de sinterização de 5 horas é suficiente.

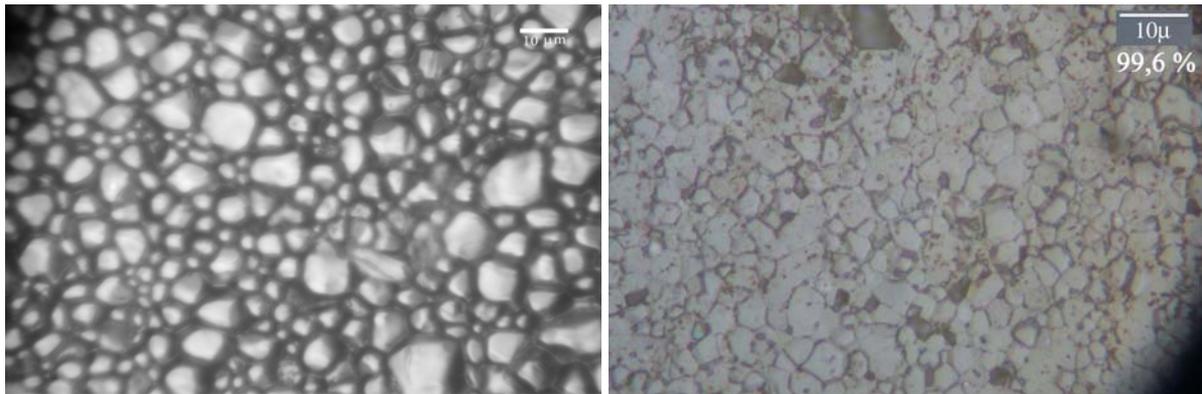


Figura 1 – Microestrutura da cerâmica Cr7 com aumento de 400X, esquerda, e Cr9 com aumento de 1000X, direita.

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos, até este momento, indicam que a taxa de aquecimento na etapa de sinterização influencia criticamente na densidade das cerâmicas. A temperatura ideal para sinterização encontrada foi de 800°C uma vez que, cerâmicas sinterizadas abaixo dessa temperatura (750°C), resultam em menor densidade, e cerâmicas sinterizadas em 830°C não apresentaram melhoras em suas densidades. A investigação do efeito causado pela taxa de aquecimento, permanência na temperatura de sinterização e qual a melhor temperatura de sinterização mostrou que o Programa 2 é mais eficaz para se obter cerâmicas densas e com distribuição uniforme de tamanho de grãos, características que tem grande influência na translucidez das cerâmicas. O polimento de uma cerâmica sinterizada com o Programa 2, em 800°C por 5 horas, está sendo realizado para sabermos seu efeito sobre a transmitância da cerâmica.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- S. Chehab, P. Conflant, M. Drache, J.-C. Boivin and G. McDonald, *Mater. Res. Bull.* **38** (2003), pp. 875–897.
- W.F. Yao, H. Wang, X.H. Xu, J.T. Zhou, X.N. Yang, Y. Zhang, S.X. Shang and M. Wang, *Chem. Phys. Lett.* **377** (2003), pp. 501–506.
- H. Shimooka, S. Kohiki, T. Kobayashi and M. Kuwabara, *Journal of Mat. Commun. Chem.* (2000) , pp. 1511-1512.
- J. Cheng, D. Agrawal, Y. Zhang, R. Roy, *Mat. Letters.* **56** (2002) , pp. 587-592.
- M. Valant and D. Suvorov, *J. Am. Ceram. Soc.* **84** (2001), pp. 2900–904.
- M. Bahoura, K.J. Morris and M.A. Noginov, *Opt. Commun.* **201** (2002), pp. 405–411.
- Y. Rabinovitch, D. Tétard, M.D. Faucher and M. Pham-Thi, *Opt. Mater.* **24** (2003), pp. 345–351.
- T. O. dos Santos, J. F. Carvalho and A. C. Hernandez, *Cryst. Res. Technol.* **39** (2004) , pp. 868-872.
- FONTE DE FINANCIAMENTO – CNPq/PIBIC - FUNAPE

¹ Bolsista de iniciação científica. Instituto de Física - GCM - Laboratório de Cristalografia e Materiais, mceario@fisica.grad.ufg.br

² Orientador/Instituto de Física/UFG, carvalho@if.ufg.br

³ Coorientador/Instituto de Física/UFG, diogreyes@yahoo.com.br

⁴ Coorientador/Departamento de Matemática e Física/UCG franco@ucg.br