

Produção e caracterização de material cerâmico e análise eletro-óptica de monocristais de $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ (BTO)

AMARAL, Thiago Martins¹; CESÁRIO, Murilo²; CARVALHO, Jesiel Freitas³

Palavras chave: Cerâmica, Fotorrefratividade, Atividade óptica

1. INTRODUÇÃO

Cristais sillenitas são compostos cuja fórmula geral é dada por $\text{Bi}_{12}\text{MO}_{20}$ com $M = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Ti}, \text{etc.}$ Estes cristais possuem propriedades eletro-ópticas e fotocondutoras, que combinadas produzem o efeito fotorrefrativo. Este efeito, que se resume a uma mudança reversível do índice de refração do cristal, permite aos cristais sillenitas gravar padrões de interferências em seu volume, tornando-os alvo de inúmeras aplicações tecnológicas, como moduladores espaciais de luz. Principalmente os cristais de BTO ($\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$), que possuem maior sensibilidade para comprimentos de onda no vermelho, atividade óptica sensivelmente menor se comparado às demais sillenitas e coeficiente eletro-óptico mais elevado. Este último é um importante parâmetro pois a sensibilidade fotorrefrativa, ou birrefringência linear eletricamente induzida, é linearmente dependente dele.

No entanto, crescer materiais monocristalinos é custoso e complicado, portanto uma alternativa seria a produção de material policristalino translúcido que poderia substituir o BTO em algumas aplicações tecnológicas. Sendo assim, é de enorme vantagem desenvolver uma técnica para produzir tais materiais translúcidos. Paralelamente a este estudo desta técnica de produção, foram realizadas medidas do coeficiente eletro-óptico em amostras de BTO puro, crescidas no Laboratório de Cristalografia e Matérias do IF-UFG.

2. METODOLOGIA

2.1 Cerâmica

Para preparação dos corpos cerâmicos foram usados os pós obtidos da moagem de material monocristalino de BTO. A moagem dos pós foi realizada em um moinho rotatório colocando os pós em um frasco de polipropileno junto com esferas de zircônia e preenchendo-o com álcool isopropílico. A homogeneização final foi obtida usando um almofariz de alumina.

Então obtém-se uma pastilha com 1cm de diâmetro e 0,1cm de espessura, após a prensagem, foi necessário 0,7116g de pó de BTO. Álcool polivinílico foi acrescentado ao pó como agente aglutinante e a mistura foi triturada em almofariz de alumina até a obtenção de uma pasta homogênea e não muito úmida. Esta pasta foi moldada com pressão entre 200 e 250 MPa, utilizando uma prensa uniaxial convencional e um pastilhador a vácuo, após a prensagem uniaxial as amostras foram submetidas à prensagem isostática, realizadas no laboratório de físico-química da Universidade Católica de Goiás.

Por fim, as cerâmicas foram sinterizadas em dois programas diferentes: Programa 1 e Programa 2. No Programa 1, as cerâmicas são aquecidas da temperatura ambiente até 400°C a uma taxa de 7°C/min, permanecendo nessa temperatura por três horas. Terminada essa etapa, as cerâmicas são aquecidas a uma taxa de 7°C/min até 800°C, que é a temperatura de sinterização,

permanecendo nesse patamar por dez horas. Feita a sinterização, as cerâmicas são levadas à temperatura ambiente a uma taxa de 3°C/min. No Programa 2, as cerâmicas são aquecidas da temperatura ambiente até 400°C a uma taxa de 1°C/min, onde permanecem nessa temperatura por três horas. Em seguida, são aquecidas à mesma taxa até 800°C, que é a temperatura de sinterização. Na sinterização com o Programa 2, foram utilizados, ainda, cinco programas de temperatura, que diferem entre si pelo tempo de permanência na temperatura de sinterização. As cerâmicas permaneceram nesta temperatura por cinco, dez, quinze, vinte e vinte e cinco horas. Após a sinterização, as cerâmicas são levadas à temperatura ambiente a uma taxa de 5°C/min. Nesta etapa foi utilizado um forno resistivo com controlador microprocessado que pode chegar a 1200 °C.

O procedimento experimental da medida da atividade óptica consiste em ajustar dois polarizadores, ou seja, cruza-los, de forma a obter o mínimo de luz em um detetor, sem a cerâmica. Coloca-se então uma amostra opticamente ativa no caminho e ajusta-se o analisador para reproduzir a situação inicial, mínimo de luz. O valor da atividade óptica é obtido pela divisão do ângulo de rotação lido no analisador pela espessura da amostra.

2.2 Material monocristalino

Para o polimento das amostras monocristalinas utilizou-se uma Politriz Buehler, modelo Minimet 1000 do Laboratório de Preparação de Amostras do Grupo de Cristalografia e Materiais do Instituto de Física da UFG.

O polimento se inicia com lixas de granulometrias 400 grit e 600 grit lubrificadas com água destilada. Em seguida passa-se a abrasivos contendo micropartículas de diamante com as seguintes granulometrias: 15 µm, 6µm e 1µm. Como último abrasivo usa-se sílica coloidal (Al₂O₃), para o acabamento final do polimento.

Então fixou-se os eletrodos nas faces do cristal utilizando fios de cobre ultraflexíveis e tinta de prata. Primeiramente pintando-se toda a área das faces escolhidas do cristal com a tinta, para que o campo elétrico no interior da amostra seja uniforme. E então, aplicando os eletrodos com a tinta de prata sobre as superfícies já pintadas do cristal.

Para a medida do parâmetro eletro-óptico utilizou-se o método proposto por Henry, no qual o coeficiente eletro-óptico é calculado com base na elipticidade de um feixe que emerge do cristal submetido a um campo elétrico externo. A diferença de potencial aplicada nas faces do cristal variaram de 0V até 1600V com saltos de 200V.

O sistema utilizado consiste em: laser Coherent He-Ne, lâmina quarto de onda, filtro espacial, polarizador, cristal, analisador, lente projetora e detector.

Sistema este situado no Laboratório de Caracterização óptica e elétrica do Grupo de Cristalografia e Materiais do IF-UFG.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em testes recentes, constatou-se que a qualidade das cerâmicas é criticamente dependente do tamanho de grão. As diferenças entre os dois programas estão nas rampas de aquecimento, o que mostra o Programa 1 leva a um crescimento desordenado do tamanho de grãos. As cerâmicas sinterizadas com o Programa 2 tiveram uma distribuição do tamanho de grão mais homogênea. Quanto

a atividade óptica, conseguiu-se medir uma atividade óptica específica de $6 \pm 1^\circ/\text{mm}$, um resultado igual ao do material monocristalino ($6,3^\circ/\text{mm}$), reafirmando a idéia de que as cerâmicas, com uma técnica mais refinada pode substituir cristais em algumas aplicações ópticas.

As medidas feitas nos cristais de BTO resultaram em um coeficiente eletro-óptico de $r_{41} = 5,3 \pm 0,1 \text{ pm/V}$, que é igual ao apresentado na literatura, $r_{41} = 5,3 \text{ pm/V}$.

Mostrando a boa qualidade óptica dos cristais crescidos no Laboratório de Cristalografia e Materiais do IF-UFG e o bom funcionamento do sistema de medidas utilizado.

4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

A. Morell, A. Hermosin: Sintering of an X-Ray Photosensitive Ceramic: $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$. Ceramic Bulletin. Vol. 58, N^o. 6 (1979)

A.J. Fox, T.M. Bruton: Electro-optic effects in the optically active compounds $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ and $\text{Bi}_{40}\text{Ga}_2\text{O}_{63}$. Applied Physics Letters 27 (1975) 360

J.F.Carvalho, A.C.Hernandes: Large $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ single crystals: a study of intrinsic defects and growth parameters. Journal of Crystal Growth, 205(1999)185-190.

A. K. Pradhan, K. Zhang, G.B. Loutts: Synthesis of neodymium-doped yttrium aluminum garnet (YAG) nanocrystalline powders leading to transparent ceramics. Materials Research Bulletin. 39 (2004) 1291-1298

D.G. Papazoglou, A.G. Apostolidis, E.D. Vanidhis: Measurement of the electro-optic coefficient of $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$ (BGO), $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$ (BTO) crystals. Synthetic Metals 83 (1996) 281

H. Shimooka, S. Kohiki, T. Kobayashi, M. Kuwabara: Preparation of translucent barium titanate ceramics from sol-gel derived transparent monolithic gels. Journal of Materials Communication Chemistry. 2000, 10, 1511-1512

J. Cheng, D. Agrawal, Y. Zhang, R. Roy: Microwave sintering of transparent alumina. Materials Letters. 56 (2002), 587-592

M.Henry, S.Mallick, D.Rouède, L.E.Celaya, A.G.Weidner: Propagation of light in an optically active electro-optic crystal of $\text{Bi}_{12}\text{SiO}_{20}$: Measurement of the electrooptic coefficient. J.Appl.Phys. 59 (1986) 2650.

Fonte de Financiamento: CNPq/PIBIC - FUNAPE

1-Bolsista PIBIC no período maio a julho de 2006. Instituto de Física – GCM – Grupo de cristalografia e materiais. thimaral@walla.com

2-Bolsista PIBIC no período agosto de 2006 a abril de 2006. Instituto de Física – GCM – Grupo de cristalografia e materiais. zpellino@pop.com.br

3-Orientador/Instituto de Física/UFG carvalho@if.ufg.br