

Caracterização estrutural do BaTiO₃ em pó obtido pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas

RESUMO

O presente trabalho visa a obtenção, pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, do titanato de bário em pó na fase tetragonal. Para isso, acetato de bário e isopropóxido de titânio foram misturados na proporção [Ba]/[Ti] = 1.6 e levados a um forno de micro-ondas adaptado. Três tempos diferentes de síntese foram adotados: 0.5 h, 1 h e 2 h (em todos os casos a temperatura foi mantida em 160 °C). Uma análise dos difratogramas de raios X comprovou a formação do titanato na fase tetragonal, porém, misturado com outras fases secundárias. Verificou-se também que o tempo de síntese exerce uma influência significativa sobre os parâmetros de rede.

PALAVRAS-CHAVE: Titanato de bário. Método hidrotérmico. Difração de raios X.

Larissa Ayumi Tokuhara
ltokuhara@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR, Cornélio Procopio, Paraná, Brasil

Yuri Vinicius Bruschi Santana
yurisantana@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR, Cornélio Procopio, Paraná, Brasil

Alexandre Urbano
aurbano@uel.br
Universidade Estadual de Londrina, UEL, Londrina, Paraná, Brasil

Luís Henrique Cardoso Amorin
luisamorin@gmail.com
Universidade Estadual de Londrina, UEL, Londrina, Paraná, Brasil

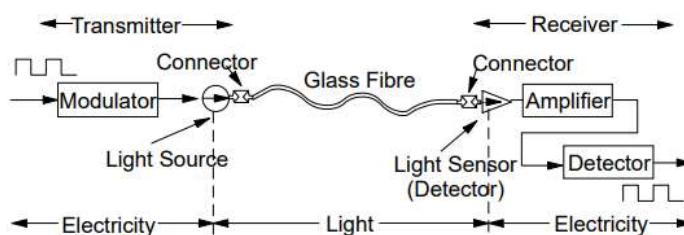
Ivan Braga Gallo
ivangallo@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, UTFPR, Cornélio Procopio, Paraná, Brasil

INTRODUÇÃO

O princípio de funcionamento do atual sistema de telecomunicações provém de ideias antigas como transmitir informações a partir de uma fonte de luz. Tal recurso foi amplamente utilizado, por exemplo, durante as guerras quando navios comunicavam-se piscando as luzes com certo padrão. A ideia de transmitir um sinal óptico por uma fibra de vidro partiu de Alexander Graham Bell, porém só pode ser implementada de maneira eficaz, a partir da década de 1980 com o advento das fibras ópticas de baixas perdas.

Uma representação da estrutura básica do sistema de comunicação óptica pode ser vista na Figura 1. Consiste em um sinal de luz, normalmente emitido por um LED ou laser, que se propaga ao longo de uma fibra óptica até chegar a um receptor que o converterá em sinal elétrico. Para que todo esse processo seja realizado, diversos componentes são necessários: moduladores, fotodetectores, guias de onda, amplificadores ópticos, entre outros.

Figura 1 – Representação de alguns componentes usados na transmissão de dados em nosso atual sistema de telecomunicações.



Fonte: IBM

Moduladores, em particular, são utilizados para controlar certas propriedades do sinal: fase, frequência, amplitude e/ou polarização. Esse controle pode ser feito a partir de mudanças no índice de refração do material atravessado pelo sinal. No caso dos moduladores eletro-ópticos a variação do índice de refração é obtida a partir da aplicação de um campo elétrico no material. Para que isso ocorra esses moduladores devem ser construídos com materiais ditos não-centrossimétricos, isto é, materiais que não apresentam centro de simetria. Um material muito utilizado na fabricação desse equipamento é o niobato de lítio (LiNbO_3) devido ao seu significativo coeficiente eletro-óptico (10.7 pm/V). Contudo, o titanato de bário (BaTiO_3) tem despertado grande interesse por apresentar um coeficiente eletro-óptico (360 pm/V) muito superior ao do niobato de lítio, o que possibilitaria uma significativa redução no consumo de energia dos moduladores.

Por se tratar de um material altamente relevante para o setor de comunicação óptica diversas técnicas como *sputtering*, sol-gel, método de Pechini, entre outras tem sido utilizadas na síntese do BaTiO_3 . Dentre todas essas, vale destacar o método hidrotérmico assistido por micro-ondas por ser um método mais simples e barato: uma solução contendo os elementos precursores é colocada dentro de uma autoclave que é posteriormente levada a um forno de micro-ondas. A síntese do material ocorre a partir da radiação que incide sobre a solução e o processo pode ser feito alterando-se a temperatura e/ou o tempo de síntese.

Dentro desse contexto, o presente trabalho visa a obtenção do BaTiO_3 em pó através do método hidrotérmico assistido por micro-ondas para, posteriormente, ser usado na fabricação de filmes finos do mesmo material.

METODOLOGIA

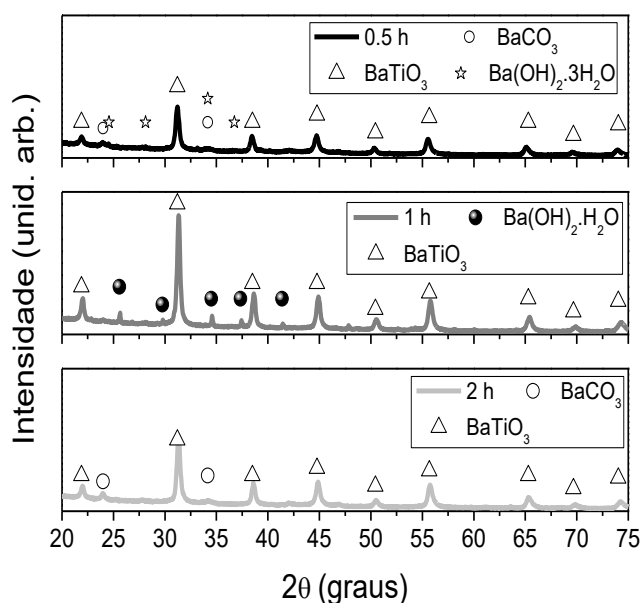
Inicialmente, 6.2 ml de isopropóxido de titânio (97%) foram misturados em 10.0 ml de álcool etílico. Em seguida, essa mistura foi colocada em 50 ml de uma solução de hidróxido de sódio (5.0 mol/L). A solução final por sua vez foi posta em um agitador magnético por 52 minutos. Em outro recipiente, 8.256g de acetato de bário (99%) foram colocados em 50.0 ml de água destilada e levado ao agitador magnético por 10 minutos.

Por fim, as duas soluções foram misturadas e colocadas dentro de uma autoclave que foi levada a um forno micro-ondas adaptado. A temperatura de síntese foi de 160 °C. Porém, foram preparadas três amostras com tempos de síntese diferentes: 0.5 h, 1 h e 2 h. Ao final do processo cada amostra foi centrifugada e depois secada para obtenção do pó que posteriormente foi caracterizado por difração de Raios X.

RESULTADOS

A Figura 2 mostra os difratogramas de raios X das amostras sintetizadas à 160 °C por 0.5 h, 1 h e 2 h. Utilizando-se o método de refinamento Rietveld observamos que nas três amostras o BaTiO_3 cristalizou na fase tetragonal (Tabela 1). Isso era esperado, pois, a proporção usada entre Ba e Ti foi $[\text{Ba}]/[\text{Ti}] = 1.6$ o que, de acordo com a literatura, favorece a formação dessa fase. A maior porcentagem de titanato de bário (BTO) foi obtida na amostra preparada durante 1h (92.0%) contra 75.7% e 91.2% nas amostras preparadas por 0.5h e 2h, respectivamente. Entretanto, em nenhuma amostra foi encontrada a fase pura, apenas o BTO misturado com outras fases: $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, BaCO_3 e $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. A amostra de 2h merece destaque porque apesar de ter formado um pouco menos de titanato do que a amostra de 1h, ela foi a que apresentou a maior diferença entre os parâmetros de rede.

Figura 2 – Difratogramas de raios X das amostras preparadas durante 0.5h, 1h e 2h



Fonte: autoria própria (2017)

Quadro 1 – Parâmetros de rede de cada fase cristalina formada nas diferentes amostras (em destaque os parâmetros do BaTiO_3). A maior diferença entre os parâmetros do titanato é observada na amostra de 2h.

Tempo de síntese	Fases cristalinas (%)	Parâmetros da célula unitária (Å)		
		a ± 0.01	b ± 0.01	c ± 0.01
0.5h	BaTiO_3 (75.7%)	4.04	4.04	4.05
	BaCO_3 (7.2%)	6.42	5.29	8.83
	$\text{Ba(OH)}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (17.1%)	7.64	11.35	5.95
1h	BaTiO_3 (92.0%)	4.03	4.03	4.04
	$\text{Ba(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (8.0%)	3.90	6.37	6.95
2h	BaTiO_3 (91.2%)	4.03	4.03	4.00
	BaCO_3 (8.8%)	6.41	5.27	8.90

CONCLUSÃO

A fase tetragonal foi obtida graças à correta proporção entre Ba e Ti usada nas três amostras. O tempo de síntese exerce uma influência significativa sobre os parâmetros de rede, principalmente no eixo c. Como não obtivemos apenas o BTO na fase tetragonal, mas misturado com outras fases secundárias, os próximos passos consistirão em variar-se a proporção entre Ba e Ti e/ou a concentração da solução de NaOH a fim de formar somente titanato de bário na fase tetragonal. Uma vez formada a fase pura nos dedicaremos a deposição de filmes finos pela técnica de *spin-coating*.

REFERÊNCIAS

DUTTON, H. J. R. **Understanding optical communications**. Prentice Hall, 1998. P. 27-35.

XU, H.; GAO, L.; GUO, J. **Preparation and characterizations of tetragonal barium titanate powders by hydrothermal method**. Journal of the European Ceramic Society, 2002.

ABEL, S.; STOFERLE, T; MARCHIORI, C. **A strong electro-optically active lead-free ferroelectric integrated on silicone**. Nature Communications, 2013.

DEEN, M. J.; BASU, P. K. **Silicon Photonics: Fundamentals and Devices**. Wiley, 2012. P. 165-187.

WESSELS, B. W. **Ferroelectric Epitaxial Thin Films for Integrated Optics**, 2007.

BERNARDES, J. C. **Produção de Nanopartículas de Titanato de Bário via Método de Pechini**. Trabalho de conclusão de curso (Curso de Física) – Universidade Estadual de Maringá, Paraná, 2013. Disponível em: <<http://site.dfi.uem.br/wp-content/uploads/2016/12/Jakeline-Carvalho-Bacharelado.pdf>>. Acesso em: 22 ago. 2017.

Structural characterization of BaTiO₃ powder obtained by the microwave assisted hydrothermal method

ABSTRACT

The work reported here aims to obtain barium titanate powder in the tetragonal phase by the microwave assisted hydrothermal method. To do so, barium acetate and titanium isopropoxide were mixed in the proportion $[Ba]/[Ti] = 1.6$ and taken to a microwave adapted to our needs. Three different times were considered: 0.5 h, 1 h and 2 h (in all cases the temperature was always kept at 160 °C). An analysis of the X-ray diffraction spectra confirms that the barium titanate was obtained in the tetragonal phase but mixed with other phases. It was also verified that the time of synthesis has significant influence on the lattice parameters.

KEYWORDS: Barium titanate. Hydrothermal method. X-ray diffraction.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

TOKUHARA, L. A. et al. Caracterização estrutural do BaTiO₃ em pó obtido pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>>. Acesso em: 30 ago. 2017.

Correspondência:

Larissa Ayumi Tokuhara

Avenida Alberto Carazzai, 1640, Cornélio Procópio, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-NãoComercial 4.0 Internacional.

