

OBTENCIÓN DE POLVOS CERÁMICOS DEL SISTEMA SBN ($\text{Sr}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_6$) POR EL MÉTODO DE COPRECIPITACIÓN

Obtention Of System SBN ($\text{Sr}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_6$) Ceramics Powders By Controlled Coprecipitation Method

RESUMEN

La obtención de materiales como el $\text{Sr}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN) con pequeños cambios de composición, dan como resultado una gran variedad de aplicaciones tecnológicas. Existen ciertas dificultades para obtener cerámicas de SBN de buena calidad como por ejemplo, crecimiento anormal de granos, macro y micro fisuras en las muestras y bajas tasas de densificación. Estas dificultades pueden ser disminuidas con el uso de métodos que controlen la microestructura del material desde la síntesis de la materia prima.

En este trabajo se reporta la obtención de polvos cerámicos del sistema ferroeléctrico SBN obtenidas por el método de coprecipitación controlada.

PALABRAS CLAVES: Caracterización Microestructural, Método de coprecipitación, Síntesis, SBN.

ABSTRACT

Obtained materials as a $\text{Sr}_{0.5}\text{Ba}_{0.5}\text{Nb}_2\text{O}_6$ (SBN) with few compositional changes, given as result a wide range of technologies applications. There are difficult to obtain good quality SBN ceramics such as unusual grains growth, macro and micro fissures on the sample and low tax densification. These difficulties can be reduced with methods than carry out a control of the microstructure of material, from the raw material.

In this work we report the SBN ferroelectric ceramics powder obtained by the controlled coprecipitation method.

KEYWORDS: *coprecipitation method, Microstructural Characterization Synthesis, SBN.*

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales ferroeléctricos pueden presentar diferentes tipos de estructuras cristalográficas como por ejemplo, la perovskita, la estructura de capas de bismuto y la tungsteno bronce.

Tanto la estructura cristalina como la composición afectan directamente las propiedades de los materiales ferroeléctricos. Este hecho ha posibilitado que mediante la obtención de materiales como el $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_6$, se obtenga una amplia variedad de propiedades solamente con pequeños cambios de composición, dando como resultado una versatilidad del uso en aplicaciones tecnológicas [1,2].

En la mayoría de las aplicaciones, los materiales ferroeléctricos pueden ser encontrados en la forma de monocristales o policristales (cerámicas). Sin embargo, existen ciertas dificultades para obtener cerámicas de SBN de buena calidad como por ejemplo, crecimiento anormal de granos y, como consecuencia, macro y micro fisuras en las muestras, presencia de fases espurias y bajas tasas de densificación [3,4]. Entretanto, aun si todos

JOSÉ RODRIGO MUÑOZ

Estudiante de Ingeniería Física
Universidad del Cauca
enphysic@hotmail.com

WILLIAN ARVEY MOLANO

Estudiante de Ingeniería Física
Universidad del Cauca
molanogabalan@hotmail.com

SONIA GAONA JURADO

Física, Ph. D. en ciencias
Profesora Asociada
Universidad del Cauca
sgaona@unicauca.edu.co

estos problemas fueran solucionados, la pérdida de la fuerte anisotropía de las propiedades dieléctricas y ferroeléctricas en las cerámicas de SBN, por causa del patrón de granos, coloca las cerámicas en desventaja con relación a los monocristales [5,6].

Los métodos químicos, tal como coprecipitación controlada [7] y precursor polimérico [8], permiten tener un control tanto sobre la estequiometría como sobre la morfología y el tamaño de partícula del material sintetizado. En este trabajo se reporta la obtención de polvos cerámicos nanométricos del sistema ferroeléctrico SBN obtenidas por el método de coprecipitación controlada, determinando por difracción de rayos X y microscopía electrónica de transmisión la obtención de la fase de interés así como el tamaño, morfología y distribución de partícula, respectivamente.

2. PROCESO EXPERIMENTAL

La precipitación de un sólido para formar una solución es una técnica común de síntesis de partículas finas. El proceso general considera reacciones en soluciones

acuosas con sales disueltas. Una vez que la solución se satura con el producto, se forma un precipitado a través de procesos de nucleación tanto homogénea como heterogénea. Después de que los núcleos son formados, su crecimiento procede usualmente por difusión de especies químicas que se incorporan a las superficies de los núcleos [9]. Los procesos de nucleación y de crecimiento son los fenómenos más importantes durante la formación de la fase sólida en el seno de la solución.

Las muestras de $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$, ($x=0.5$) fueron preparadas usando como precursores carbonato de estroncio, $SrCO_3$ marca Aldrich, 99.9 % de pureza, $BaCO_3$ marca Mallinckrodt, 99.9 % de pureza y pentóxido de niobio, Nb_2O_5 , marca Aldrich, 99.9 % de pureza.

Como primer paso, los precursores carbonato fueron disueltos en una solución 0,39 molar de ácido nítrico, HNO_3 . A continuación fue adicionado el Nb_2O_5 en continua agitación en la proporción estequiométrica adecuada. Teniendo ya los tres precursores en solución, se procedió a adicionar el hidróxido de amonio, NH_4OH , en la cantidad requerida para alcanzar el pH de equivalencia, que para el caso fue de 5, no obstante la solución fue llevada a pH 10.5, que fue el pH de saturación, esto es, la zona de no reversibilidad, con el fin de asegurar que el proceso de nucleación y crecimiento de partícula continúe.

Conseguida la coprecipitación, se llevó la solución a 100 °C para secado, obteniéndose una sustancia compacta de color blanco, siendo necesario macerarla en un mortero de ágata para obtener polvo. Finalmente, este polvo fue llevado a un horno a 1050 °C, con rampas de 500 °C y 900 °C, con duración de 1 hora en cada temperatura.

3. RESULTADOS

En la figura 1 se presenta el difractograma de rayos X, DRX, para los polvos obtenidos por el método coprecipitación controlada en la síntesis de $Sr_{0.5}Ba_{0.5}Nb_2O_6$, tratados térmicamente por una hora a 1050°C. Este servicio fue prestado por el profesor Fabián Jurado de la Universidad Nacional de Manizales.

Como se observa en la figura 1, se presenta la fase SBN en mayor proporción coexistiendo con diferentes fases del sistema Sr-Ba-Nb, además de pequeños trazos del precursor de niobio (Nb_2O_5) y tres picos que no fueron identificados.

Aunque el método de síntesis coprecipitación controlada es muy efectivo para controlar tamaño, forma y distribución de partícula, considera reacciones en soluciones acuosas con sales disueltas. Es posible que la adición del precursor de niobio en forma sólida haya

ocasionado la formación de las fases no deseadas en cantidades considerables aun a la alta temperatura de calcinación.

Por otro lado, hay que resaltar que en las muestras sintetizadas por este método se ha obtenido menor cantidad de Nb_2O_5 comparada con la obtenida en un proceso de síntesis por el método precursor polimérico [10].

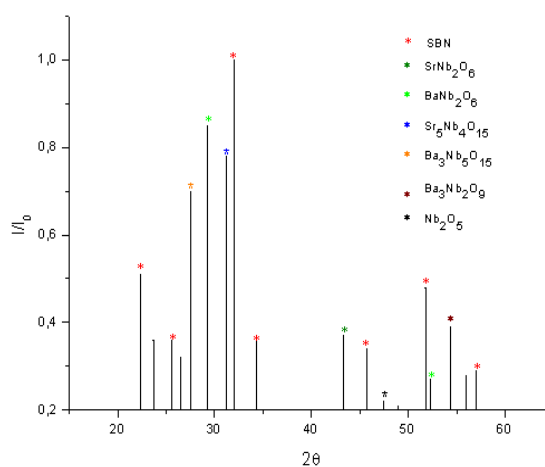


Figura 1. DRX de muestra de SBN ($Sr_{0.5}Ba_{0.5}Nb_2O_6$) obtenida por el método Precursor polimérico a $T=1050$ °C

En la figura 2 se presenta una micrografía obtenida por microscopía electrónica de transmisión en la Unidad de Microscopía de la Universidad del Cauca.

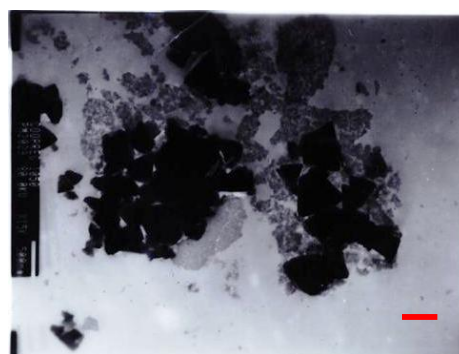


Figura 2. TEM de muestra de SBN ($Sr_{0.5}Ba_{0.5}Nb_2O_6$) obtenida por el método Precursor polimérico a $T=1050$ °C. — (500nm).

Como ya fue mencionado, este método permite tener un mayor control sobre la forma, tamaño y distribución de partícula. Esto queda evidenciado cuando se compara la figura 2 con su equivalente de la referencia [10] en la que se reporta este resultado pero obtenido por el método

Precursor Polimérico. De la figura 2 se observa que las partículas tienen una forma más definida y una mejor distribución de partícula que lo reportado haciendo uso del método Precursor Polimérico^[10]. No obstante, la distribución de tamaño de partícula está un rango mayor, de 200-500 nm, que las reportadas en la referencia [10].

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se obtuvieron polvos nanométricos de SBN a 1050 °C con coexistencia de fases no deseadas del sistema Sr-Ba-Nb.

Es sabido que parámetros tales como pH y precursores utilizados pueden alterar el proceso de síntesis consiguiendo en muchos casos disminuir la temperatura de obtención de la fase pura. El paso siguiente en esta investigación será experimentar con precursores nitratos, así como variar el tiempo de exposición a la temperatura máxima de calcinación, buscando no solo eliminar la presencia de las fases no deseadas sino también obtener una distribución de tamaño y forma más uniforme para las partículas de los polvos obtenidos.

5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Y. Xu, *Ferroelectric Materials and their Applications*, Elsevier Science Publishers, New York 1991.
- [2] B. Jafee, W. R. Cook and H. Jafee, *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press. London (UK), 1971.
- [3] T. Fang, N. Wu and F. Shiau, *J. Mat. Sci. Lett.* 13, p.1746, 1994.
- [4] W. J. Lee and T. T. Fan, *J. Am. Ceram. Soc.* 81 (4), p.1019, 1998.
- [5] H. Y. Lee and R. Freer, *J. Appl. Cryst.* 31, p.683, 1998.
- [6] E. M. Sabolsky, A. R. James, S. Kwon, S. T. McKinstry and G. L. Messing; *Appl. Phys. Lett.*, 78 (17), p.2551, 2001.
- [7] E. Matijevic, *Progr. Colloid & Polymer Sci.* 61, p. 24-35, 1976.
- [8] T. Fang, M. Wu, J. Tsai, *J. Am. Ceram. Soc.* 85 p. 2984-88, 2002.
- [9] A.S Edelstein, "*Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications*", Bristol, 1996.
- [10] W. Molano, J. R. Muñoz y S. Gaona J., presentado al IV Congreso Internacional de Materiales, Colombia, 2007.