

# Estudio y elaboración de cerámicas piezoeléctricas de titanato de bario. (I)

J.J.Prieto, M.D.Durruthy. Dpto. de Física, Inst. Invest. Téc. Fundamentales, A.C.C; F.Calderón, Dpto. de Física Aplicada, Facultad de Física Universidad de La Habana; Adela Tuero y A.Silverio, Facultad de Química, Universidad de La Habana

## RESUMEN

---

Establecida una tecnología de elaboración de cerámicas de Titanato de Bario por los métodos de calcinación, prensado y sinterización. Las cerámicas después de polarizadas a 2,2 Kv/mm de espesor, son aplicadas para la generación y recepción acústica. Durante los estudios realizados se aplicó el análisis Termicodiferencial y la DR-X.

## INTRODUCCIÓN

---

Las cerámicas ferroeléctricas han invadido en nuestros días la industria de producción de componentes eléctricos, en particular las de  $\text{BaTiO}_3$  se utilizan en la fabricación de condensadores, dispositivos de alta permitividad y piezoeléctricos; estos últimos encuentran aplicación en la fabricación de transductores acústicos utilizados para diagnóstico y tratamiento médico, defectoscopia de materiales y otras aplicaciones técnicas e industriales. En el presente trabajo se inicia el estudio de estas cerámicas con el objetivo de establecer su tecnología de producción mostrándose los resultados preliminares obtenidos.

## 2. ESTUDIO DE LOS PARÁMETROS DE ELABORACIÓN DE CERÁMICA DE $\text{BaTiO}_3$

Polvos de  $\text{TiO}_2$  (98% de pureza) y  $\text{BaCO}_3$  (99,4% de purzas) mezclados en relación 1:1 peso molar, fueron triturados y homogenizados durante 4 horas en un molino planetario de bolas, posteriormente calcinados a alta temperatura para formar la fase de  $\text{BaTiO}_3$ ; los polvos obtenidos con una granulometría  $\geq 71 \mu\text{m}$  se utilizan para elaborar cerámicas piezoeléctricas por los métodos de prensado y sinterizado; cada uno de estos procesos tecnológicos fundamentales requeridos para la posterior producción de cerámicas piezoeléctricas fueron estudiados por los métodos que se describen en los puntos sucesivos.

### 2.1. CALCINACIÓN

Para establecer los parámetros en que se desarrolla la reacción de formación del  $\text{BaTiO}_3$  durante el proceso de calcinación, se realizaron análisis diferenciales en muestras de  $\sim 0,3 \text{ g}$  de peso contenidas en pozuelos de platino tapados, con una velocidad  $V=15^\circ\text{C}/\text{min}$  en atmósfera de aire, según la instrucción del equipo - MOM DERIVATOGRAPH Q 1500 (Hungría) -. En la figura 1 aparecen las curvas características de los análisis termogravimétrico y termogravimétrico para una muestra seleccionada: En la curva 1 podemos apreciar que la variación de peso comienza a temperaturas superiores a los  $400^\circ\text{C}$ , finalizando a los  $1050^\circ\text{C}$ . En la curva 2 aparece la derivada termogravimétrica donde se aprecia un mínimo de la velocidad de disminución de peso a temperatura de  $\sim 1050^\circ\text{C}$ . La curva 3 correspondiente al ATD presenta 5 picos característicos de las reacciones que ocurren durante el proceso de calentamiento. Para identificar la reacción en cada pico característico, muestras independientes de  $\sim 3 \text{ g}$  de peso fueron sometidas a tratamiento térmico en cada una de estas temperaturas características durante 15-60 min, los mismos fueron analizados por DR-X. En la figura 2 A, B se muestran los difractogramas correspondientes a las muestras tratadas a  $790^\circ\text{C}$  y  $950^\circ\text{C}$  en los cua-

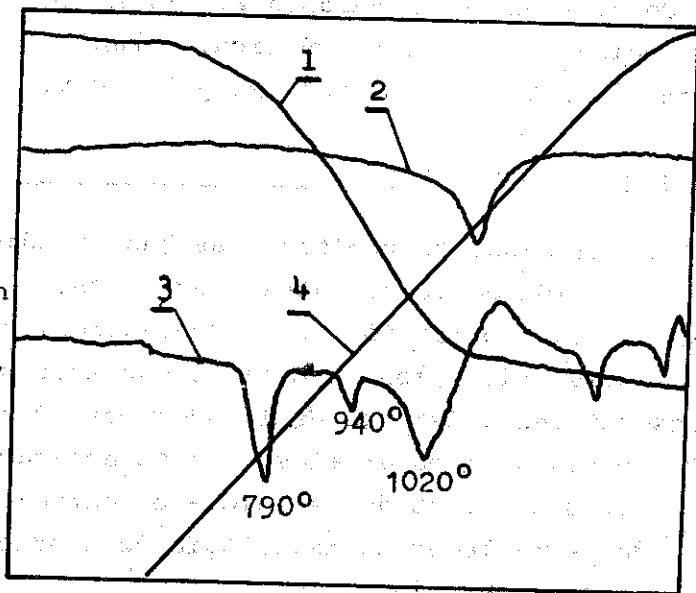


Figura 1.

Sección del termograma realizado en mezclas de polvos de  $\text{BaCO}_3 + \text{TiO}_2$ .  
1 - TG (10mm = 16mg), 2 - DTG, 3 - ATD,  
4 - T.

nación de la altura de la muestra bajo presión continua, b) determinación de la altura de la muestra después de extraídas del molde. En la figura 3 se muestran los resultados experimentales obtenidos, apreciándose como aumenta el valor de la recuperación de la altura cuando esta la fuerza de conformación, la magnitud del incremento del valor de esta recuperación está dada por la diferencia entre las curvas a y b (figura 3) por el eje de las ordenadas, nótese que el efecto de recuperación aumenta con la presión, siendo mínimo a presiones menores o iguales a  $2 \text{ T/cm}^2$ , de donde se deduce que presiones cercanas a ella propician una mejor conformación del material.

### 2.3. SINTERIZACIÓN

Mezclas de polvos de  $\text{TiO}_2 + \text{BaCO}_3$  en concentración molar 1:1; prensadas y calcinadas en los regímenes convenientes establecidos en los epígrafes anteriores fueron sometidas a tratamiento térmico en atmósfera de aire para sinterizarlas en un horno - MLW Elektron 1600 (RDA) -. Las muestras se acomodan en una cápsula de porcelana, separadas entre sí y de las paredes de la cápsula por una capa de Alúmina. El calentamiento se ejecutó hasta  $1330^\circ\text{C}$  incrementando la temperatura escalonadamente cada  $50^\circ\text{C}$  a partir de los  $1000^\circ\text{C}$ , en cada escalón térmico se mantuvieron 15 min y se extraían del horno para determinar la densidad alcanzada, posteriormente se calentaba hasta el siguiente escalón y se repetía cíclicamente la anterior operación. La curva

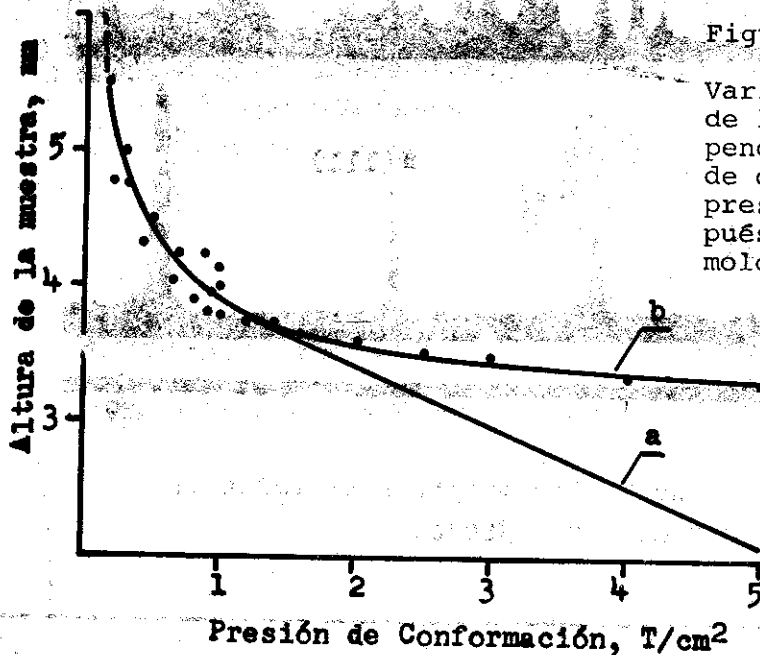


Figura 3.

Variación de la altura de las muestras en dependencia de la presión de conformación: a) bajo presión continua, b) después de extraídas del molde.

de la variación de la densidad durante el calentamiento se muestra en la figura 4, en ella se aprecia que el incremento de la densidad comienza a partir de los  $1100^\circ\text{C}$ , tomando su máximo valor en la región de los  $1270 - 1280^\circ\text{C}$ . En concordancia con estudios anteriores /3/ suponemos que a temperatura próxima o superior a los  $1300^\circ\text{C}$  ocurren descomposiciones parciales del

BaTiO<sub>3</sub> dadas por la formación de modificaciones superiores que pueden conllevar al incremento de la porosidad del material para facilitar la reacción con el oxígeno del medio, provocando la pérdida de la densidad de las muestras a alta temperatura durante la sinterización, reacciones que se revelan en el ATD mostrado en la figura 1, por otra parte, es conocido /4/ que la modificación del titanato de bario que presenta propiedades segnetoeléctricas es la perovkita - BaTiO<sub>3</sub> y que el incremento de la densidad favorece los efectos electromecánicos. Partiendo de este análisis consideramos que la temperatura adecuada para la sinterización es T=1270 ÷ 1280°C. Muestras preparadas de forma similar a las anteriores fueron sinterizadas a T=1270 ÷ 1280°C durante diferentes intervalos de tiempo obteniéndose que el incremento de la densidad se estabiliza a partir de las 3 horas de sinterización. De esta manera establecimos un régimen tecnológico que permite obtener cerámicas de BaTiO<sub>3</sub> con densidades de hasta 5,8 g/cm<sup>3</sup>, mediante la sinterización a temperaturas entre los 1270 ÷ 1280°C durante tiempos entre 3 y 4 horas.

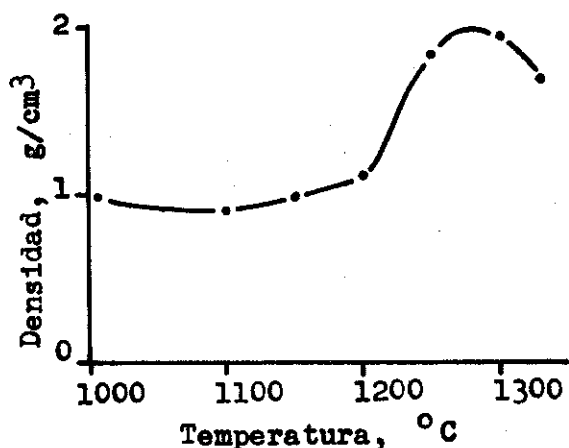


Figura 4.

Variación de la densidad relativa de la cerámica de Titanato de Bario en el proceso de calentamiento.

### 3. ELABORACION DE CERÁMICAS PIEZOELÉCTRICAS DE BaTiO<sub>3</sub>

Aplicando los regímenes tecnológicos establecidos en los puntos anteriores, fue elaborada una gran serie de cerámicas piezoeléctricas de 2 mm de espesor y 1 mm de diámetro. Las cerámicas después de sinterizadas fueron polarizadas en el régimen /5/ 2,2 Kv/mm a T=60 ÷ 90°C. Las cerámicas después de obtenidas poseen la capacidad de convertir impulsos mecánicos de 10<sup>-5</sup> Joule en 100 μv. Las mismas en la actualidad se están aplicando para la fabricación de dos tipos de transductores acústicos.

### CONCLUSIONES

Establecida una tecnología preliminar para la elaboración de cerámicas piezoeléctricas de BaTiO<sub>3</sub>. Las cerámicas elaboradas propician una conversión electromecánica de 10<sup>-5</sup> Joule en 100 μv. Las mismas pueden ser utilizadas para la generación y recepción acústica.

## AGRADECIMIENTOS

Al Lic. Francisco Cruz del Dpto. de Metales de la Universidad de La Habana que nos prestó ayuda en el análisis por DRX y al Dpto. de Física Aplicada, en cuyas instalaciones fue ejecutada la investigación tecnológica de este trabajo.

## BIBLIOGRAFÍA

1. GOST 10936. Poroshkovaya Metalurgia. Metod Opredelenia Nasipnoi Plotnosti.
2. GOST 10937. Poroshok Zheliezni. Metod Opredelenia Pressuemosti.
3. H.M. O'Bryan, Jr. and J. Thomson, Jr., J. Am. Ceram. Soc. 57 (12), 522-526. 1974.
4. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, Ed. John & Sons. New York. 1953.
5. Don A. Berlincourt, R. Curran, and Hans Jaffe. Physical Acoustics. V. 1 Parte A, Cap. 3. Ed. Academic Press. New York and London. 1964.