

SINTESE E CARACTERIZAÇÃO DA CERÂMICA $MgTiO_3$ DOPADA COM 1% DE V_2O_5

S.K.O.Menezes^a; A. J. M. Sales^b; G. F. M. Pires Júnior^b; H. O. Rodrigues^b;
J. C. Sales^c; D. G. Sousa^b; A. S. B. Sombra^d

^a Departamento de Engenharia Elétrica (FANOR) – Faculdade Nordeste

^b Departamento de Teleinformática (DETI), Universidade Federal do Ceará

^c Departamento de Engenharia Civil, Universidade Estadual Vale do Acaraú

^g Laboratório de Telecomunicações e Ciências e Engenharia de Materiais (LOCEM),
Departamento de Física, Universidade Federal do Ceará (UFC),
CEP 60455-760, Fortaleza. Ceará, Brasil.

RESUMO

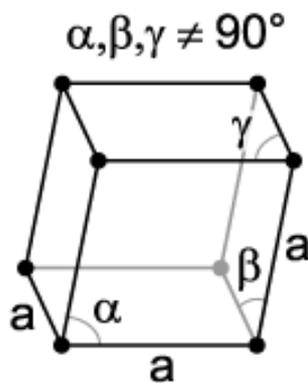
A miniaturização dos circuitos de microondas requer materiais com alta constante dielétrica, baixa perda e boa estabilidade de temperatura. O objetivo do trabalho é o estudo da caracterização estrutural e dielétrica da cerâmica $MgTiO_3$ dopada com 0 e 1% de Vanádio. O preparo do $MgTiO_3$ foi feito pelo método convencional cerâmico. Os pós foram moídos por 4h e calcinados a 1100°C por 4h e a caracterização mais detalhadas por DRX foi feita utilizando o programa DBWS9807a que utiliza o método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas, o qual confirmou a obtenção da fase $MgTiO_3$ (estrutura ortorrômbica “fase majoritária”) e a $MgTi_2O_5$ (estrutura romboédrica). A permissividade do $MgTiO_3$ apresentou valores próximos de 18,5 e para amostra dopada com 1% V_2O_5 , em torno de 19, ambos em frequências de 1MHz. A amostra dopada teve uma melhor permissividade por conta da maior densificação.

Palavras-chave: $MgTiO_3$, método convencional cerâmico, difração de raios - X.

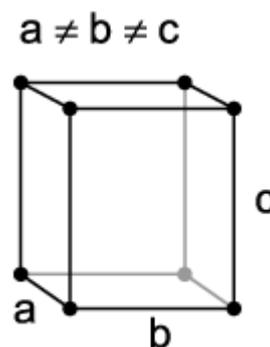
INTRODUÇÃO

O crescente desenvolvimento da indústria de telecomunicações exige o incessante estudo e a posterior fabricação de dispositivos eletrônicos passivos de miniaturização, com alto desempenho eletromagnético e confiabilidade, além de baixo custo. Todas essas exigências são para garantir sistemas de comunicação que operem adequadamente em frequências bem definidas, as quais esses dispositivos eletrônicos se propõem a operar. Seu baixo custo, fácil fabricação e suas interessantes propriedades dielétricas e magnéticas são um dos materiais cerâmicos mais importantes hoje. Propriedades essas que são dependentes de vários fatores como: condições de processamento, temperatura de sinterização e tempo, composição química e substituição de diferentes íons^(1,2,3). O método convencional cerâmico (ou reação de estado sólido) para preparação da eletrocerâmica requer alta temperatura de calcinação, a qual induz agregação das partículas.

Suas estruturas cristalina são $MgTiO_3$ como fase majoritária, que é a romboédrica e surgiu a $MgTi_2O_5$ que é a ortorrômbica.



Romboédrica ^(5,6)



Ortorrômbica ^(5,6)

O tipo de mercado determina o custo do material magnético ou componente empregado à base dessas cerâmicas magnéticas. Entre as aplicações podemos citar: ressonador dielétrico, duplexadores antena, multiplexadores transmissores, osciladores de tensão controlada, ímãs permanentes, auto-falantes, microfones, tubo de imagem de TVs, motores elétricos, na sintonia fina de canais de TV, fontes de

tensão, computadores e etc. E as aplicações customizadas que podemos incluir: sensores, foguetes e uso militar no desenvolvimento de finas camadas de revestimento externo de alguns aviões de combate, de modo a absorver o sinal de radar (4), fazendo tais aviões virtualmente “invisíveis”. Assim, em todo esse contexto apresentado fica justificado o objetivo e a motivação do presente trabalho aqui apresentado para a eletrocerâmica $MgTiO_3 + 1\%$ de V_2O_5 .

MATERIAL E MÉTODOS

O início do trabalho deu-se na preparação da cerâmica MTO ($MgTiO_3$) pura e adicionada com V_2O_5 , que foram cuidadosamente fabricadas através da reação do estado sólido, ou mais conhecido como Método Cerâmico Padrão. Os materiais de partida (óxidos) MgO , TiO_2 , V_2O_5 com alto grau de pureza da *Aldrich* e *Vetec* foram pesados em balança digital e colocados juntos respeitando-se a estequiometria para obtenção da fase desejada num moinho de bolas planetário (*Fritsch Pulverisette*) e foram moídos por 4 hora, para deixar a mistura mais reativa. Os pós moídos foram postos em um cadinho e calcinados em um forno elétrico resistivo (*Jung - N1100*) a uma temperatura de $1100^\circ C$ por 4 horas $2^\circ/min$. Depois de calcinado os pós foram investigados por Difração de Raios-x (DRX) usando um difratômetro. A caracterização da estrutura cristalina foi confirmada através do programa *DBWS9807a* que utiliza o Método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas.

Amostras foram preparadas com pós de MgO e TiO_2 calcinados, e adicionado V_2O_5 , foram prensados em forma cilíndrica de 15mm de diâmetro, sob uma pressão de 3,5 toneladas em prensa hidráulica, as quais foram sinterizadas a $1300^\circ C$ durante 4 horas em refratários e deixadas resfriar a uma taxa de $2^\circ/min$ a temperatura ambiente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A técnica de Difração de Raios-X (DRX) foi indispensável para caracterização da cerâmica MTO. A Figura 1a ilustra o difratograma obtido pela calcinação para o pó do MTO, a figura 1b o difratograma padrão do $MgTi_2O_5$ e a figura 1c o

difratograma padrão do MgTiO_3 . As figuras padrões foram obtidas através do banco de dados ICSD. A identificação de todos os picos mais intensos no perfil de difração obtido confirma a presença de duas fases, a ortorrômbica MgTi_2O_5 e a romboédrica MgTiO_3 , sendo a fase romboédrica majoritária.

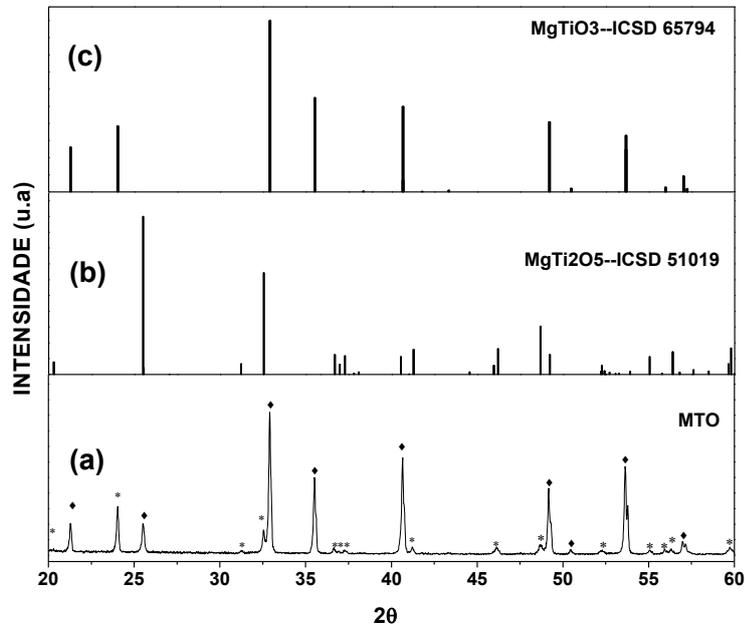


Figura 1 – (a) Difratograma do pó do MTO após calcinação onde * se refere a fase (b) MgTi_2O_5 e ♦ se refere a fase (c) MgTiO_3

A análise quantitativa de fase feita pelo refinamento da amostra calcinada é apresentada na figura 2, e confirma o aparecimento das fases romboédrica e ortorrômbica do MTO. Foi identificada uma boa concordância entre o valor observado (a) e o calculado (b), já que a diferença entre esses valores (c) obtido foi mínima.

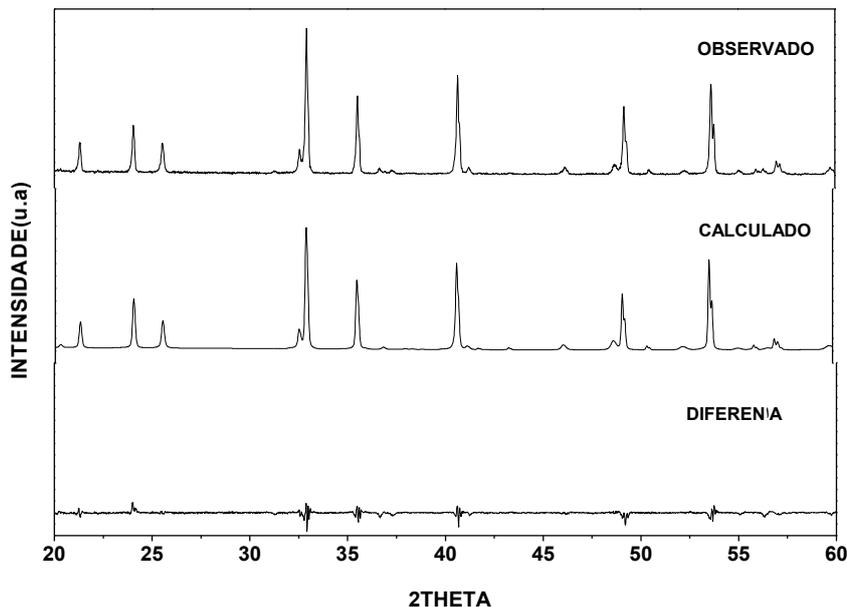


Figura 2 – Padrões de difração do refinamento de Rietveld para o pó do MTO (a) Observado (b) Calculado e (c) Diferença (Observado – Calculado)

Os resultados obtidos através da Difração de Raios-x confirmam o aparecimento da fase romboédrica $MgTiO_3$ com 98,5% de massa molar e da fase ortorrômbica $MgTi_2O_5$ com 1,5%. A tabela 1 apresenta os parâmetros estruturais de refinamento, onde os parâmetros de rede da fase majoritária são revelados.

Tabela 1 – Parâmetros Estruturais do refinamento de Rietveld para o pó do MTO.

Parâmetros Estruturais					
a	5.0544	b	5.0544	c	13.8983
α	90	β	90	γ	120
Density (g/cm ³)	4.310	Mass (%)	91.46	Molar (%)	98.50
R-P (%)	15.31	R-WP (%)	21.96	R-EXPECTED (%)	16.48
S	1.32	D – W	0.34	Space group	R -3 H (148)

A Figura 3 é mostrado a comparação do padrão de difração das amostras SMT0 e SMT0V ($MgTiO_3$ com 0,1% em massa de V_2O_5) sinterizadas a 1300 °C.

Através do gráfico, podemos perceber que todos os picos do SMTO aparecem na amostra SMTOV. Isso sugere que a estrutura do MTO não foi alterada pela adição do V_2O_5 .

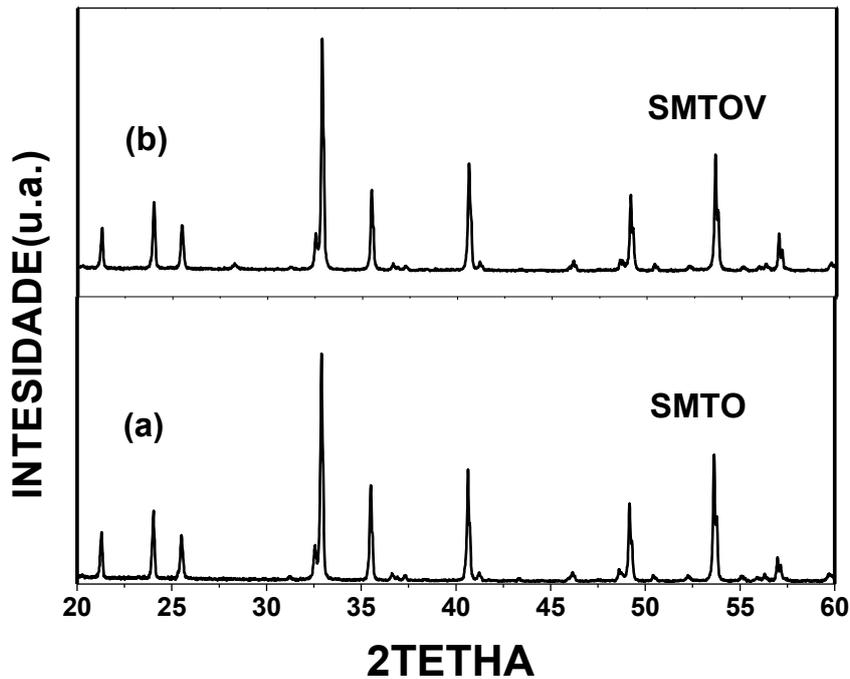


Figura 3 – Padrões de difração para as amostras padrão da capes e as amostras sinterizadas a 1300 °C: MTO puro (a) e MTO adicionado com V_2O_5 (b).

A figura 4 apresenta a análise dielétrica das amostras MTO e MTOV realizadas em temperatura ambiente e em rádio frequência com variação de 100Hz à 1MHz. Pelo gráfico, é visível que a amostra adicionada MTOV apresenta maiores valores em comparação com a amostra pura MTO em toda a faixa de frequência.

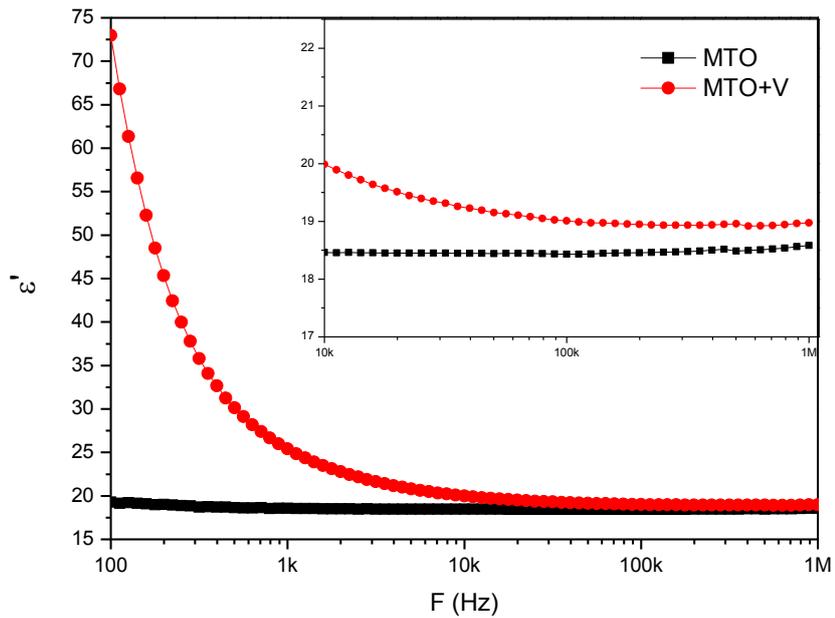


Figura 4 - Variação da permissividade relativa dielétrica (ϵ'_r) com a frequência para as amostras estudadas.

A tabela 3 detalha os valores de permissividade e perda obtidos na análise dielétrica através da espectroscopia de impedância.

Tabela 3 - Valores das propriedades dielétricas obtidas para as amostras MTO e MTOV.

Amostras	100Hz		10kHz		1MHz	
	ϵ'	Tan δ	ϵ'	Tan δ	ϵ'	Tan δ
MTO	19,29	6,6E-02	18,46	1,6E-03	18,58	-2,3E-02
MTOV	72,98	1,6E+00	19,99	1,3E-01	18,97	-2,0E-02

CONCLUSÃO

As conclusões do nosso trabalho podem ser listadas abaixo:

- As amostras de MTO, teve sua fase obtida, através do método convencional de reação de estado sólido a baixas temperaturas.

- A Difração de Raios-X e o posterior refinamento de Rietveld confirmaram o aparecimento da fase principal do MTO com estrutura romboédrica.

- A amostra de MTO com adição de 1% de V_2O_5 apresentou uma boa densificação e demonstra ser um potencial candidato para atender a propriedades exigidas como: alta permissividade dielétrica e baixas perdas elétricas com possível aplicabilidade em ressonador dielétrico, duplexadores antena, multiplexadores transmissores entre outros.

AGRADECIMENTOS

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, a Universidade Federal do Ceará – UFC, Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) e principalmente ao professor Prof. Dr. Antonio Sergio Bezerra Sombra

REFERÊNCIAS

[1] Y. BAI, J. ZHOU, Z. GUI, Z. YUE, L. LI, Preparation and magnetic characterization of y-type hexaferrites containing zinc, cobalt and copper, materials science and engineering b99 (2003) 266 – 269.

[2] (1) A. J. Moulson and J. M. Herbert (Eds.). Electroceramics: Materials, Properties, Applications. 2nd. Edition. John Wiley & Sons, Ltd. (2003).

[3] M. T. Sebastian (Eds.). Dielectric Materials for Wireless Communications. 1nd. Edition. Elsevier Ltd. (2008)

[4] H. HSIANG, R. YAO, Hexagonal ferrite powder synthesis using chemical coprecipitation, materials chemistry and physics 104 (2007) 1 – 4.

[5] BRANCO, Pércio de Moraes. Dicionário de Mineralogia e Gemologia. São Paulo: Oficina de Textos, 2008. 608 p. il.

[6] (1) Atkins. J. (Eds) Atkins, Jones - Principles of Chemistry. 5nd Edition. Peter W. Atkins, Loretta Jones, Ltd. (2003).

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POTTERY MgTiO₃ DOPED WITH 1% V₂O₅

ABSTRACT

The miniaturization of the microwave circuit requires materials with high dielectric constant, low loss and good temperature stability. The objective is to study the structural characterization and dielectric ceramics MgTiO₃ doped with 0 and 1% Vanadium. The preparation of MgTiO₃ was made by conventional ceramic method. The powders were milled and calcined for 4 hours at 1100 ° C for 4 h and the detailed characterization was performed by XRD using the program DBWS9807a that using the Rietveld refinement of crystal structures for which confirmed the achievement of MgTiO₃ phase (orthorhombic structure "majority phase") and MgTi₂O₅ (rhombohedral structure). The permittivity of MgTiO₃ showed values of 18.5 and sample doped with 1% V₂O₅, around 19, both at frequencies of 1MHz. The doped sample had a better permittivity due to the increased densification.

Keywords : MgTiO₃ conventional ceramic method , diffraction - X.