

# OBTENÇÃO DO NIOBATO DE BÁRIO E CHUMBO A PARTIR DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA

*Silva<sup>1</sup> A.A. , Corrêa<sup>2</sup> A.P. , Arantes<sup>3</sup> V.L*

[deca\\_univap@ig.com.br](mailto:deca_univap@ig.com.br)  
[ana\\_pcorrea@yahoo.com.br](mailto:ana_pcorrea@yahoo.com.br)  
[varantes@univap.br](mailto:varantes@univap.br)

Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento - Ip&d - Universidade do vale do Paraíba – Univap – Av. Shishima Hifumi, 2911 urbanova – 12244 – 000 – São José dos Campos – SP – [varantes@univap.br](mailto:varantes@univap.br),  
[deca\\_univap@ig.com.br](mailto:deca_univap@ig.com.br),  
[ana\\_pcorrea@yahoo.com.br](mailto:ana_pcorrea@yahoo.com.br), [varantes@univap.br](mailto:varantes@univap.br)

**Resumo** - Esse trabalho teve como objetivo obter o composto niobato de bário e chumbo (PBN), através da nova técnica de moagem de alta energia (MAE). O niobato de bário e chumbo se destaca por ter amplas aplicações eletro-ópticas desde capacitores até dispositivos de microondas. Esse estudo propiciou um entendimento dos efeitos da técnica de moagem de alta energia sobre o tamanho de partículas dos pós-iniciais e formação de fases durante a moagem. Esses pós foram caracterizados por difração de raios x e analisador de tamanho de partículas “horiba”, que deram resultados sobre a evolução das fases, refinamentos de grãos e tamanho de partículas aglomeradas.

**Palavras-chave:** moagem de alta energia, nanômetros, PBN.

**Área do Conhecimento:** Engenharia dos Materiais

## Introdução

O niobato de bário e chumbo se destaca entre as cerâmicas ferroelétricas por apresentarem um número vasto de aplicações, desde capacitores e dispositivos para microondas até aplicações na área biomédica (XUE et al., 2000) (XUE et al., 1999) (WAN et al 2000).

O desenvolvimento de novas técnicas de processamento de materiais cerâmicos, assim como o aperfeiçoamento das mesmas, advém da necessidade de se obter amostras densas, com controle adequado da microestrutura, especialmente do tamanho de grão, e estequiometria. Foi utilizado o processo de moagem de alta energia, por ser um método que possibilita reações no estado sólido obtendo uma microestrutura uniforme e de alta densidade (ARANTES, 1994).

As variáveis do processo de moagem de alta energia incluem o tipo de moinho, recipiente de moagem (vaso), velocidade de moagem, tempo de moagem e razão volumétrica pó/meios de moagem. A técnica de moagem de alta energia tem se mostrado bastante promissor para obtenção de pós-finos, nanométricos e altamente reativos, onde as fases desejadas são formadas durante a própria moagem (SURYANARAYANA, 2001).

A principal vantagem da moagem de alta energia é ser um método que possibilita reações no estado sólido em temperaturas próximas a temperatura ambiente, com tamanhos de grãos nanométricos.

Para cerâmicas a base de chumbo, esta característica é particularmente importante, pois o óxido de chumbo, além de tóxico, é bastante volátil em temperaturas elevadas, causando problemas na estequiometria.

## Procedimento experimental

As matérias-primas utilizadas foram todas de alta pureza: óxido de chumbo, da Vetec, nitrato de bário, da Vetec e óxido de nióbio, da Fluka.

A velocidade de rotação do moinho foi otimizada como sendo 270 rpm para todas as moagens realizadas.

Foi utilizada uma balança modelo AL500C, com precisão em miligramas, que garantiu a estequiometria do material utilizado.

As variáveis estudadas foram: tempo de moagem e relação bolas: pó, em peso. Foram realizadas moagens por 5, 15, 30, 45, 60 e 100 horas, com paradas de 5 minutos a cada 30 minutos, para evitar o aquecimento excessivo do sistema: jarros, meios de moagens e pós. Depois esses pós-resultantes das moagens foram submetidos a um estudo de difração de raios-X (DRX), para análise da reação das matérias-primas iniciais e fases formadas em função do tempo de moagem.

Equação de Scherrer O ensaio de difração de raios-X, utilizado extensivamente para determinar fases cristalinas, fornece várias outras informações, sendo uma delas, o tamanho de partículas. Considerando que cada pico obtido seja uma curva de erro, por exemplo uma gaussiana ou uma lorentziana, o tamanho de partícula pode ser deduzido pela equação de scherrer:  $D = 0.9\lambda / (LMA) \cos\theta$  Onde D é o tamanho de grão,  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação na emissão dos raios-x, (LMA) é a largura a meia altura e  $\theta$  é o ângulo de difração.

### Resultados e discussões

Os resultados mostraram que na moagem de 10:1 em peso ( figura 1) que houve reações dos pós-iniciais nas primeiras 5h formando a fase desejada (PBN), surgiu também uma fase não esperada: niobato de bário. Com 15, 30, 45 e 60 horas houve alargamento progressivo dos picos, diminuindo o tamanho de grãos (tabela 1). Foram realizadas moagens de 20:1 em peso por 30, 45, 60 e 100h, conforme mostra figura 2. Observa-se o niobato de bário com uma estequiometria diferente, houve uma variação nos picos observados na moagem de 100 horas onde apareceu apenas o PBN e óxido de nióbio. Observa-se uma total reação do restante do material, não aparecendo o óxido de chumbo, nitrato de bário e niobato de bário no ensaio de difração de raios-x para 100 horas de moagem.

O analisador Horiba confirmou que mesmo aumentando o tempo de moagem, o tamanho dos grãos aglomerados não aumentou e sim diminuiu (figura 3).

A moagem dos precursores selecionados não foi eficiente para a obtenção de uma única fase de PBN, nem favoreceu um refinamento progressivo do tamanho de grãos, (Tabela 1).

A moagem do PBN foi bastante difícil, com baixa recuperação de pó. Grande parte dos pós “grudou” nas paredes do cadinho e dos meios de moagem.

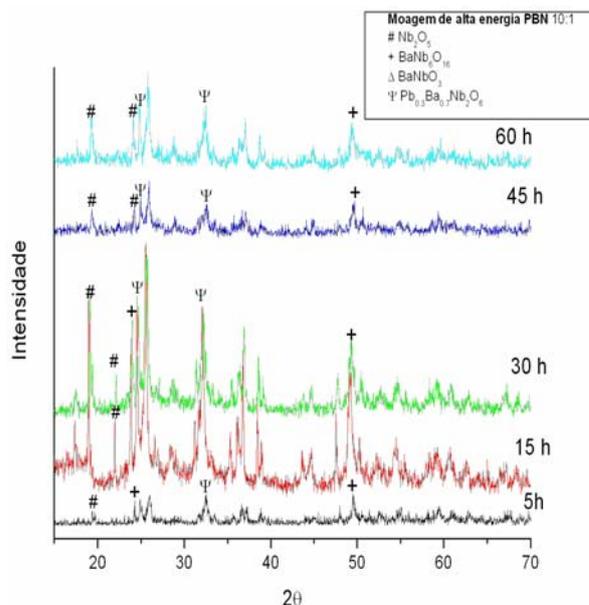


Figura 1 - Espectros de difração de raios-X para os óxidos moídos em tempos crescentes utilizando-se uma relação bolas:pó de 10:1. Os picos não-indexados referem-se aos picos de nitrato de bário

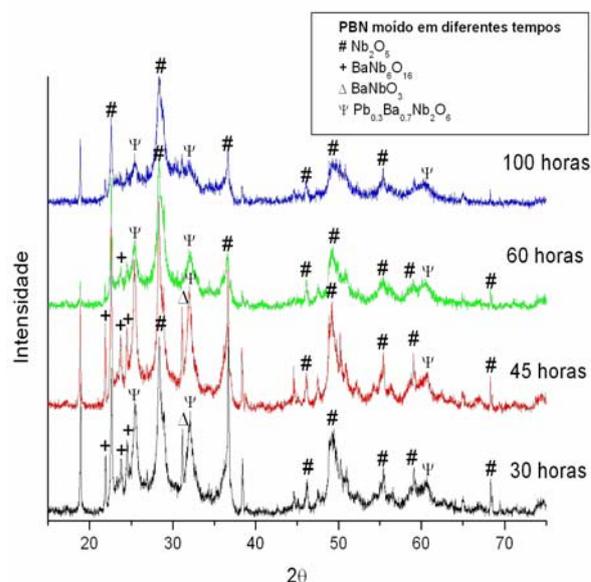


Figura 2 - Espectros de difração de raios-X para os óxidos moídos em tempos crescentes utilizando-se uma relação bolas: pó de 20:1. Os picos não-indexados referem-se aos picos de nitrato de bário.

Tabela 1– Resultados de tamanho de partículas obtidos pela equação de Scherrer [nm] para a moagem de PBN, utilizando-se uma relação peso de bolas:pó de 20:1 (em peso)

Tempo de moagem	*Pico Nb2O5	+Pico PBN
45	14,8	22,3
60	10,9	17,7
100		18,3

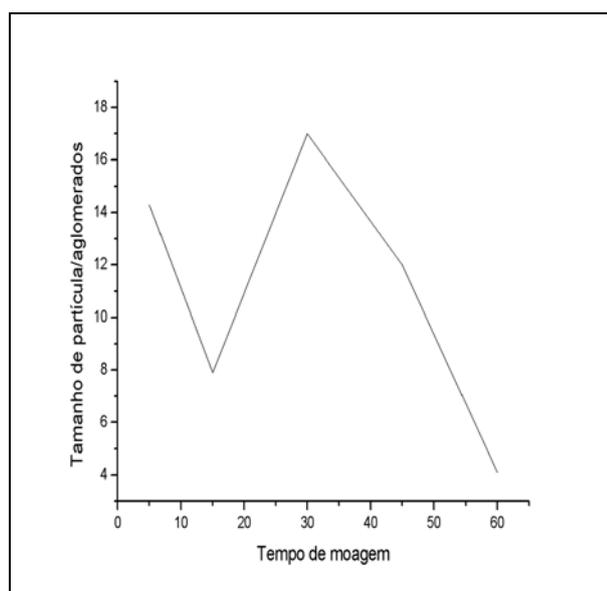


Figura 3 – Tamanho de grãos observados no analisador de partícula Horiba para tempos crescentes de moagem.

## Conclusão

O propósito inicial do trabalho foi alcançado, com a redução do tamanho de grãos para nanômetros, utilizando um método inovador (moagem de alta energia). Foi comprovado que houve reações entre os materiais, como era previsto, ficando apenas uma pequena porção do óxido de nióbio livre.

Uma preocupação seria que conforme houvesse uma diminuição do tamanho de partículas pudesse haver uma aglomeração das mesmas, mas o analisador de tamanho de partículas HORIBA provou o contrário.

O processo de moagem de alta energia mostrou resultados que seriam impossíveis de serem conseguidos pelos métodos tradicionais de moagem, pois reduziu o tamanho de partículas para nanômetros, formou fases durante a própria moagem em temperaturas baixas, dispensando o processo de calcinação.

De uma maneira geral pode-se dizer que a moagem de alta energia foi eficiente no

refinamento de partículas e reações entre os materiais, apenas não houve uma formação de uma fase única (PBN), novas medidas serão tomadas para resolver problemas na formação da fase desejada (PBN).

## Referências

ARANTES, V.L. Obtenção e caracterização do composto do  $Zr_{0,8}TiSn_{0,2}O_4$ . (Dissertação de Mestrado em ciência e engenharia de materiais) – Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade de São Carlos, São Carlos, 1994.

- RODRIGUEZ, C.A.D., BATISTA, S.R.F., Cálculo do tamanho de grão por difração de raio-x. (Dissertação do programa de pós graduação em ciência e engenharia de materiais) – Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade de São Carlos, São Carlos, 1998.

- SURYANARAYANA, c., Mechanical Alloying and Milling, Progresses in Materials Science, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Colorado School of mines, Golden, USA, 2001

