

Ik39-002

Síntese e caracterização de eletrólitos sólidos de $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ (LLZO) sinterizados a frio.

Coutinho, L.S.(1); Antonelli, E.(2); Aredes, R.G.(1);

(1) Unifesp; (2) UNIFESP;

A sinterização é o processo pelo qual um material particulado é consolidado em um corpo sólido por meio do calor, promovendo a difusão de átomos. O método tradicional de sinterização de cerâmicas consiste em aquecer um material em temperatura próximas de 2/3 do ponto de fusão por algumas horas, o que, para cerâmicas, é comumente temperaturas acima de 1000°C, sendo energeticamente custoso. Vários métodos de sinterização em baixa temperatura têm sido desenvolvidos. Um dos mais promissores, batizado de sinterização a frio (do inglês, ColdSinteringProcess- CSP), promove a sinterização de cerâmicas em baixas temperaturas (~200°C) com a adição de pequena pressão e uma proporção de fase líquida solvente. Assim, a sinterização é promovida por uma dinâmica de solubilização e deposição já observada em fenômenos naturais, como formação de rochas e crescimento de dentes. Artigos recentes têm demonstrado que a técnica pode ser aplicada para produzir cerâmicas densas muito semelhantes às obtidas por métodos tradicionais. O objetivo desse trabalho é estudar a técnica CSP para sinterização de eletrólitos sólidos, para utilização em baterias de estado-sólido. O $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ (LLZO) é um material cerâmico que tem atraído atenção por apresentar alta condutividade de íons de lítio em temperaturas ambiente, necessitando, para tal, a estabilização de sua fase cúbica condutora, pela adição de dopantes, e uma sinterização que minimize a formação de fases amorfas isolantes ou fases pobres em íons de lítio. A técnica CSP potencialmente permite a sinterização do LLZO em baixas temperaturas. Neste trabalho, o LLZO foi sintetizado por meio de reação de estado sólido, utilizando dopagem de estrôncio e magnésio. As amostras foram calcinadas na temperatura de 1100oC/5h e análises de difração de raios X indicam a formação da fase cúbica de LLZO. Para a sinterização por CSP, as amostras foram acondicionadas em molde metálico e aquecidas a 250oC/1h, enquanto submetidas a pressão de 83 MPa. Foram estudados como aditivos a água destilada, o ácido acético e o polímero Álcool Polivinílico. Para a comparação, corpos cerâmicos foram sinterizados por meio de sinterização convencional a temperatura de 1000°C, 1100°C e 1230°C por 5 horas. Todas as amostras foram caracterizadas utilizando a microscopia eletrônica de varredura (MEV). Em ambas as metodologias enfrentamos dificuldades em obter altas densidades para o LLZO. Entretanto, a difração de raios X indica que a sinterização convencional favorece a mudança de fase do LLZO cúbico para o $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$, que tem alta resistividade. Essa mudança de fase não acontece na CSP. As propriedades elétricas das amostras de LLZO foram obtidas utilizando a espectroscopia de impedância e apresentam condutividades comparáveis com o descrito pela literatura.